**第二章 样品的制备及测试**

2.1 样品的采集及制备

煤样采自山西太原西山煤田古交矿区东曲2号煤层，选取矿井新鲜煤样，样品采集后，立即装入样品袋内，防止样品污染和氧化作用。样品测试前，在样品制备室手工剥离镜煤部分，手工磨至200目，密封干燥保存，以备测试使用。

2.2 样品的测试方法

2.2.1 工业分析和元素分析

分别称取2g0.2g残煤和沥青质样品，工业分析依据国家标准《煤的工业分析方法》（GB/T212-2008）进行测定，元素分析依据国家标准规定（GB/T476-2008）进行测定。工业和元素分析在德国EA公司Vario EL型元素分析仪上进行，C、H、N、S的含量为两次平行样的平均值，O含量使用差减法获得。测试结果如下，

表2-1 DONGQU NO.2 COAL 的工业分析和元素分析

Table 2-1 Proximate and ultimate analysis of Dongqu No.2 coal

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Proximate analysis w /% | | |  | Ultimate analysis wdaf /% | | | | |
| Mad | Aad | Vdaf |  | C | H | O | N | S |
| 0.71 | 2 | 17.72 |  | 90.31 | 4.66 | 2.91 | 1.56 | 0.57 |

2.2.2 反射率测定

反射率测试在Zeiss Axioskop 40A型显微镜上完成， 测试依据国家标准（GD/T6948-2008），在24℃的室温的条件下对东曲2号原煤镜质体反射率进行测定，测试结果为Romax=1.81%。

2.2.3 FTIR测试

FTIR测试在德国BEUKER公司生产的VERTEX70红外光谱仪上完成，测试采用KBr压片制样法制样。将样品与KBr以1:100的质量比混合，在玛瑙研钵中研磨，置入磨具中，在粉末压片机9Mpa压力下保持1min。试验测试波数范围为400-4000 cm-1，分辨率为2 cm-1，累计扫描次数16次，同时对比空白KBr片18次扫描背景，以此获取高质量光谱。

2.2.4 XRD测试

XRD测试在日本理学D/Max-RINT2500型X射线多晶衍射仪上完成，测试使用铝框架制样法，将样品置于特定的盲孔载玻片中压片后放入仪器进行测试。试验条件为：Cu靶辐射，电压为40kV，发散和防发散狭缝1.0mm，接收狭缝0.2mm。电流为100mA，扫描范围为5~80°，连续式扫描方式，扫描速度2°/min。强度单位CPS（计数/秒），步长0.01。

2.2.5 13C核磁共振测试

C核磁共振测试在美国Varian INOVA300型超导核磁共振仪上完成。测试条件为：固体双共振探头，外径6mm ZrO2转子，魔角转速为6 kHz，13C检测核的共振频率为76.425 MHz，采样时间0. 05 s，脉宽4 μs，循环延迟时间4 s，扫描6000次。使用交叉极化（CP）技术，TOSS 抑制边带。接触时间5 ms，谱宽3000 Hz。

为了解决高分辨 NMR 只限于液体样品的局限性问题，可人为造成真实空间或自旋空间 的 快 速 运 动，将各 向 异 性 作 用 平 均 掉，采 用 异 核 高 功 率 去 偶、交 叉 极 化 ( Cross Polarization，简称 CP) 和魔角旋转( Magic Angle Spinning，简称 MAS) 等方法结合［7］，使得固体高分辨 NMR 逐步成为半常规测试方法。

2.2.6 XPS测试

XPS测试在英国VG 公司型号为ES2CALAB250型X射线光电子能谱仪上完成，以C1s（284.6ev）为基准进行能量校正。使用Al Kα阳极，功率为200 W。全扫描透过能为150 eV，步长0.5 eV；窄扫描透过能为60 eV，步长0.05 eV，基础真空为10-7 Pa。

2.2.7 TG/MS测试

TG/MS测试在德国NETZSCH公司型号为STA449 F3-QMS403 D的热分析-四级杆质谱仪上完成，热重试验在干燥环境下进行，称重东曲2号原煤样品10mg，仪器在真空的条件从40℃升温至1000℃，升温速率为10℃/min，试验气氛为氮气，吹扫气流速为80 mL/min，保护气流速为20mL/min，仪器可测气体产物质量范围为1u-300u。