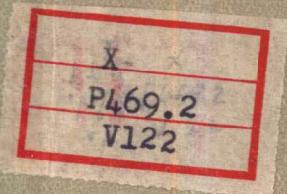


煤層對比的孢子分析法

Н. Э. 瓦 尔 茨 著



地質出版社

155
7/15
7

煤層對比的孢子分析法

И. Э. 瓦尔茨 著

地质出版社

小册子

1956·北京

040008

62

И. Э. Вальц

МЕТОДИКА СПОРОВОГО АНАЛИЗА ДЛЯ ЦЕЛЕЙ

СИНХРОНИЗАЦИИ УГОЛЬНЫХ ПЛАСТОВ

ГОСТОПТЕХИЗДАТ, 1941.

近几年來，孢子分析法在苏联已經廣泛地應用到地質工作中。實踐證明，这种方法无论对地質勘探实际工作或对理論研究工作都具有重大的意义。但到目前为止，有关这方面的書籍在我國出版很少，有鑑于此，为了滿足当前实际工作的需要，特將此書翻譯出版。

本書比較有系統地介绍了煤層對比的孢子分析法。作者首先詳細地敘述了几種最常用的孢子分析的採樣方法和浸解方法；其次扼要地介绍了孢子分析法的制片方法及其形态分类原則；最后探討了有关运用孢子分析結果進行煤層對比的問題。

本書的个别章節可能有些陳旧，但大部分內容还有参考价值，希望讀者能作批判性的吸收。鑑于附錄所列举的設備等比較簡單，且我國各孢粉室均有这种設備，故將其刪掉。本書可供作煤層對比工作人員、煤岩學工作者以及其他地質人員和科學研究工作者参考之用。

本書由地質部專家工作室、煤炭工業部地質勘探总局專家工作室譯出，徐仁和宋之琛二同志从技術上作了改正。

煤層對比的孢子分析法

著 者	И. Э. Вальц
譯 者	地質部專家工作室 煤炭工業部 地質勘探总局專家工作室
出 版 者	地質出版社 北京宣武門外永光寺西街3號 北京市審刊出版發售許可證字第050号
發 行 者	新華書店
印 刷 者	地質印刷厂 北京廣安門內教子胡同甲32號

編輯：趙興田 技術編輯：張華元 校對：馬志正

印數(京)1—4280冊 1956年10月北京第1版

开本31"×43"/₂₅ 1956年10月第1次印刷

字数 40,000字 印張 1²¹/₂₅

定价(10)0.30元

目 錄

前言.....	4
第一章 采集煤样和煤样在浸解前的处理.....	6
坑道中取样、采取煤心煤样、編錄、煤的破碎、浸解煤样的采 取方法	
第二章 煤的浸解.....	10
方法的實質、氧化剂、氧化过程、安全操作、影响氧化过程時 間長短的原因、在氧化过程中对煤样的檢查、氧化剂的洗滌、 用碱处理試样、影响碱处理过程時間長短的原因、浸解結果良 好的特征、浸解結果不良的特征、重复处理、加热浸解法	
第三章 孢子制片.....	17
預先处理已浸解过的產品、孢子的透明、保存剂、孢子的制片 方法、薄片的洗淨及其說明	
第四章 研究小孢子种的成分及其形态分类的原則.....	20
小孢子的孢壁、小孢子形态結構的主要特征、花粉粒形态結 構的主要特征、孢子繪圖和顯微鏡照相、孢子的描述、孢子 符号	
第五章 孢子的統計.....	28
統計的方法、統計孢子时的記錄、統計圖	
第六章 根据孢子進行煤層对比的簡單工作方法.....	30
煤中孢子成分的变化、編制标准剖面、对比煤層的主要标志、 圖表、研究地下坑道中的煤層时对采样方法的选择、根据孢子 对比煤層的方法	
参考文献.....	39

前　　言

最近十年來，以研究石化小孢子为原理之煤層對比的新方法業已制訂，并且廣泛地应用于地質勘探实际工作中。根据苏联許多煤田的資料以及采用本方法的經驗證明了，它非但有实际的价值，而且較之其他古生物對比法有着極大的优越性。这一方法之所以有許多优点，一方面是因为在煤中分布着大量的小孢子，这些小孢子除了使我們有可能从性質上來区分孢子种的成分外，同时也有可能运用每个孢子种在数量上分布的資料；另一方面是因为这些孢子很小而且保存的很完整，因而不必利用其碎片，而利用完整的且有各种各样形态特征的孢子。这种方法的优点还表現在可用來作为研究对象的是煤層本身所含的，而不是圍岩中所含的石化孢子，这样就可以保証在頂底板岩石被冲蝕的情况下不致于造成錯誤。

尽管孢子分析法已獲得人們的重視，但到目前为止有关这方面問題還沒有出版一本比較完整而有系統的書籍，个别一些有关孢子的浸解与研究方面的資料，散見于大量的并且往往不易得到的文献中，这就給区域地質勘探部門的煤岩学者的工作造成極大的困难。本書受煤炭人民委員會[即現在的煤炭部——譯者注]地質勘探总局的委托，根据全苏地質研究所煤岩鑑定室的資料編纂而成，并从國外文献中援引一些資料，其目的是想弥补当前存在的空白点，从而使孢子分析法得到進一步的發展，并貫澈到实际工作中去①。

本書叙述的材料是依工作的順序排列的，并且为了使讀者便于参考，在本書之前附有小标题，这就使讀者很容易地在各章中找到自己所需要的資料。

第一章叙述最常用的孢子分析的采样法，了解這一項工作，非但

①煤層對比的孢子分析法目前已在煤炭人民委員會某些地質勘探部門中应用起來。

如在烏拉爾的基澤爾地質勘探隊中就設有一个小型的實驗室。并且規定了，只有在取自鑽井煤心与坑道的样品中的孢子成分確定之后，才能作煤層的對比。

对孢子分析工作人員有好处，同时对为这项工作提供材料的地質人員也是有帮助的。可惜，由于过去在采样时对取样方法这一問題重視得很不夠，所以送到煤岩室的化驗材料常常大不符合于既定研究任务的要求。

第二章介紹煤的浸解法。本章所叙述的僅是从煤中分解出孢子的最广泛采用的方法，并且有意識地拋棄了那些只是个别研究者所采用的效果很小的浸解方法。

在第三章中提出浸解產品制成薄片的方法。第五章扼要地叙述孢子統計的方法。

上述各章所叙述的是各种工作的实际操作，而在第四章中簡要地叙述孢子的分类方法，以便引起讀者注意到在划分新的孢子种时所运用的主要形态特征。叙述特征时要采用俄文出版的孢粉形态圖。

由于本書的範圍所限不可能說到所有与古生物研究对象有关的問題，所以僅限于最必須的資料，并且介紹給讀者参考文献的目錄，在此目錄中可以找到适当的用俄文出版的各种参考書籍。此外在附錄里叙述了描述新的孢子种的实例。在实例中尽可能談 到各种必要的資料。

在第六章中研究了有关直接运用孢子分析結果進行煤層对比的問題。鑑于在所有有成果的工作中都讓工作人員有發揮自己独創精神的地方，所以第六章与前面几章有区别，只是提出一般的指示。

在附錄里除了各种具体的資料以外，还列举了分析工作所需要的實驗室設備与藥剂以及主要的参考文献。

在外國作者所寫的著作中，附有簡評，以帮助讀者選擇自己所需要的書籍。

虽然作者希望在簡 短的叙述 中能提供 出所涉及諸問題最主要資料，但是无可諱言的，在本書中存在許多缺陷与有待于改進的地方。因此，作者深盼讀者提出批評的意見。意見可寄到：列宁格勒，華西里耶夫斯基島，穆索爾格斯基大街72—E.全聯地質研究所，以便作今后的工作参考之用。

第一章 采集煤样和煤样在浸解前的处理

坑道中取样 孢子分析結果的正确程度大都取决于采集煤样的方法。

根据煤層的結構，采样的条件与進行工作要求的不同，采样的方法可分为下列几种：

1. 采集完整的或断开的原狀煤样（見圖1,*a*）。
2. 保持一定的間距進行采样（沿煤層的厚度，見圖1,*b*）。
3. 按类型分層采样（見圖1,*c*）。
4. 按煤类型，分別采集之煤層平均煤样（見圖1,*d*）。

1. 第一种方法即是从煤層中沿 垂直層 理的方向 鑿出柱狀的原狀煤样，寬度約為0.10公尺。在分析室里將这一煤样分为高达5—10公分的若干小段，而每段应分別進行研究，柱狀的原狀煤样分段时，必須根据煤岩成分來進行；同时段与段之間要划出界綫來，使每一小段只能包括一种煤岩类型。

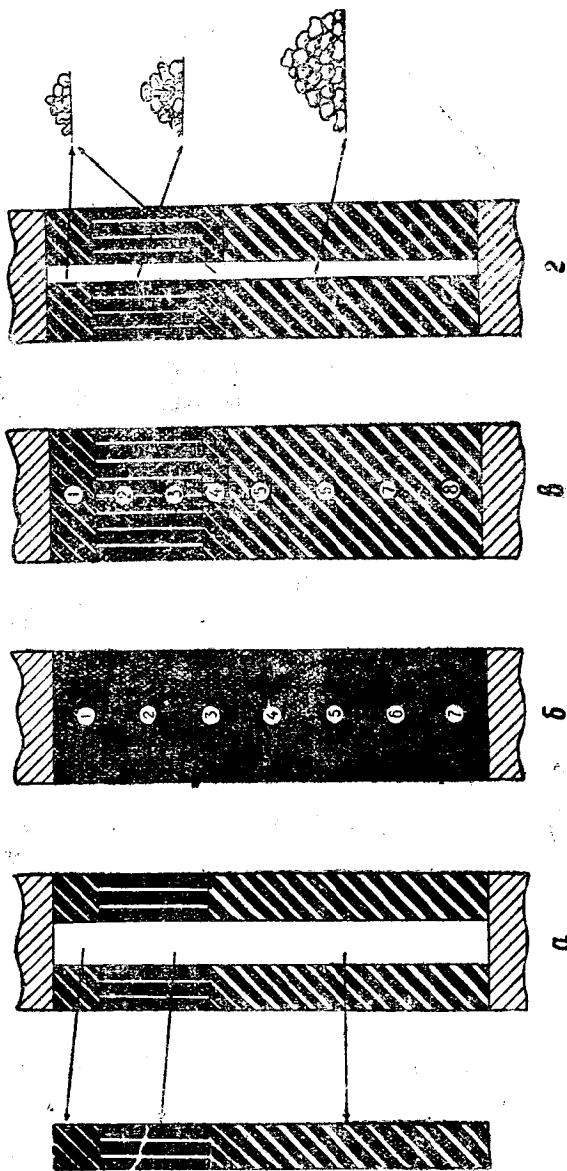
如果由于煤質很脆或采样技術上的种种原因，以致不能取出完整的原狀煤样时，则在礦井中立即按 煤岩类型 進行分段。这时必須注意，力求避免其他層煤的碎塊摻到样品里來；否則，就会歪曲了孢子分析的結果。

采用該方法时，作研究用之样品的数量視煤層 的厚度及 其構造而定。

如果煤層的煤岩成分是均一的，则分段之厚度較之那些由各种不同煤岩成分組成之煤層的分段的厚度为大。

采集完整或断开的原狀煤样时能夠特別正确地鑑定出煤層孢子成分的所有变化；同时在采样时不能漏掉具有一定孢子种特殊比例关系的任一分層。但是，这种方法需要处理大量的样品，因而过于麻煩，所以在厚煤層中采样时均不采用該法；此外，煤岩成分相同的分層，孢子成分的变化通常是微乎其微的，这样就更沒有用这种方法作詳細研究

圖 I. 沈子分析的四种采样法



的必要了。因此，該方法僅适用于研究煤層的标准剖面，这些标准剖面以后用來与其他取样精确程度比較低的剖面作对比之用。

2. 第二种方法即是沿煤層的厚度，間隔一定的距离進行采样。間隔的大小介于 5—35 公分；这就要視煤層的厚度和構造而定。样品的平均块度为10立方公分。

这一方法比前一种方法簡單；同时所得的結果也是相当可靠的。特別是当煤層經受強烈的揉皺或在礦井中不易于研究时，采用該方法較为适当。其缺点就是在采样时可能漏掉一些标志層，这些标志層对某些煤層來說是有重大意义的。

3. 分層采样法即是預先將礦井中的一个煤層按其外部的特征分为若干个分層；然后从每一个分層中按其厚度之不同采集一个或几个煤样。为使在煤層中更均匀地取样，则必須遵守采样規則，即每个取样点之間的距离不能超过过去所規定的大小（如0.20—0.25公尺）。采用該方法可以找到与一定煤类型有联系的煤層孢子成分的全部变化。因此，該法应用最广泛；同时如遇到煤岩成分較复雜的煤層采用該法为宜。

4. 煤層平均煤样的采取方法与作化学分析用的煤样的采集方法相同。如果整个煤層的煤岩成分是一致的，则取出的样品混合破碎之。破碎后，用四分法取出足夠供孢子分析所需的数量；倘若該煤層的煤岩成分很复雜，则在破碎之前需要將煤加以分类（見圖 1,2），因为煤岩类型不同，则在煤的浸解过程中的反应亦是不同的。这种方法的缺点在于不能完全找出孢子成分沿煤層厚度的变化。

当業已查明的标志不能作为該煤田煤層的特征，或者已經知道該煤田其中任何一个煤層包含着不能在該含煤系其他任何一个煤層重复出現的孢子組合时，这些煤田采用煤層平均煤样法为佳。

此外，如果需要确定煤層的地質年代，或者需要知道煤層孢子成分的一般概念，而不需要進行煤層年代对比，则可采用煤層平均煤样，或者混合类型煤样。

本方法的优点就是節省时间，因为研究用的样品数量沒有超过煤層中所采的煤类型的数量。但是，当首次了解煤層的孢子特征时，如

果立即要獲得正確的資料，決不能采用該方法。

採取煤心煤樣 研究煤心的第一階段，要詳細了解煤的外部特徵，如果岩心採取率高的話，也要詳細研究煤層的結構。一方面對煤層外部特徵有了估計，則在根據煤層具體的特徵選擇採樣方法時，給我們指出了明確的方向；另方面孢子分析結果總合起來的資料更增加了對比的可能性。

如果被研究的煤層是由不同煤岩成分組成的，最好採用分層取樣法，這完全有可能從煤心中取出；同時，若煤岩成分相同的話，可以間隔一定距離取樣，亦可用煤層平均採樣法取樣（穿過整個煤心柱）。

在岩心採取率不完全的情況下，最好不採取“平均”煤樣進行研究，而是採取許多各別的小煤塊，根據這些小煤塊的孢子分析結果可以與“標準”剖面的分層資料進行對比。但是由於許多分層被打掉，不完全剖面的总的孢子組合往往不易與煤層某點的比較詳細研究過的孢子組合進行對比。

如果取出的煤心數量很少，其總數少於煤層厚度的40%時，則必須具有下列條件之一，方能確定其層位：

1. 所研究之煤層的煤含有標準孢子。
2. 在樣品中有標志層的煤。
3. 煤層具有同一孢子成分，因此任何一個樣品的孢子組合就可以與整個煤層的总的孢子組合進行對比。

在所有場合下，按照幾個個別煤心煤樣至多只能確定該煤層是屬於含煤系中的某一組，同樣，從勘探坑道與開采坑道中取出的零星煤樣亦只能確定該煤層是屬於含煤系中的某一組。

編錄 在採樣時必須作詳細的記錄，在記錄中除說明採樣點外，尚要記載整個煤層與其每個分層的厚度，採樣的數量、方法和編號等。

在記錄上必須附有柱狀剖面圖，並標明各個樣品的採集地點。每個樣品要貼上標簽，而標簽的號碼必須與記錄本上的號碼相符。儘管說明書有這些基本的要求，但在實際工作中執行的情況往往是不能令人滿意的。

煤的破碎 用上述任何一種採樣方法取樣50—100克，在磁鉢中

搗碎到 0.5 公厘的粒度。为使煤的易碎的部分不至于搗成細粉，必須注意下列兩点：

- (1) 避免用小锤研磨煤粉，只能用有彈性的锤子搗碎。
- (2) 要經常过篩，收集小于 0.5 公厘的碎塊，而將較大的煤样重新放在研鉢中搗碎。

当全部煤样破碎并能通过篩孔为 0.5 公厘的篩子以后，最好清除小于 0.1 公厘的煤粉，因为这样的煤粉不含有价值的孢子，只能將浸解物質弄髒。

当样品数量很多时（如从厚煤層中取平均煤样），为了節約時間起見，可以預先將样品破碎到 3 公厘，然后用四分法取出 50—100 克，再將 50—100 克進一步搗碎。

浸解煤样的采取法 由于煤中所包含小孢子的数量多寡不同，浸解的煤样可以取 1—2 克，甚至于 5 克。为了使这样数量的煤样成为均匀的样品，則可用四分法進行取样。

多余的煤粉必須保存到分析工作結束时为止，因为在分析过程中可能發生再一次浸解而需要該样品。为了保存搗碎的煤样，最好將它裝在紙袋中，并在紙袋上貼上标签。

第二章 煤的浸解

方法的實質 煤浸解的實質就是溶解煤中所含的腐植質，并析出比較坚硬的植物的遺体，特別要分解出小孢子。

1. 碳化程度低的褐煤是用苛性碱溶液（苛性鉀或苛性鈉）在常溫或加熱情況下進行处理。

2. 碳化程度低的烟煤（長焰煤，瓦斯煤，鍋爐肥煤）与近似烟煤的褐煤之浸解分为兩個步驟：

- (1) 氧化。
- (2) 將氧化的產物用碱來处理。

3. 从煉焦煤、貧煤以及无烟煤中分解出孢子的方法至今 尚无規

定。

氧化剂 浸解煤用的氧化剂最广泛采用的有下列几种：

1. 薛氏剂，2. 柳氏剂，3. 鉻的混合剂。

1. 薛氏剂：該混合剂是由濃硝酸和氯酸鉀組成。其比例是取决于煤的碳化程度与煤岩成分。一般是采用下列的比例：即在1克煤粉中加1—2克的氯酸鉀和15—35c.c.的濃硝酸。

薛氏剂是強烈的氧化剂之一，因此适用于比較難以氧化的样品。

2. 柳氏剂：該混合剂是由硝酸和氯酸鈉組成，其比例与薛氏剂相同。由于本混合剂与煤起作用較薛氏剂緩慢，因此特別适宜于褐煤和碳化程度較低的烟煤（長焰煤）。

在同一个時間內处理碳化程度較高的一批样品时，为了防止由于觀察氧化过程的時間不夠，而使某些样品氧化过度的現象，亦可采用本方法。

3. 鉻的混合剂是由帶有鉻酸酐的溶液与硫酸組成。加入硫酸的目的是为了在溶液中獲得三价鉻的可溶解的鹽类。通常兩者容積的比例为1:1。处理时，略有过量的硫酸非但对氧化作用沒有害处，反而有助于由六价的鉻还原而形成之鉻酸鹽的溶解。

从其分析結果來看，該混合剂的功效最差，因此在实际工作中很少采用。

氧化过程 采用第一，第二种氧化剂时，首先將干燥的称样放入容量为1000 c.c. 的燒杯里（燒杯容量的大小在冲洗氧化剂时是有着很大意义的），加氯酸鉀（或氯酸鈉）并攪拌之，然后將硝酸注入。

混合剂接触到一些煤时，则立即發生气泡，并在氧化反应时，發散出大量的热。

这些煤比那些沒有顯示出任何反应特征的煤在氧化時間上要短一些。

在表1中列举了用薛氏剂与柳氏剂处理各种煤大致所需要的时间。

影响氧化速度的各种原因將于下一節中加以叙述。

安全操作 由于在氧化过程中而溢出对人体的皮膚与呼吸器管有

害的氯与氧化氮，因此处理煤样必須在通風柜內進行。

采用氯酸鉀处理煤样时，注入酸时必須十分小心，因为煤的強烈反应，可能引起爆炸。在处理含有大量黃鐵礦的煤样时，应当特別加以注意。

同时必須記住，由氧化而溢出的气体能损坏顯微鏡的机件，因此不能將顯微鏡放在靠近通風柜的地方。

影响氧化过程時間長短的原因 氧化过程時間的長短主要决定于以下四种原因：

(1) 煤的碳化程度；(2) 煤岩类型；(3) 煤在空气中的氧化程度；(4) 矿物杂质的含量和性質。

1. 在碳化过程中，產生腐植質化合物的聚積作用，同时伴随着聚積作用的產生而使羧基消失。由于这样就决定了煤能溶解在碱中的物質就消失了。为了用上述方法獲得的產品在碱中重新变为可溶的化合物，必須將煤進行氧化。十分明顯，碳化程度越高，則氧化就越困难（萊氏認為对于变質程度高的煤，在氧化之前应在此啶液中浸几天。当煤呈松散和膨脹状态时，就易于处理。在吡啶液中浸泡以后，则用稀鹽酸冲洗，然后再用水洗。預先用硫酸冲洗的目的是使吡啶液成为可溶于水的化合物）。

2. 如果碳化程度相同，而煤岩的类型不同，则氧化的情况亦有懸殊。含有大量孢子和絲炭碎片的全暗煤，在各种条件都相同的情况下，其氧化作用較半暗煤來得快；而半暗煤又比那些几乎完全由腐植化之植物組織的殘体組成的半亮煤來得快一些。由此得出結論：在碳化程度相同的条件下，氧化过程的長短是与煤中所含腐植質的多寡成正比。

3. 碳化程度低而且在大气中經過氧化的煤，则在分析室中所需要的氧化时间就減少。在处理試样之前，为使煤样有一定时间進行氧化，最好在野外就將煤样破碎。

可以用能透空气的紙袋來包裝煤样。

4. 非但氧化速度，而且煤的浸解結果良好与否一般亦取决于煤中所含矿物杂质的性質，含有大塊岩石的煤样浸解特別容易，有些与此相

类似的煤样在氧化剂中即成为薄漿狀的物体，因此，不需要用碱來處理。

无论属于那一种煤岩的煤样，如果含有大量膠体狀的礦物質，則不易于浸解。象这些煤样必須事先用氫氟酸氧化几天，然后再用普通處理煤样的方法進行浸解。如果煤样的灰份中含有碳酸鹽，則用鹽酸來代替氫氟酸。

用氫氟酸處理煤样时无论在常温或加热情况下必須在通風櫃內進行。

在常温處理煤样时，可以用塗上一層石蜡的玻璃杯，玻璃皿，瓷杯，瓷皿作为容器。

用氫氟酸處理时，最好將氫氟酸分數次注入，当第一次注入的氢氟酸干了以后再注入。氢氟酸的数量和處理時間的長短是决定于煤中所需要排除的礦物雜質的数量，在處理過程中为了加速氢氟酸的作用，可以加热，但是必須在鉑或鉛制的坩埚中加热。處理过程如下：將10—20c.c.的氢氟酸注入煤粉中，然后將坩埚加热直至过量的酸消失了并在坩埚底出現微微有些潮湿的薄漿狀物体为止。再加氢氟酸，根据煤中所含的灰份多寡而重复用氢氟酸處理三次到五次。用氢氟酸處理后，先用10%的鹽酸洗滌，然后再用水洗。在氧化之前，將洗过的煤粉稍微進行干燥。

在氧化过程中对煤样的檢查 在用氧化剂處理煤样过程中，要經常用吸管吸取一小部分試样（以下簡称为部分試样），用水洗滌后放在顯微鏡下觀察。如果部分試样的某小塊，或大部分邊緣呈褐色与透明时，好象薄片中的鏡煤物質的話，那末煤的氧化認為是充分了。

为了避免在測定氧化程度时的主觀估計，可以采用另一种方法，就是加几滴标准濃度的苛性鉀于已經去氧化剂的部分試样中，如果液体呈深褐色，則氧化認為是充足，如果沒有呈褐色，或者出現白色，这表明了有進一步用氧化剂處理的必要。

如果在氧化过程中反应比較強烈，則需要每隔半小时取部分試样檢查一次（在反应即將結束时，要經常檢查），倘若反应很緩慢，則每隔二至三小时檢查一次就可以了。

氧化剂的洗滌 氧化过程結束后，在試样中着手進行去氧化剂的工作。为此將盛有試样的燒杯注滿冷水，靜置沉淀之，当全部最小的顆粒沉淀下去后（大約需要二小時），則用虹吸管吸出液体上部的水与酸，然后再注入水。如此反复地進行直至石蕊試紙在試样中不呈酸性反应为止。洗滌的工作也可以在离心器中進行，这样就可以大大加快处理的速度。

用碱处理試样 用苛性碱（苛性鉀或苛性鈉）处理已用水洗去氧化剂的沉淀物。通常要配制标准的苛性碱，將它一滴一滴地加入浸解的產品中，直至在溶液里出現棕色为止。用碱处理如同氧化时的处理一样应取出一部分試样在顯微鏡下進行觀察。为使試样不至于在碱中作用过度，必須經常作部分試样的鏡下檢查。觀察試样的腐植質和析出的孢子情况。

一当析出大量或少量的孢子时，并且已基本上去掉孢子上的腐植質，这时即着手進行碱的中和工作。洗滌的方法和上述洗滌氧化剂的方法相同，一直洗滌到使冲洗液变成无色为止。

影响碱处理过程时间長短的原因 碱处理过程時間的長短取决于：1. 煤的氧化程度。2. 所含的煤岩成分：

1. 氧化很充分的試样，在5—20分鐘內就可以溶解；而氧化不充分的試样在碱中需放置数小时；氧化極不充分的煤样，不管其濃度与处理時間的長短如何，則不能溶解。

2. 含有少量腐植質的全暗煤較那些几乎全部由腐植質組成的半亮煤的溶解速度快得多。在表1中列举了各种类型煤的处理的时间，同时这些最小的数字是屬於那些氧化条件最正常的試样。

用碱处理时不應該力求全部，甚至于那些最大的煤粒都能完全溶解；因为这样最早分解出的孢子便遭受到破坏。此外，必須考慮到，碱对煤的作用甚至在冲洗过程中仍繼續進行着；因为在燒杯中用沉淀的方法洗滌試样时，溶液的中和作用進行得相当緩慢。

浸解結果更好的特征 浸解良好的小孢子是透明的，呈黃色或棕黃色，外形很清晰，并能清楚地区別紋飾，在孢子上的任何一个地方也看不到腐植質的殘留体，或粘結其他植物殘体部分。

浸解結果不良的特征 因氧化不充足而不能分解出孢子，或者因氧化时过于强烈，既破坏了腐植質又破坏了孢壁，这都是浸解不良好的現象。

試样氧化不足的現象可根据下列标志來判断：

- (1) 存在大量尚未溶解了(呈黑色)的小煤塊。
- (2) 苛性碱溶液尚有一些淺色。
- (3) 在浸解的產品中沒有孢子或者孢子的数量过少(指該类型煤而言)。

氧化过于強烈的現象可表現在下列的特征上：

- (1) 在浸解的產品中存在大量半透明的褐色的小塊，这些小塊是煤塊中的礦物成分。
- (2) 孢子壁呈白色，而且被破坏很多，这时很难区别孢子的形态特征。

但是，这里必須指出，无论由氧化过于強烈或者用碱处理时间过久，都会使孢壁破坏得很厉害。这时孢壁的物质便產生膨脹与退色現象。

重复处理 如果由于确定的浸解条件不正确(氧化不充足)沒有分解出孢子，则要重新進行处理。首先將已去碱的样品蒸發掉过多的水份，然后重复全部浸解过程。但是重复处理时必須采用濃度較小的药剂，同时处理的时间也要縮短。

加热浸解法 除了在常温情况下進行浸解外，尚可以采用加热浸解法。虽然这样对分析工作者來說要求有丰富的經驗，但是加热浸解法可以大大縮短处理样品的时间，这一点只要看一看表 I 就十分明顯了。

只有在氧化时，才能采取加热浸解法，并且必須經常檢查反应過程。开始时每隔 5—20 分鐘就应取出部分試样進行一次觀察，而后检查的次数还要增多。

在处理碳化程度不高的煤样(長焰煤，瓦斯煤)时，为了避免氧化作用过于剧烈，最好分几次加热，每次当溶液剛剛煮沸时，即停止加热。

表 1

在浸解时处理煤样各种过程所需要的时间

煤的类型	氧化化			KOH处理			KOH处理后的洗涤
	HNO ₃ +KCl	HNO ₃ +NaCl	氧化后的洗涤	常温	微加热	在烧杯中沉淀(日数)	
	常温 (小时)	加热 (分钟)	常温 (小时)	加热 (分钟)	在烧杯中沉淀 (日数)	离心器沉淀 (分钟)	
长焰煤 致密的褐煤(莫斯科煤田类型)	~	~	~	~	~	10~20	5分钟以内
	1~6	5~10	2~12	10~20	1~2	10~20	5~10
瓦斯煤 半暗煤，全亮煤	2~18	5~15	4~28	10~30	1~2	10~20	"
	18~48	10~25	24~60	15~40	2~3	15~30	15~30
瓦斯煤 全暗煤，半暗煤	6~45	10~30	16~80	20~50	1~2	10~20	"
	18~84	20~45	38~140	25~80	2~3	15~30	10分钟以内
锅炉煤 半暗煤，全亮煤	48~120	20~60	72~200	30~110	1~2	10~20	15~25
	72~200	30~90	100~300	40~150	2~3	15~30	20~40