ICS
CCS 点击此处添加 CCS 号

T/GRM

中 关 村 绿 色 矿 山 产 业 联 盟 团 体 标 准

T/GRM XXXX—XXXX

煤岩微观测试保真干燥预处理技术规范

Technical specification for faithful drying pretreatment in coal petrographic micro-testing

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

中关村绿色矿山产业联盟　　发 布

目　　次

前言 II
1　范围 1
2　规范性引用文件 1
3　术语和定义 1
4　仪器设备与试剂 1
5　原始煤样采集与制备 2
6　干燥步骤 2
7　干燥煤样的储存 3
附录 A （资料性 ） 临界损伤温度测试方法 4
附录 B （资料性 ） 附录 B 干燥时间测试方法 5
参考文献 6

前　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中关村绿色矿山产业联盟提出并归口。

本文件起草单位：贵州大学、贵州松河煤业发展有限责任公司、西华大学、河南理工大学、中煤科工集团重庆研究院有限公司、重庆大学、江苏科技大学、贵州盘江精煤股份有限公司、中煤科工开采研究院有限公司、辽宁工程技术大学。

本文件主要起草人：左少杰、马振乾、邹佳宇、张亮、刘勇、李良伟、姜志忠、周哲、张旋、周金恋、吕少兵、熊林、羊超、孙卓越、康向涛、郝建峰、易汉华、李复忠、季广瑞、郑雄、罗飞。

本文件为首次发布。

煤岩微观测试保真干燥预处理技术规范

1 范围

本文件规定了煤岩微观测试保真干燥预处理的总体原则、样品制备、仪器设备、干燥步骤、煤样保存的方法与要求。

本文件规定的方法A（真空干燥法）适用于褐煤、烟煤、无烟煤微结构分析前的脱水干燥预处理；方法B（通氮干燥法）适用于褐煤、烟煤、无烟煤微结构分析前的脱水干燥预处理。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 474 煤样的制备方法

GB/T 482 煤层煤样采取方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

煤块 coal

从煤矿井下采取的用于测试的新鲜煤。

3.2

原始煤样 raw coal sample

按照测试分析设备的要求，对煤块进行破碎、筛选、切割、打磨等处理后制备的具有规定尺寸和外观的煤样。

3.3

干燥煤样 dry coal sample

已经完成干燥预处理的用于微观孔裂隙表征或和化学结构分析的煤样样品。

3.4

干燥剂 desiccant

用于吸收密闭容器内水分的化学物质，如硫酸钙或氯化钙等。

3.5

微结构保真度 microstructure fidelity

煤样在干燥脱水预处理过程中，其原生孔裂隙形态、体积及大分子化学键等免受热应力及氧化损伤等的保留程度。

3.6

临界损伤温度 critical damage temperature

引发煤基质内部微孔隙发生力学坍塌、或诱发大分子脂肪侧链及含氧官能团发生不可逆热解断裂的最低热力学温度阈值。

3.7

临界烘干温度 critical drying temperature

在烘干过程中不引发煤基质发生大量物理化学反应的温度，一般取小于临界损伤温度3℃。

4 仪器设备与试剂

4.1 仪器设备

4.1.1 真空干燥箱：配备高精度温控系统与惰性气体充洗接口，能保持温度在60℃～110℃范围内，极限真空度应不大于133 Pa。

4.1.2 通氮干燥箱：带自动控温装置，能保持温度在75℃～110℃，可容纳适量的称量瓶，具有较小的自由空间，设有氮气进出口，每小时可换气15次以上。

4.1.3 分析天平：感量0.1 mg。

4.1.4 流量计：量程为100mL/min～1000 mL/min。

4.1.5 干燥器：内装变色硅胶或粒状无水氯化钙。

4.1.6 烘干盘：由搪瓷、不锈钢、镀锌铁板或铝板等耐热、耐腐蚀材料制成，其规格应能容纳不少于500 g试样。

4.1.7 玻璃称量瓶：直径70 mm～80 mm，高35 mm～40 mm，带有严密的磨口盖。

4.2 试剂和材料

4.2.1 氮气：纯度＞99.99%。

4.2.2 无水氯化钙：化学纯，粒状。

4.2.3 变色硅胶：工业用品，粒状。

5 原始煤样采集与制备

5.1 应按照GB/T 474、GB 482要求现场采集煤块，使用密实袋紧密包装，密封前尽可能将密实袋内空气排出。

5.2 煤样在制备之前、制备之后以及制备过程中的任何阶段都应储存在不吸水、不透气的密封容器中并置于阴凉处。

5.3 应按照测试分析设备对样品的要求对煤块进行破碎、筛选、切割、打磨等，制备出原始煤样。

5.4 制备过程应在阴凉干燥处进行，使用不明显生热、机内空气流动很小的设备或人工破碎方式进行，避免破碎过程中产生高温影响煤样的物理化学结构。

6 干燥步骤

6.1 方法A（真空干燥法）

6.1.1 将原始煤样平摊在已预先干燥的烘干盘内，再将烘干盘放入真空干燥箱内，抽真空至绝对压力不大于133 Pa，执行不少于三次“抽真空-充入高纯氮气”循环，以排空真空干燥箱内氧气。每次循环后应待箱内压力稳定后再进行下一次操作。

6.1.2 对于少量需干燥预处理的煤样，可直接使用玻璃称量瓶作为容器进行烘干。

6.1.3 设定临界烘干温度为目标温度，采用阶梯式程序升温方式缓慢加热，升温速率不大于2℃/min。

6.1.4 对微结构保真度存在要求的试样，或具备测定临界损伤温度条件的实验室，应参照附录A测定该煤样的临界损伤温度，参照附录B测定该煤样的干燥时间。

6.1.5 对不具备测定临界损伤温度条件的实验室，可参照表1的参数进行干燥预处理。

表1 真空干燥法煤样干燥预处理参数表

煤种	干燥温度/℃	干燥时间/h （粒径≤10 mm）	干燥时间/h （粒径＞10 mm）
褐煤	65	12	24

烟煤	75	8	16
无烟煤	85	4	8

6.1.6 达到干燥时间后，切断热源，使试样在真空下自然冷却至室温。通过微调进气阀缓慢、匀速通入高纯氮气恢复常压，压力上升速率不宜大于 10 kPa/min，不应瞬态大流量开阀泄压。

6.2 方法 B（通氮干燥法）

6.2.1 将原始煤样平摊在已预先干燥的烘干盘内，再将烘干盘放入充氮干燥箱内。对于少量需干燥预处理的煤样，可直接使用玻璃称量瓶作为容器进行烘干。

6.2.2 在烘干盘或称量瓶放入干燥箱前 10min 开始通氮气，氮气流量以每小时换气 15 次为准，排空干燥箱内氧气。

6.2.3 设定临界损伤温度为目标温度，采用阶梯式程序升温方式（升温速率≤2℃/min）缓慢加热。

6.2.4 对微结构保真度有要求的试样，或具备测定临界损伤温度条件的实验室，应参照附录 A 测定该煤样的临界损伤温度，参照附录 B 测定该煤样的干燥时间。

6.2.5 对不具备测定临界损伤温度条件的实验室，可参照下表 2 的参数进行干燥预处理。

表 2 通氮干燥法煤样干燥预处理参数表

煤种	干燥温度/℃	干燥时间/h （粒径≤10 mm）	干燥时间/h （粒径＞10 mm）
褐煤	85	24	48
烟煤	95	12	24
无烟煤	105	8	16

6.2.6 达到干燥时间后，应切断热源，使试样在充氮条件下自然冷却至室温。

7 干燥煤样的储存

7.1 将干燥煤样放入干燥的称量瓶，应立即盖上盖并放入干燥器内。

7.2 干燥煤样处理完毕后，应尽快完成分析测试。

7.3 测试前转移干燥煤样时，应将干燥煤样装入装有无水氯化钙和变色硅胶的密封袋。

7.4 储存或转移干燥煤样过程中，若变色硅胶产生变色，应重新对煤样进行干燥预处理，或经评估后判定是否可用于微结构测试。

附 录 A
（资料性）
临界损伤温度测试方法

A.1 方法提要

取原始煤样置于热分析-质谱联用仪内，采用阶梯式程序升温方式缓慢加热，分析变温过程中煤样的质量及热解逸散气体变化，确定煤样的临界损伤温度阈值。

A.2 设备及耗材

A.2.1 热分析-质谱联用仪：由热重分析仪（TG）和同步热分析仪（STA）、质谱仪（MS）以及连接系统3部分组成。其中同步热分析仪包括热重-差热分析仪（TG-DTA）和热重-差示扫描量热仪（TG-DSC），主要由测量部分（炉体、传感器等）、电子控制部分（温度控制系统和信号采集等）、气氛控制系统（流量计等）、软件系统等组成。质谱仪通常由进样器、离子源、分析器、真空系统及数据系统等构成。连接系统通常由输送管道、连接接口等组成，接口通常选用石英玻璃毛细管或不锈钢毛细管等。

A.2.2 氮气：纯度＞99.99%。

A.3 测定步骤

A.3.1 检查设备气路、电路等，按照一起操作规程开机；

A.3.2 按照仪器类型选择合适的载气流量通入氮气，按照仪器操作规程对质谱仪抽真空，并进行调谐，达到操作手册规定的试验要求；

A.3.3 将约6 mg待测原始煤样置于坩埚内，称重并记录，精确至0.01mg；

A.3.4 采用阶梯式程序升温方式（升温速率2℃/5min）缓慢加热，质谱其它参数设置根据不同热分析-质谱联用仪操作手册设定；

A.3.5 启动试验温度程序，记录TG、DTA/DSC、MS扫描曲线；

A.3.6 当质谱仪显示2种以上气体成分出现明显变化时，停止实验，分析试验结果。

A.4 结果分析

分析CO2（m/z=44）、CO（m/z=28）、CH4（m/z=16）等的气体离子流曲线，当上述气体离子流强度越过平稳基线，当任一气体出现连续且显著的上升拐点时，对应的热力学温度即判定为临界损伤温度。

附 录 B
（资料性）
附录 B 干燥时间测试方法

B.1 方法提要

取原始煤样置于干燥设备内，在规定气氛下加热至规定的干燥温度并保持恒温。通过分阶段取出冷却并精确称量，记录煤样质量随烘干时间的变化，得出煤样达到彻底干燥所需的确切时间。

B.2 设备及耗材

B.2.1 干燥设备：带有自动控温装置的电热通氮干燥箱或真空干燥箱。

B.2.2 称量容器：带有严密盖子的玻璃称量瓶或带盖的铝制称量盒。

B.2.3 冷却装置：装有变色硅胶或其他有效干燥剂的干燥器。

B.2.4 分析天平：感量为0.1mg。

B.2.5 氮气：纯度＞99.99%。

B.3 测定步骤

B.3.1 将洁净、干燥的带盖称量瓶放入预先加热至干燥温度的干燥箱中，烘干1h。取出后盖严，放入干燥器中冷却至室温（约20min），称量并记录空瓶质量（精确至0.0001g）。

B.3.2 在已称重的称量瓶中，迅速称取约1g（精确至0.0001g）待测原始煤样，平铺在称量瓶底部。

B.3.3 将装有煤样的称量瓶放入干燥箱中，并按照要求开启设备并升温。记录放入时刻，进行第一阶段的基础时间烘干（通常设定为2h）。

B.3.4 基础烘干时间结束后，迅速从干燥箱中取出称量瓶，立即盖严盖子，放入干燥器中冷却至室温（约20min）。冷却后迅速称量并记录质量。

B.3.5 检查性干燥：将称过重的称量瓶重新打开盖子，放入干燥箱中，继续进行30min的干燥。

B.3.6 30min结束后，重复A.3.4的操作进行冷却和称量。

B.3.7 比较A.3.6与A.3.4的质量差值。如果连续两次烘干后的质量减少不超过0.001g，或者质量出现增加，则停止干燥。否则，重复步骤A.3.5和A.3.6，直至满足上述条件。

B.4 结果分析

根据记录的称量数据，确定煤样达到质量不再随时间显著下降（即连续两次称量质量差≤0.001g，或出现增重）的状态。从最初放入干燥箱算起，到最后一次导致质量减少的干燥结束时，所累计的总烘干时间即为该煤样的最佳干燥时间。

参 考 文 献

[1]GB/T 211 煤中全水分的测定方法[S]．北京：中国标准出版社，2017.

[2]GB/T 212 煤的工业分析方法[S]．北京：中国标准出版社，2008.

[3]ISO 589 Hard coal —Determination of total moisture[S]． Geneva: International Organization for Standardization,2008.

[4]GB/T 36402 陶瓷材料的热分析-质谱联用测试方法[S]．北京：中国标准出版社，2018.

[5]T/CSTM 00253 酚醛树脂热分析-质谱联用试验方法[S]．北京：中关村材料试验技术联盟，2020.