《煤岩微观测试保真干燥预处理技术规范》

团体标准编制说明

一、工作简况

1. 任务来源

课题组于2026年7月向中关村绿色矿山产业联盟提交团体标准提案表，2026年8月参加中绿盟组织的团体标准立项评审会，并于 2026年8月7日获得中关村绿色矿山产业联盟团体标准立项，项目批准号：GRMP-2025-23，项目名称：煤岩微观测试保真干燥预处理技术规范。

2. 起草单位、参编单位

起草单位：贵州大学

参编单位：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

3. 主要起草人

本标准主要起草人为左少杰、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。

其中，左少杰、马振乾、张亮、刘勇等主要负责本标准文件的撰写工作；姜志忠、周哲、李良伟、张旋、孙卓越、康向涛、郝建峰、易汉华等负责本标准相关实验数据整理分析；邹佳宇、周金恋、吕少兵等负责本标准文件撰写过程中相关资料收集与整理；熊林、羊超、李复忠、季广瑞、郑雄、罗飞等负责对撰写完成条款审查并提出相应的修改意见。

二、制定(修订)标准的必要性和意义

煤岩微结构（孔裂隙网络及表面化学基团）的精确表征是煤炭安全高效开采、瓦斯灾变防控以及深部煤层碳封存的基础。在进行低场核磁共振、显微CT、压汞及物理化学吸附等微观测试前，脱水干燥是必不可少的预处理环节。不合理的

干燥处理会诱发煤基质孔隙坍塌与官能团的不可逆变异，引入严重的实验源头系统误差，极大地削弱了测试数据的客观性与横向可比性。

但目前学术界在干燥设备及参数的选择上仍存在明显分歧，本标准旨在针对煤岩微观物理化学测试前处理这一关键实验环节，形成一套科学、统一的煤样保真干燥预处理技术规范。目前国内外尚无针对煤岩“微结构保真”干燥制样的专门标准，本标准的发布将从根源上消除测试数据的系统性偏差，为我国岩石微观力学与煤化学的基础交叉研究提供标准化、高可靠性的实验方法指南。

传统的煤样干燥预处理在各大科研院所及检测机构中普遍存在“标准真空”现象，多依赖研究人员的经验，并采用固定时长与固定温度（如常规烘箱 105℃干燥 24h）进行处理。这一粗放模式存在极大的盲目性与不可控性：热驱动与水分相态转化的协同作用极易打破煤基质内部的热力学平衡，导致热-质-微观应力耦合下的非平衡损伤；此外，测试人员也难以界定“充分干燥”与“过度干燥”的时间边界，无法识别煤岩物化性质达到“不可逆损伤稳态”的临界时长。这种核心制样准则的缺失，直接导致基础研究数据失真，进而影响宏观工程决策的准确性。因此，亟需制定本团体标准。这不仅是规范和引领煤岩微观测试走向标准化的迫切需求，更是提升我国深地工程基础理论研究精度的必然选择。

三、主要起草过程

本标准的编制工作严格按照团体标准制定程序，遵循“充分调研、科学论证、广泛征求意见、严格审查”的原则，分阶段有序推进。主要起草过程如下：

（1）资料收集与调研

课题组自 2025 年 3 月以来，标准起草组收集了国内外煤样干燥相关标准和技术资料，包括 GB/T 211《煤中全水分的测定方法》、GB/T 212《煤的工业分析方法》、ISO 589《Hard coal—Determination of total moisture》等，并对国内主要煤炭科研机构和检测机构的煤样干燥预处理方法进行了调研。还围绕“煤样干燥预处理技术”开展了大量研究工作，针对焦煤和无烟煤完成了干燥过程对物理化学结果影响的实验，积累了大量研究数据，为本标准的提出奠定了坚实的基础。

（2）标准申请提出及立项

课题组于 2026 年 7 月提出团体标准提案，经会议评审，于 2026 年 8 月获得中关村绿色矿山产业联盟团体标准立项。

（3）标准撰写及征求意见稿形成

标准立项后，课题组成员讨论确定本标准总体思路、总体框架与主要内容，并积极开展标准撰写工作，于 2026 年 9 月完成标准初稿；经多次线上、线下会议讨论后，初步形成本标准的征求意见稿。

四、制定(修订)标准的原则和依据

本标准按照 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。

标准编制遵循以下原则：

（1）科学性原则。标准中的技术参数和试验方法基于系统的实验研究和理论分析，确保技术内容的科学性和可靠性。标准制定过程中，广泛邀请了高等学校、科研院所、煤炭企业等相关方参与，充分征求意见，确保标准技术内容的公正性和适用性。

（2）实用性原则。标准充分考虑了我国煤炭科研和检测机构的实际条件，提供了两种可行的干燥方法（真空干燥法和通氮干燥法），并给出了参考参数表和附录测试方法，便于不同条件的实验室选用。

（3）先进性原则。标准引入了"微结构保真度""临界损伤温度""临界烘干温度"等新概念，体现了保真干燥的先进理念。

（4）协调性原则。标准与现行国家标准、行业标准保持协调一致，引用了 GB 474《煤样的制备方法》、GB/T 482《煤层煤样采取方法》等标准。

五、与现行有关法律、法规和标准的关系

本标准与国家现行法律、法规和其他强制性标准协调一致，至标准编制之日尚未发现计划编制标准与现行法律、法规和强制性标准存在冲突或抵制。此外，参考了其他国内外相关标准，具体如下：

GB/T 211-2017 煤中全水分的测定方法

GB/T 212-2008 煤的工业分析方法

ISO 589-2008 Hard coal- Determination of total moisture

GB/T 36402-2018 陶瓷材料的热分析-质谱联用测试方法

T/CSTM 00253-2020 酚醛树脂热分析-质谱联用试验方法

六、标准主要内容说明

本标准为规范类标准，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。针对此，本标准从制样、干燥、保存三方面阐述，具体内容如下：

1. 范围

本标准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。本标准规定的方法 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. 术语和定义

标准引入了"煤块""原始煤样""干燥煤样""干燥剂""微结构保真度""临界损伤温度""临界烘干温度"等术语和定义，其中"微结构保真度"和"临界损伤温度"是本标准首次提出的关键概念，对于规范煤样干燥预处理过程、保证微观测试结果的可靠性具有重要意义。

3. 仪器设备与试剂

标准规定了真空干燥箱（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≤133 Pa）、通氮干燥箱（带自动控温装置，能保持温度在 75℃~110℃范围内，每小时可换气 15 次以上）、分析天平（感量 0.1 mg）、流量计（量程为 100~1000 mL/min）、干燥器、烘干盘、玻璃称量瓶等仪器设备的技术要求，以及氮气（纯度＞99.99%）、无水氯化钙、变色硅胶等试剂和材料的要求。

4. 原始煤样采集与制备

标准规定了按照 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的采集要求；煤样在制备之前、制备之后以及制备过程中的任何中间阶段都应储存在不吸水、不透气的密封容器中并放在阴凉处；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

制备原始煤样，制备过程应位于阴凉干燥处，使用不明显生热、机内空气流动很小的设备或人工破碎进行，以免破碎过程中产生高温影响煤样的物理化学结构。

5. 干燥步骤

团队首先对现有文献进行分析，发现当前针对煤岩微观测试的常规热干燥温度多集中于40~150℃区间，且以24h作为热力学平衡的普遍标尺。从多孔介质热力学角度而言，该温度区间跨越了煤基质中游离水脱附与束缚水相态迁移的关键能量能垒。为精准捕捉“热驱动-水分相态转化”协同作用下煤微观结构的渐进性与非平衡损伤演化轨迹，前期研究系统性地设定了60℃、80℃、100℃、120℃、140℃和160℃共六个等间距温度梯度，旨在精细探索物理脱水向化学结构损伤转变的临界温度阈值。

为消除初始含水率非均质性对后续干燥行为及孔裂隙动态演化的干扰，严控取样源头质量。所有煤样均剥取自井下工作面新鲜暴露的煤壁，采出后第一时间采用多层保鲜膜严密裹封并装入密封袋，以最大程度隔绝氧气侵入与水分散失，确保实验样品物理化学属性的“原位态”。在实验室制样环节，严格遵循岩石力学测试规范，将块煤机械破碎并精细筛分为两个特征尺度：1~2 cm的小块煤（用于核磁共振、显微CT等介观/宏观孔裂隙拓扑网络表征）与80目粒径的煤粉（用于红外光谱、X射线衍射等微观化学基团及微晶结构测试）。筛分后的煤样被均分为六组（记为A~G），每组均严格按比例包含上述两种尺度的煤样，以满足“宏观-微观”多源跨尺度数据的联合互证。

接着，项目组综合采用液氮吸附（LT-N2A，高精度表征<50 nm介/微孔）与高压压汞（MIP，表征>50 nm宏孔/大孔）联合测试手段，精细刻画了不同干燥路径及温度梯度下煤岩孔隙拓扑结构的跨尺度动态演化轨迹。研究发现，热力学驱动下的水分相态转化与煤基质氧化，共同主导了孔隙的损伤过程，具体结果如下：

① 纳米尺度微/介孔的分阶段演化

由液氮吸附数据可知，微/介孔群对温度的响应呈现出显著的“三阶段”非线性演化特征：

脱水释容阶段（60~100℃）：此区间内，热能突破了煤样表面游离水的蒸发能垒，水分发生气化并沿孔隙网络逸散。这一过程显著解除了基质内部的“水锁效应”，大量被水分子占据的隐匿微孔得以暴露。有效孔容的释放推动了整体孔

隙体积与结构分形维数的持续攀升，并在100℃时达到演化峰值，此时孔隙网络拓扑复杂性最强。

热-力耦合损伤与坍塌阶段（100~140℃）： 随着干燥温度的进一步升高，孔容与分形维数发生剧烈的负向偏转。其微观力学机制在于：孔隙内部急剧生成的水蒸气极化了局部孔隙流体压力，当该微观张应力超过软弱孔壁的局部抗拉强度时，直接诱发了部分中大孔的结构性坍塌。同时，初期低温氧化（LTO）反应衍生的固态矿物微粒及热解碎屑在狭窄的孔喉处发生沉淀与堵塞，双重效应叠加致使孔容在140℃时跌至谷值。

热化学解离与二次造孔阶段（>160℃）： 当温度突破160℃的高温阈值时，结合水被强行脱附。此时，强烈的热氧化环境促使煤大分子网络中的含氧官能团与脂肪侧链发生剧烈断裂与热解（Pyrolysis）。这种深度的化学键重构与微观质量耗散，反向诱发了基质内部的二次微裂解与造孔效应，驱动孔容与分形维数产生结构性回弹。

② 宏观尺度孔裂隙的变化

在60~140℃的中低温区间，宏观孔容与平均孔径呈单调递减趋势。这不仅是因为煤基质骨架受热膨胀挤压了原生微裂隙空间；更关键的是，煤表面有机质经氧化热解富集形成的微米级颗粒，在水分气化拖曳力的作用下，于宏观导流通道内发生运移、架桥与聚集，形成了显著的“喉道堵塞效应”。直至温度升至160℃，极端高温引发宏观力学骨架的贯通性热损伤与有机质深度分解，宏观大孔隙网络才重新呈现扩张态势。

③ 化学结构的变化

原位红外光谱测试表明，在热力学扰动下，煤大分子骨架的化学结构参数随干燥温度的升高呈现出显著的阶段性演化特征。在60~100℃的初始干燥区间，随着游离水的受热脱附，分子间氢键网络被削弱，导致煤样芳环缩聚度（DOC）与脂肪支链参数（CH_2/CH_3）出现初步下降；当温度跨入100~140℃区间时，游离水彻底排空，大分子骨架受热扰动加剧，DOC与脂肪支链参数呈现持续且显著的衰减，表明煤基质化学结构发生了实质性的松弛与变异；当温度臻至160℃的高温阈值时，煤内部的束缚水被彻底剥离，DOC持续探底，表明芳香核的紧密堆砌状态被严重打破。然而，此阶段的脂肪支链参数却出现逆势回升，其底层化学机

制在于剧烈的高温氧化促使脂肪族长链发生热解断裂，部分甲基或亚甲基脱落并向含氧官能团发生定向转化（这一演化与光谱中含氧官能团积分面积的激增高度吻合）。

基于上述结果，标准规定了两种干燥方法：

方法 A（真空干燥法）：适用于需要更高保真度的场合。规定了抽真空-充氮循环排空氧气、阶梯式程序升温（升温速率≤2℃/min）、真空下自然冷却等技术要求。给出了不同煤种的干燥温度和干燥时间参考参数：褐煤干燥温度 65℃、干燥时间 12h（粒径≤10mm）/24h（粒径＞10mm）；烟煤干燥温度 75℃、干燥时间 8h/16h；无烟煤干燥温度 85℃、干燥时间 4h/8h。

方法 B（通氮干燥法）：适用于常规干燥预处理。规定了通氮气排空氧气、阶梯式程序升温、充氮条件下自然冷却等技术要求。给出了不同煤种的干燥温度和干燥时间参考参数：褐煤干燥温度 85℃、干燥时间 24h/48h；烟煤干燥温度 95℃、干燥时间 12h/24h；无烟煤干燥温度 105℃、干燥时间 8h/16h。

两种方法均规定了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，通过附录 B 测定该煤样的干燥时间。对不具备测定临界损伤温度条件的实验室，可参照标准中给出的参数表进行干燥预处理。

6. 干燥煤样的储存

标准规定了干燥煤样应放入干燥的称量瓶并立即盖盖放入干燥器内保存；干燥煤样处理完毕后须尽快完成分析测试；测试前转移干燥煤样时需将干燥煤样装入装有无水氯化钙和变色硅胶的密封袋；储存或转移干燥煤样过程中，若变色硅胶产生变色，则干燥煤样不可用于微结构测试等储存要求。

7. 附录

附录 A（规范性）为临界损伤温度测试方法，规定了采用热分析-质谱联用仪进行阶梯式程序升温加热、分析变温过程中煤样质量及热解逸散气体变化（分析 CO2、CO、CH4 等气体离子流曲线），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的测定方法。

附录B（资料性）为干燥时间测试方法，规定了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变化的测定方法，以连续两次称量质量差≤0.001g或出现增重时停止干燥，累计总烘干时间即为该煤样的最佳干燥时间。

七、分歧意见的处理过程、依据和结果

本标准在编制过程中，起草组对关键技术参数进行了充分的实验验证和讨论。对于不同煤种干燥温度和干燥时间的确定，起草组综合考虑了煤的变质程度、微观结构特征和干燥效率等因素，经实验验证后确定了参考参数。在征求意见和审查过程中，未出现重大分歧意见。

八、采用国际标准或国外先进标准情况

本标准未直接采用国际标准。在标准编制过程中，参考了ISO 589《Hard coal—Determination of total moisture》中关于煤样干燥的技术思路，结合我国煤炭种类和科研检测的实际特点，自主制定了适合我国国情的煤岩微观测试保真干燥预处理技术规范。

九、贯彻标准的措施建议

（1）组织措施。建议中关村绿色矿山产业联盟通过各种渠道宣传推广本标准，组织相关培训和技术交流，提高各单位对本标准的认识和理解。

（2）技术措施。建议各煤炭科研机构和检测机构按照标准要求配备相应的仪器设备，开展人员培训，确保标准的有效实施。

（3）实施建议。建议本标准自实施之日起，各相关实验室在开展煤岩微观测试保真干燥预处理工作时参照执行。

十、其他应予说明的事项

无。