

# T/GRM

## 中关村绿色矿山产业联盟团体标准

T/GRM 178—2026

### 岩石未冻水含量核磁共振测试规程

Code of practice for nuclear magnetic resonance testing of unfrozen water content in  
rocks

2026 - 05 - 22 发布

2026 - 05 - 22 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 .....	1
5 试样制备与处理 .....	2
6 测试步骤 .....	3
7 数据处理与表达 .....	3
8 质量控制与安全 .....	4
附 录 A （资料性） 岩石未冻水含量核磁共振测试结果记录表格 .....	5



## 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。

请注意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：武汉大学、珠江水利委员会珠江水利科学研究院、武汉科技大学、中国科学院武汉岩土力学研究所、山西大同大学、湖南科技大学、中国水利水电第七工程局有限公司、河北钢铁集团滦县司家营铁矿有限公司。

本文件主要起草人：吴志军、翁磊、刘夕奇、黄诗冰、丁腾腾、康永水、储昭飞、杨东辉、张旗、罗冉、卢海峰、徐翔宇、吴秋红、田益琳、王世鸣、陈正红。

本文件为首次发布。



# 岩石未冻水含量核磁共振测试规程

## 1 范围

本文件规定了岩石未冻水含量核磁共振测试的测试原理、仪器设备、试样制备与处理、测试步骤、数据处理与表达和质量控制与安全。

本文件适用于岩石在温度 $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 至 $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 区间内的未冻水含量核磁共振测试。土体、混凝土等其他岩土类材料可参照使用。

## 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/T 29172 岩心分析方法

GB/T 42035 煤和岩石孔径分布的测定 核磁共振法

SY/T 6490 岩样核磁共振参数实验室测量规范

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**未冻水 unfrozen water**

在低于冻结点的负温条件下，岩石孔隙中仍未发生冻结的液态水。

### 3.2

**未冻水含量 unfrozen water content**

在特定负温条件下，岩石中未冻水质量与岩石干燥质量的比值，以百分比表示。

### 3.3

**弛豫 relaxation**

核自旋系统受射频脉冲扰动后，从非平衡状态恢复到热平衡状态的过程。

### 3.4

**横向弛豫时间 transverse relaxation time ( $T_2$ )**

核磁化强度横向分量恢复过程的时间常数。

### 3.5

**$T_2$ 谱  $T_2$  spectrum**

通过反演核磁共振衰减信号得到的横向弛豫时间分布图谱。

## 4 仪器设备

### 4.1 核磁共振测试系统

核磁共振测试系统应包括下列内容：

- 磁体系统：**主磁场强度不大于 $0.5\text{ T}$ ，磁场均匀性在试样区域内不大于 $0.01\%$ ，磁体参数应满足GB/T 42035的规定；
- 射频系统：**射频发射功率应足以产生 $90^{\circ}$ 和 $180^{\circ}$ 脉冲，脉冲宽度稳定性应优于 $\pm 1\%$ ；探头线圈直径应与试样匹配，信噪比（SNR）对于 $0.01\%$   $\text{CuSO}_4$ 的标准水样单次扫描不应低于 $50:1$ ；

- c) 温控系统：温度控制范围应至少覆盖 $-60\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，控温精度不应低于 $\pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，试样腔体内的温度场均匀性应在 $\pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 内，系统应具备实时监测和记录试样实际温度的能力；温度传感器应每年至少校准一次；
- d) 数据采集与处理系统：应具备 CPMG 序列采集、信号累加， $T_2$  谱反演及信号幅值自动提取功能；反演算法可参照 SY/T 6490 的规定执行；每季度使用已知体积的标准水样测试，验证信号幅值与液态水体积在仪器量程内的线性关系，线性相关系数  $R^2$  应大于 0.995。

## 4.2 辅助设备

辅助设备应包括下列内容：

- a) 真空饱和装置：包括真空泵、饱和器及脱气水供给系统，真空泵最大压力不应低于 0.1MPa；
- b) 恒温箱：用于试样在室温  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$  下养护和初始信号测试；
- c) 电子天平：测量范围宜为  $0\sim 500\text{ g}$ ，感量  $0.001\text{ g}$ ；
- d) 游标卡尺：精度应为  $0.02\text{ mm}$ 。

## 5 试样制备与处理

### 5.1 试样制备

5.1.1 试样制备时，应用钻机、切割机等设备按 GB/T 29172 的规定从岩芯或岩块上制取标准试样，试样宜加工成直径  $50\text{ mm}$ 、高度  $100\text{ mm}$  的圆柱体。若受岩性、取芯条件等限制无法制备标准尺寸，可采用其他尺寸，但应符合下列规定：

- a) 试样应完全置于核磁共振探头的均匀射频场区域内；
- b) 试样体积不宜过小，单次扫描信噪比不应低于 50:1；
- c) 应在测试报告中注明试样的实际尺寸。

5.1.2 加工过程中应避免振动和加热对岩石原始结构的改变。

5.1.3 试样宜选择结构完整、无明显裂隙的试样。对于非均质性强的岩石，应制备平行试样或增大试样尺寸，提高测试结果的代表性。

5.1.4 试样应记录试样编号、岩性、取样位置等信息。

5.1.5 试样尺寸应与核磁共振探头的线圈直径和温控腔体的尺寸相匹配，应确保试样顺利放入并处于均匀的射频场和温控系统中。

### 5.2 试样处理

#### 5.2.1 烘干

将试样置于  $(105\pm 0.5)\text{ }^{\circ}\text{C}$  的烘箱内烘至恒重，间隔 2h 质量变化不应超过 0.1%，记录干燥质量  $m_d$ 。

#### 5.2.2 真空饱和

真空饱和应按下列步骤执行：

- a) 将烘干冷却后的试样放入真空饱和装置；
- b) 启动真空泵，缓慢抽真空至绝对压力不大于  $100\text{ Pa}$ ，并在此状态下保持至少 4h；
- c) 在维持真空的条件下，经导管缓慢注入脱气蒸馏水，注水过程应避免卷入气泡；液面应完全浸没试样并高出试样顶面不小于  $2\text{ cm}$ ；
- d) 继续在真空状态下静置 4h；
- e) 缓慢恢复至常压，将试样继续浸泡在水中不少于 24h。

#### 5.2.3 表面处理与称重

饱和完成后，宜用湿润的滤纸或薄纱布快速擦去试样表面的流动水珠，立即称取饱和质量  $m_{sat}$ 。从水中取出到称量完成的时间应控制在  $30\text{ s}$  以内。

#### 5.2.4 试样包裹

饱和试样应使用聚四氟乙烯薄膜密封包裹。

## 6 测试步骤

### 6.1 仪器准备与参数设置

6.1.1 提前开机预热核磁共振波谱仪至系统稳定，磁体温度应稳定在规定值（ $32 \pm 0.1$ ）℃内。

6.1.2 仪器调试时，应按 GB/T 42035 的规定进行系统匀场、 $90^\circ$  和  $180^\circ$  脉冲宽度校准，信噪比验证应符合下列规定：

- a) 对标准试样进行单次扫描，信噪比不应低于 50:1；
- b) 通过 CPMG 序列采集的回波信号，其单个回波形应对称，整体包络线应平滑衰减。

6.1.3 关键参数设定应符合下列规定：

- a) 回波间隔：应根据待测试样的最短  $T_2$  成分设定，应远小于最短  $T_2$  值，宜设置为  $0.1 \sim 0.3$ ms。
- b) 等待时间：应大于试样在室温下最长  $T_2$  成分的 3~5 倍。可通过测试不同等待时间下的信号幅值确定，当信号幅值不再随等待时间增加而增大时，即确定为合适的等待时间。
- c) 回波个数：应保证采集到的回波串衰减至噪声水平。回波个数应保证回波串衰减至噪声水平，通常不小于等待时间与回波间隔的比值。
- d) 累加次数：初始设定为 16 或 32。测试信号信噪比不足，可适当增加累加次数提高信噪比；增加累加次数可延长单次测试时间。
- e) 等待时间宜为 3000~5000ms，回波个数宜为 8000~12000，累加次数宜为 16~32。

### 6.2 初始核磁信号测试

初始核磁信号测试应按下列步骤执行：

- a) 密封好的饱和试样置于温控系统重，设置为  $+25^\circ\text{C}$ ，恒温至少 4h；
- b) 核磁共振探头的内径应与试样尺寸匹配，放入磁体中央位置；
- c) 将饱和试样放入探头内，采用 CPMG 序列采集核磁共振衰减信号，重复测试 2~3 次。

### 6.3 负温下核磁信号测试

负温下核磁信号测试应按下列步骤执行：

- a) 温度序列设置： $0 \sim -10^\circ\text{C}$  宜按  $2^\circ\text{C}$  间隔布点； $-10 \sim -30^\circ\text{C}$  宜按  $5 \sim 10^\circ\text{C}$  间隔布点。亦可按前期试验结果在未冻水变化率大的区间加密布点。
- b) 降温程序：设置温控系统以不超过  $1^\circ\text{C}/\text{min}$  的速率缓慢降温至第一个目标温度。
- c) 温度平衡判断：达到目标温度后，恒温保持。平衡时间不应少于 2h，在连续 30 分钟内，监测到的试样温度波动不应超过  $\pm 0.1^\circ\text{C}$ ，并且连续两次间隔 30 分钟采集的核磁信号幅值变化应小于 1%。
- d) 采集该温度下的核磁共振衰减信号。
- e) 重复步骤 b)~d)，直至完成全部温度点的测试。测试顺序应从高温到低温进行。

### 6.4 结束测试

测试完成后，应缓慢将试样恢复至室温，取出试样。应按操作规程关闭仪器。

## 7 数据处理与表达

### 7.1 数据处理

数据处理应按下列步骤执行：

- a) 每个温度点的 CPMG 衰减曲线应进行相位旋转和基线校正， $T_2$  谱反演宜采用联合迭代重建算法等，得到该温度点对应的横向弛豫时间  $T_2$  分布曲线；
- b) 将  $T_2$  谱信号值进行代数累加，计算总信号量；
- c) 饱和试样在  $25^\circ\text{C}$  下的总信号量记为  $S_0$ ，代表试样中孔隙水的氢核总量；
- d) 不同负温下的总信号量记为  $S_i$ ，代表该负温下未冻水的氢核总量；
- e) 未冻水含量 ( $w_u(T_i)$ ) 应按公式 (1) 计算：

$$w_u(T_i) = \frac{S_i(m_{\text{sat}} - m_d)}{S_0 m_d} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

式中：

$w_u(T_i)$ —温度为 $T_i$ 时的未冻水含量，%；

$S_i$ —温度为 $T_i$ 时 $T_2$  谱的总信号量；

$S_0$ —室温25 °C下试样的 $T_2$  谱总信号量；

$m_{sat}$ —饱和试样质量，g；

$m_d$ —试样干燥质量，g；

f) 误差分析：应报告平行试样的测试结果平均值及标准偏差。

## 7.2 结果表达

测试结果应以报告形式给出，应至少包括下列内容：

- 试样信息，包括编号、岩性、产地、试样尺寸等；
- 测试仪器型号及CPMG序列关键参数；
- $T_2$  谱演化图：将温度点的 $T_2$  谱叠加显示，可直观观察不同弛豫时间组分对应不同尺寸孔隙中水相变的先后顺序，见附录A；
- 未冻水含量与温度关系曲线：绘制散点图及拟合曲线。可采用幂函数、指数函数等经验模型对数据拟合，并提供拟合方程及 $R^2$ 值；
- 测试温度序列及各温度下的未冻水含量数据表；
- 测试单位、人员和日期。

## 8 质量控制与安全

### 8.1 质量控制

质量控制应满足下列要求：

- 空白样测试时，应定期对空的密封袋或干燥的模拟试样测试，确认核磁信号可忽略不计；
- 平行样测试时，同一组试样应至少制备3个平行试样测试，检验结果的重复性；
- 数据有效性判断时，室温下的信号幅值应与水体积具有良好的线性关系，应通过前期标定确定；偏离过大，应检查饱和过程或仪器状态；
- 若 $T_2$  谱出现信噪比过低、异常假峰或基线漂移等明显异常特征，应查明原因并重新测试。

### 8.2 安全

安全操作应满足下列要求：

- 携带心脏起搏器、金属植入物等人员不应靠近，铁磁性工具、电子产品应远离磁体；
- 温控系统在低温运行时，操作时应佩戴防冻手套；使用液氮制冷的系统，应保证环境通风良好。
- 真空饱和装置操作时，应符合真空设备操作规程。

附 录 A  
(资料性)

岩石未冻水含量核磁共振测试结果记录表格

岩石未冻水含量核磁共振测试结果记录见表A. 1。

表 A. 1 岩石未冻水含量核磁共振测试结果记录

试样信息	试样编号										产地	
	岩性										测试温度范围(°C)	
	直径(mm)										高度(mm)	
	干燥质量(g)										饱和质量(g)	
仪器型号及 参数设置	仪器型号											
	回波时间(ms)						等待时间(ms)					
	回波个数						累加次数					
T <sub>2</sub> 谱分布曲线演化												
未冻水含量与温度关系曲线图												
试验数据	温度序列	25°C	0°C	-2°C	-4°C	-6°C	-8°C	-10°C	-15°C	-20°C	-25°C	
	未冻水含量											
	温度序列	-30°C	-35°C	-40°C	-45°C	-50°C						
	未冻水含量											
测试单位(盖章):		测试人员(签字):					日期:					