

而自三大队试验比较的结果来看相差可达一倍以上,而且没有规律,无法求系数,至少对地层复杂的陆相生油情况是不相宜的。

用干烧或湿烧法分解,容量、重量或气量测定,的确比较麻烦,但是我们相信简速的方法还是可以找到的。

间接法在生产中做过不少样品,由于我们是用离心管(15毫升)底小,因此加入氧化剂后加热时,如火温低,不肯沸腾,反之容易跳溅很难控制,小气泡不断放出,因此往往是同一批中处理的重见性好,反之就大,建议放在恒温的油浴中加热,但我们没有具体试过,仅是一个设想而已。

自62年9月迄今,我们对生岩油系五个指标元素的化学分析方法所做过的工作不多,水平低,经验不足,工作中存在不少问题,希望兄弟实验室共同进行探讨研究,并在今后的工作中求得逐步的统一,以便于数据的地质综合研究。

发光瀝青分析若干操作問題的商榷

中心實驗室 原油瀝青組

发光瀝青分析法是综合性普查勘探油气田的有效方法之一。但在发光瀝青分析工作中还是存在一些问题,今后如何改进,找寻出正确的实验条件,使这个简易灵敏的方法得到更广泛的应用是我们努力的方向。

一、样品处理问题

我们工作中所做样品,没有经过风干或烘干,直接碎样后来做。一般太潮样品,在 100° — 110° 烘干,可以肯定瀝青轻质部分会逸去,但采取风干办法,时间较长,根据地质研究所石油研究室资料,样品放在光线充足通风的地方,半个月內瀝青含量变化不大,而一个月后分析结果含量将减少将近二分之一,而发光颜色也由浅转变为深色,说明轻质部分的损失,所以做发光瀝青的样品,遇到潮湿时如何处理,是这值得探讨的问题。

二、点滴分析

在操作规程中关于点滴分析谈到可以初步定性及半定量,我们认为比较困难。这是由于“研究与普查石油矿床的发光瀝青法”一书中所列出的表是原作者根据人工制备样品而编制成的。我们也曾做过一些试验,很难得出与表中一致的结果。但是若用苯润湿样品其结果比氟仿来得灵敏。岩石粉末发光形状主要决定于瀝青含量以及岩石性质,一般砂岩瀝青含量(0.01—0.001%)虽比泥岩瀝青含量低9—10倍,但苯润湿后它反而比泥岩更容易在灯下显出发光斑点。

三、对比分析

正确选择标准系列是保证对比分析成果准确的基本条件之一,所以被测的对比样品溶液的发光色调必须与标准系列一致。在选择标准系列时一定要根据被测样品的发光色调和毛细

特性来决定。我们认为必须先做毛细或者两者同时进行，在参考毛细特性和发光色调配合下选择标准系列。在生产中我们遇到虽毛细特性相符，但发光颜色不一致。我们认为这是由于沥青含量低时在毛细上所显颜色不易区分而造成。今后在对比分析中如何选择标准系列是一个关键问题。

其次，配制标准系列时溶液的蒸发温度与恒重温度的问题，我们曾做过试验，将相等量的许多份标准溶液放在干燥器中抽气除去溶剂和在水浴上除去溶剂后在不同温度 70°C—110°C 烘干，恒重的结果如下表：

样品	在干燥器内抽气除去溶剂后		在水浴上蒸发除去溶剂后	
	70°C 烘干(克)	110°C 烘干(克)	70°C 烘干(克)	110°C 烘干(克)
原油	0.0405	0.03160	0.03743	0.03307
	0.0408	0.03302	0.03893	0.03522
	0.0409	0.03228	0.03785	0.03430
瀝青 A			0.04898	0.04685
			0.04883	0.04657
			0.04890	0.04690

样品	在干燥器中抽气除去溶剂加苯赶氯仿后		在水浴上蒸发除去溶剂加苯赶氯仿后	
	在 70°C 恒重	在 110°C 恒重	在 70°C 恒重	在 110°C 恒重
原油			0.03780	0.03212
			0.03720	0.03458
			0.03733	0.03435
瀝青	0.04855	0.04472	0.04815	0.04573
	0.04922	0.04454		
A	0.04990	0.04560	0.04865	0.04592
	0.04975	0.04497		
	0.04980	0.04508	0.04812	0.04550
	0.04920	0.04445		

从以上两表看出

1. 原油在干燥器中抽出溶剂的结果比在水浴上蒸去溶剂在 70°C 恒重时相差 3 毫克左右；在 110°C 恒重相差 2 毫克左右。在干燥器中除去溶剂轻质部分损失少，而后在 110°C 烘干时轻质部分损失为显著。

2. 在干燥器内抽气除去溶剂 70°C 与 110°C 比较，原油相差 8 毫克(说明轻质部分损失极

大), 而沥青 A 也相差 3—4 毫克左右。

3. 蒸发除去溶剂加苯赶氯仿, 在 70°C 和 110°C 恒重比较相差 3 毫克左右。

根据以上数据配制标准系列的溶液最好在干燥器内抽气除去, 然后在 70°C 恒重。但由于抽气时间过长, 我们采用在水浴上蒸去溶剂, 而后在 70°C 恒重。以免温度过高, 轻质部分逸去。

四、毛细分析

在毛细分析中, 溶剂性质, 沥青的浓度、容器的大小, 滤纸规格以及环境的稳定性等都对结果有很大的影响。石油科学院采用的是试管内径 1 公分, 高 2 公分, 滤纸宽 0.2 公分, 长 7 公分。其优点是减少蔓延现象, 微量分散沥青也能清楚的分辨, 尤其在原油毛细分析中可将原油分成四类。而且时间大大缩短, 又节省试剂, 所以我们也曾做过短试管 (内径 1 公分高 7.5 公分) 短滤纸 (宽 0.4 公分长 9 公分) 和长试管 (25 毫升比色管高 17.5 公分, 内径 1.6 公分) 长滤纸 (宽 0.7 公分, 长 20 公分) 的对比试验。在同一条件下用氯仿抽毛细条, 小滤纸上色带短, 重叠现象严重, 难以定出沥青类型, 而长滤纸条上色带宽而均匀, 平行试验重现性较好。

其次, 不同溶剂影响各组份在毛细条上的显色与色带宽度问题,

在地质学院的一篇资料中, 也曾做过氯仿、苯、醇苯 (1:1) 以及石油醚四种溶剂对几种有代表性的原油及沥青作了毛细分析。所得结果发现, 应用醇苯所制得的毛细吸引使沥青的三种组份 (油质、胶质、沥青质) 分离开, 有的甚至分离得很理想, 而用氯仿所抽取的毛细三组份相互混杂, 大部分重叠, 认为这是由于溶剂沸点起着重要作用, 直接关系到溶液挥发速度, 由于挥发速度的加速而破坏了各种沥青组份被滤纸表面吸附的差异性。我们也曾做过试验, 得出相同的现象。用不同溶剂所显的毛细吸引带也各不相同, 用氯仿所抽提的毛细吸引带三组份相互重叠, 因此不容易确定沥青所属的类型。用乙醇—苯 (1:1) 所抽的毛细吸引带使沥青三组份分离开。但各组份分离界限还不够明显, 若按色带所占面积作计算, 则与我们重量法做出的各组份结果比较接近, 但只适用于以油质为主的沥青类型, 对胶质含量为主的沥青还得继续摸索。另外乙醇—苯的缺点是溶解沥青 A 的性能不如氯仿, 而且所抽的毛细吸引带放置时间久后会蔓延。我们在生产中较难定性的毛细, 用氯仿抽毛细吸引带后再用乙醇—苯冲显, 但结果不够理想, 有待寻找更好的溶剂, 能使三组份明显分离开而易于确定沥青类型。是我们今后工作的方向。

最后, 样品中沥青含量多少与毛细定性的关系问题, 到目前为止, 如何把岩石中沥青根据它在毛细上所显的颜色定出沥青所属类型, 对我们来说还是一个比较困难的问题。我们曾把已分离的沥青组份 (油质、胶质、沥青质) 配成标准系列, 同时做一套毛细, 发现不同组份含量低时, 在滤纸上所显颜色几乎一致 (微弱的蓝白色), 难以识别各组份。同样在样品中沥青含量低时, 也有此现象。常易误定为油质沥青类型。所以在毛细分析中如何确定沥青各组份的大致含量, 真实的反映岩石中沥青各组份所占的比例, 也是毛细分析中最主要问题之一。

可以看出, 整个发光沥青分析工作中, 毛细分析存在问题较多, 发光组份分析, 更不成熟。今后利用色层法来确定沥青的类型和沥青各组份的含量, 是我们在发光沥青分析工作中的研究方向。