

三、所做结果

i. 某地区泥浆样品用简速法做后, 石油醚抽提物为淡黄色, 流动性较大。其毛细条抽提物蔓延较长, 紫外光下为蓝白色带。与不同类型加工油比较后, 系属机油。

ii. 做油质族组份后, 结果如下:

样品类型	30~60°C 石油醚馏份 I	60~80°C 石油醚馏份 II	苯 馏 份	乙醇苯馏份
机油油质	84.88	1.86	6.90	7.69
泥浆油质*	84.44	1.78	5.33	5.24
泥浆用石油 醚直接抽提	83.08	1.77	5.81	5.56

* 泥浆烘干研碎后用氯仿抽提, 抽提液蒸干后, 用石油醚溶解, 按马尔库松法分出油质馏分。

分出的各族组份馏份恒重后, 用氯仿溶解, 各抽毛细条比较发光色带。从色带颜色来看石油醚馏份 I 为蓝色、石油醚馏份 II 为绿黄色、苯馏份为黄色; 而乙醇苯馏份为橙黄色, 机油与泥浆油质各族组份的毛细条发光色带一致。

四、结 束 语

从以上试验看到用油质来区别原油或加工油来得有效, 更能说明问题。所以我们将加工油或泥浆样品首先分出油质, 从其物理性质以及发光颜色, 毛细带色带来作比较, 可初步确定是否原油抑是加工油。而更进一步验证, 必须把油质分离成不同馏份, 从各馏份含量及毛细条发光色带等最后确定是原油抑是加工油。

泥浆样品用石油醚直接抽提后, 抽提物进行族组份分析, 与泥浆样品用氯仿抽提后, 抽提物按马尔库松法分离出油质再作族组份分析的结果是一致的。因此建议泥浆样品分析其中沾污油时, 可用石油醚直接抽提。可省去许多分离油质的步骤。

文 献

- [1] Проблемы нефтяной геологии и методика лабораторных исследований Вып. XLII. трудос ВНИГНИ
- [2] 苏联地球化学文集, № 7, 1961年。

石油醚纯化的初步经验

中心实验室 潘纪芄

人类的历史, 就是一个不断地从必然王国向自由王国发展的历史, 人类总是在不断地发展的, 永远不会停留在一个水平上, 因此人类总得不断地总结经验。我们在摸索处理石油醚的过程中, 也要按照主席的教导, 不断地进行总结, 才能使我们在认识事物的客观规律中不断地前进。

石油醚的质量对族组份分析质量的影响非常大, 族组份所需要的石油醚是纯饱和烃, 既不能含有芳香烃, 又不能含有有杂原子的烃(包括杂环, 含氧、含氮、含硫化合物等)。若石油醚中含有上述杂质, 会使族组份空白值增大, 当石油醚中杂质超过一定量时, 在族组份分析中淋洗饱和烃时必然会将芳香烃和非烃一起冲

下来, 这种饱和烃在萤光灯下也会发光(而族组份中饱和烃是不发萤光的)。因此我们进行了一些试验, 并在试验中发现了许多问题, 逐步改进如下:

一、用发烟硫酸处理

发烟硫酸, 含有过量的 SO_3 , 它能与芳香烃成 π 络合物, 最后起磺化反应, 成芳香族磺酸; 杂环或含杂原子的化合物等有的溶于硫酸, 也有能被硫酸破坏, 聚合或氧化等反应, 最后变成粘胶体或溶于水的化合物。

在 1000 ml 三口瓶, 中间装电动搅拌器, 一边装回流冷凝管, 一边装分液漏斗, 在漏斗内装 50 ml 发烟硫酸。三口瓶中放 600 ml 石油

醚，开动搅拌器，慢慢滴入发烟硫酸，约1小时滴光，这时温度维持在冷凝管有少量液体回流（约1分钟流下30滴）。如发现在冷凝管顶端有大量石油醚蒸气逃逸，这时必须将三口瓶浸入冷水浴，使它冷却，然后再搅拌二小时，静置分层后，上层石油醚取出，下层褐色油状物（浓硫酸和碳化的有机物）弃去，石油醚用水洗，再用1%NaOH溶液洗，再用水洗至中性，石油醚用无水氯化钙干燥，次日蒸馏即可。

此法优点是能够除尽芳烃，但是发烟硫酸会烧伤皮肤，并且不易控制。

二、色层柱处理

根据吸附原理，活性碳、活性氧化铝，以及硅胶，都是强的吸附剂，特别是活性碳对芳香烃有特殊的吸附性。在这个启示下，我们做了一系列的试验，发觉活性碳吸附性很强，但吸附平衡速度极慢，吸附物质大致是深褐色杂质，粗孔硅胶吸附性极差，易脱附；细孔硅胶吸附性很好，吸附平衡速度也快，细孔硅胶粒度影响也很大，60~80孔吸附的杂质很牢，色带带紫红色，色带不易冲开，而40~60孔色带为橙色，色带较宽，易冲开，总之硅胶吸附黄色杂质不佳，吸附限于紫红—橙色一段，活性氧

化铝对上述二种有色杂质吸附性较差，对淡黄色杂质吸附很好，并且色带移动极慢，但是由于活性氧化铝颗粒细，因此流速较慢，价格又贵，所以不宜作为处理石油醚的吸附剂。

处理方法：

在把石油醚瓶加入适量活性碳（约2~5%）（活性碳处理方法使用条件与细孔硅胶相仿，但活化时间要求更长一些，约7~8小时）振动数次，静止过夜（时间越长越好），然后将此石油醚通过装有细孔硅胶的色层柱，这种石油醚即为纯化石油醚。当细孔硅胶上吸附淡黄色物质扩散到柱之 $\frac{1}{3}$ 处即停止使用。填入度：40~60孔细孔硅胶1M，若用60~80孔细孔硅胶则40cm，下端填60cm活性碳（色层用活性碳）。

细孔硅胶回收及活化处理，将已用过的细孔硅胶用20%醋酸浸泡1小时（此时有强烈的臭味）然后用水洗2~3次，再用水浸泡2小时，然后吸滤干，给予凉干，置于抽提器中用乙醇—苯抽提，抽提到抽提液不发荧光为止*，取下，凉干到稍有乙醇味，即用蒸馏水洗，然后，在烘箱中烘去水，即升温到150℃——4~5小时，放置于干燥器中（切勿露于空气中，否则吸水后，失去活性）随用随装。

油质的色层分析

（苏）К. Ф. 罗其昂诺娃

分散沥青中油质的分析有下列二种方法：

1. 使油质皂化，分出皂化物质（酚类和羧酸）。不皂化的残渣使之乙酰化，分出醇类和烃类（见图）^①；后者再进行色层分析。这个方法比较准确但是繁琐，因此不能广泛应用于分散沥青的研究中，而仅利用于特殊的研究中。

2. 不预先除去大部分杂环化合物而进行油质的色层分离。这个方法虽然不太准确。但

由于简单是现代较广泛使用的方法。

按照 O. A. Радленко 见解，色层法对于被研究的混合物总量的特性比分出单一化合物，给以较正确的概念^[56]。

色层分析的理论所引用的数据，可参阅专门的文献^[9,34,75,83,93,95,101,105] Л. Д. Меликадэ 和 Т. А. Элиав^[40]写了有关文献的评述（主要是国外的）。

* 有时抽提液不发荧光而硅胶上仍呈淡黄色，此时还需继续抽提，抽提液改用乙醇—四氯化碳效果有时会好一些。

① 皂化和不皂化物质乙酰化对于胶质沥青质和油质的步骤是同样的。