

文章编号: 1001- 6112(2006)02- 0196- 05

碎屑岩粘土分离的一些改进

冯 雪¹, 吴朝东¹, 奚娴婷²

(1. 北京大学 地球与空间科学学院, 北京 100871;

2. 北京大学 环境学院, 北京 100871)

摘要: 粘土实验样品的制备是粘土分析的基础, 粘土提取多侧重于对结构松散的粘土较多的样品进行提取, 对于碎屑岩中粘土的分离则相对困难。基于粘土分离原理, 利用同步跟进分离提取方法可以高效提取碎屑岩粘土, 并将样品分离成研究所需的各个粒级部分。在对 42 个来自库车凹陷的中生代碎屑岩样品的粘土分离实验中, 利用计算出的合理提取速度, 确定出了分离速度公式。利用同步分离技术对样品中粒径 > 20, 20~ 5, 5~ 2 μm 的部分进行了分离, 并且进行了激光测试验证, 实验提取的结果与测试结果吻合。

关键词: 跟进提取; 样品制备; 粘土矿物; 碎屑岩

中图分类号: TE135

文献标识码: A

由于粘土的特殊性(粒度 < 2 μm 和可塑性、烧结性), 在矿物领域中像粘土矿物这样在基础和应用方面如此发展的分枝是很少有的^[1]。粘土矿物研究一直是矿物学以及农业、工程建设、能源等各个工程领域的热点。

粘土研究进展影响着农业领域中的土壤性质研究和改良; 在工业和民用建筑工程基础问题和边坡稳定课题研究中, 粘土是必不可少的研究内容; 通过粘土矿物的类型、含量、结晶度等有序度的指标, 可以很好地分析成岩作用过程, 尤其是对粘土矿物的成分及结构进行分析, 以确定埋藏深度, 分析热演化史, 反映油气成熟度, 恢复盆地埋藏史^[2]。一些特殊粘土矿物的性质被作为标尺, 如伊利石的结晶度(IC 指数) 是划分成岩作用与极低级变质作用和确立低级变质作用程度的主要指标^[3,4]。粘土矿物研究还对生油过程研究有着极为重要的意义。

近年来, 粘土定量研究已为越来越多的学者所重视, 对粘土样品分离制备精度和提取矿物纯度的要求也越来越高。精确测试和分析都以更加系统精确的样品制备为前提, 笔者对碎屑岩粘土矿物提取方法做了改进, 引入同步跟进提取, 使碎屑岩样品中的粘土粒级部分得以高效提取, 还对提取参数的选择和提取效率进行了理论分析。最后对实验中提取的各部分质量含量进行分析对比, 并将分离结果与激光测试样品粒度进行对比, 验证样品的提取效果。

1 实验方法

1.1 实验原理

在粘土矿物研究中, 不同部门对粘土颗粒的要求是不同的, 实验中采取的分级标准见表 1。

表 1 粘土颗粒分级标准

Table 1 Clay particle separation criterion

类型	粒度/μm
砂—中粗砂	> 20
中砂	20~ 5
细砂	5~ 2
粗泥	2~ 0.2
中泥	0.2~ 0.08
细泥	< 0.08

颗粒的分离是在溶液中进行的, 利用沉降过程中不同颗粒沉降速度不同, 对不同粒径的颗粒进行分离。依据斯托克斯(Stokes) 法则^[5~ 7], 沉降过程中的颗粒不再做加速运动而是做匀速运动, 运动速度计算公式如下:

$$v_0 = \frac{1}{18\eta} d^2 (\delta - \rho) g$$

式中: v_0 ——自由沉降速度, cm/s;

η ——常温下水的粘度, 0.001 Pa·s;

d ——颗粒的粒度, μm;

δ ——颗粒的密度, g/cm³;

收稿日期: 2005- 01- 17; 修订日期: 2006- 03- 14。

作者简介: 冯 雪(1979—), 男(汉族), 河北保定人, 硕士, 主要从事岩石矿物矿床研究。

基金项目: 国家重点基础研究(973)项目(2001CB409804)。

ρ ——水的密度, g/cm^3 ;

g ——重力加速度, 981 cm/s^2 ;

x ——颗粒的球形系数, 一般取 $x = 0.3$ 。

Kachinsky 在 1958 年的研究表明, 颗粒密度 (δ) 的变化对颗粒自由沉降速度 (v_0) 的影响并不大。温度对常温下水的粘度 (η) 的影响是主要因素^[5], 因而严格控制在 $20\text{ }^\circ\text{C}$ 室温。

实验的突出进展是大颗粒粘土矿物提取。利用同步跟进提取装置可以将 $2\sim 5$ 和 $5\sim 20\text{ }\mu\text{m}$ 的粘土颗粒高效分离。

1.2 实验装置

振荡仪、超声波清洗机、高速离心机、跟进提取装置。其中跟进提取装置由步进电机、可控制电路及底座构成(图 1)。

1.3 实验步骤

1) 首先将采集到的样品破碎至全部过 80 目筛, 大颗粒的完整晶体除外。

2) 将样品分别称取 $10\sim 20\text{ g}$ (根据样品中粘土含量的高低可以适当增加或减少), 溶于 500 mL 去离子水中形成浊液。经 48 h 不间断震荡摇匀后, 再用超声波振荡, 使其中的粘土矿物完全溶解。

3) 在溶液中加入用稀盐酸配置成的 pH 值为 9.5 的 NaOCl 溶液 $10\sim 20\text{ mL}$, 水浴 15 min 后离心除去有机质, 有机质含量较少的样品可以跳过。若溶液中的铁离子含量较高, 可以用柠檬酸—重碳酸盐—连二亚硫酸盐法(CBD)去除^[6]。

4) 将浊液从锥形瓶中取出, 倒入烧杯中, 放到跟进提取装置上, 按照计算出的参数进行提取。

5) 将进行完上述提取工作的残留液体离心, 得到下一粒级的颗粒。

6) 将最后一步的残液加进烧杯, 重复步骤 3。以上过程重复进行 3 次后, 将各部分的剩余洗液离心分离, 依次放入下一粒级分离。离心过程是加速沉降速度的途径, 原理仍然是 Stokes 公式, 此次实验采用了高速离心机, 与普通提取实验相同。

7) 将各步骤所得的样品烘干(温度 $< 35\text{ }^\circ\text{C}$) 称量。

1.4 实验流程

实验流程如图 2 所示。

2 跟进提取过程讨论

提取过程如图 3 所示。

各种变量及关系如下:

$$v_D = \frac{1}{18\eta} D^2 (\delta - \rho) g x$$

$$P = 1 - \frac{\frac{H - H_2}{H_2} v_{d+} + H_2}{H}$$

$$t_1 = \frac{18\eta H_1}{g x (\delta - \rho) D^2}$$

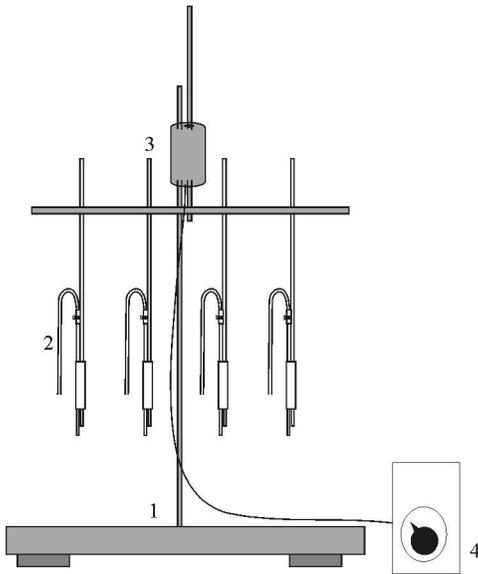


图 1 提取装置

可同时处理 4 个样品。

1. 底座; 2. 四联可控流速虹吸管;

3. 步进电机和升降臂; 4. 可调节电路

Fig. 1 Picking-up device sketch map

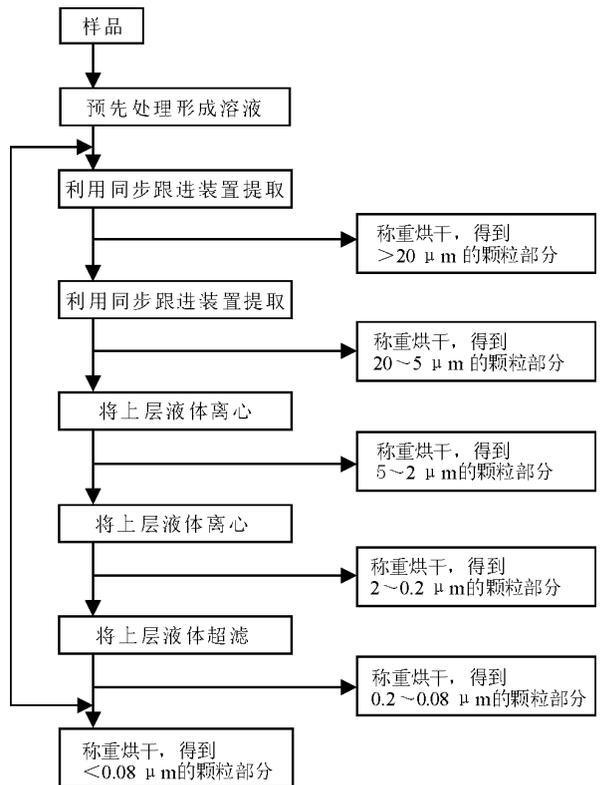


图 2 提取流程

Fig. 2 Picking-up flow chart

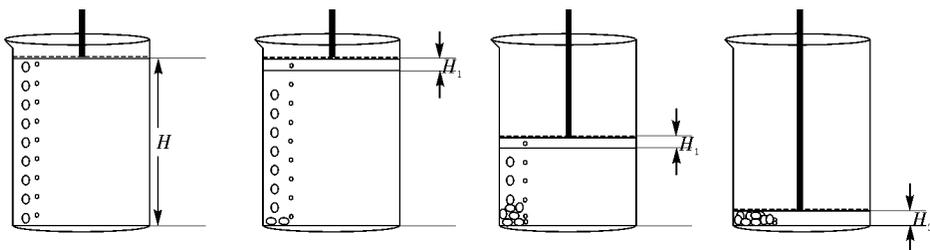


图 3 提取过程

Fig. 3 Picking-up process sketch map

$$P \leq 2P' - P'^2$$

$$P \leq 2P'' - P''^2$$

式中: v_D —— 粒径为 D 的颗粒的沉降速度, 这里用

来表示提取时的跟进速度, cm/s ;

D —— 颗粒的粒度, $2 \times 10^{-7} \mu\text{m}$;

δ —— 颗粒的密度, 2.38 g/cm^3 ;

ρ —— 水的密度, 1.00 g/cm^3 ;

g —— 重力加速度, 981 cm/s^2 ;

x —— 颗粒的球形系数, 一般取 $x = 0.3$ 。

η —— 常温下水的粘度, $0.001 \text{ Pa} \cdot \text{s}$;

P —— 提取效率, %

$H = 14 \text{ cm}$;

$H_1 = 3 \text{ cm}$;

$H_2 = 2 \text{ cm}$;

v_d —— 粒径为 d 的颗粒的沉降速度, 这里用

来表示能够提取到的粘土颗粒的沉降速度,

cm/s ;

t_1 —— 粒径为 D 的颗粒沉降距离为 H_1 时所用的时间, s ;

P' —— 2 次提取后的提取效率, %;

P'' —— 3 次提取后的提取效率, %。

图 4 是随机跟进装置的跟进速度设定为 2, 5, 20 μm 颗粒的沉降速度, 提取 1 次、2 次、3 次时各粒径粘土矿物颗粒提取效率与粒径的关系图。其中, ① 和 ② 是跟进速度为 2 μm 颗粒的沉降速度时提取 1 次、2 次和 3 次的曲线; ③, ④ 和 ⑤ 是 5 μm 的; ⑥, ⑦ 和 ⑧ 是 20 μm 的。

由于提取并非对某一个粒级的绝对提取(图 4), 所以对于一些样品的分析需要采用一定的参数标准, 这样对提取的数据才可以进行比较分析。对同一提取效率下不同跟进速度和有效提取效率的颗粒沉降速度做了拟合。图 5, 6 是分别在 2 次和 3 次提取时, 同一提取效率下跟进速度与提取有效粒径的线性关系, 可以看出, 3 次提取时的结果最好^[8]。由于提取时会混入相当量的其他粒径的颗

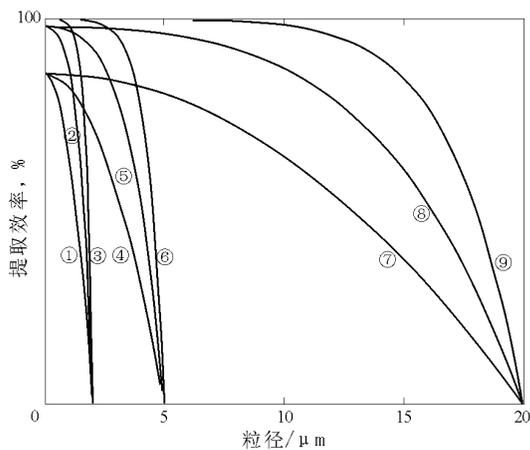


图 4 提取速度与效率

①, ②, ③ 跟进速度为粒径 2 μm 的颗粒的沉降速度时提取 1, 2, 3 次的效率曲线;
④, ⑤, ⑥ 跟进速度为粒径 5 μm 的颗粒的沉降速度时提取 1, 2, 3 次的效率曲线;
⑦, ⑧, ⑨ 跟进速度为粒径 20 μm 的颗粒的沉降速度时提取 1, 2, 3 次的效率曲线

Fig. 4 Relationship between picking-up velocity and efficiency

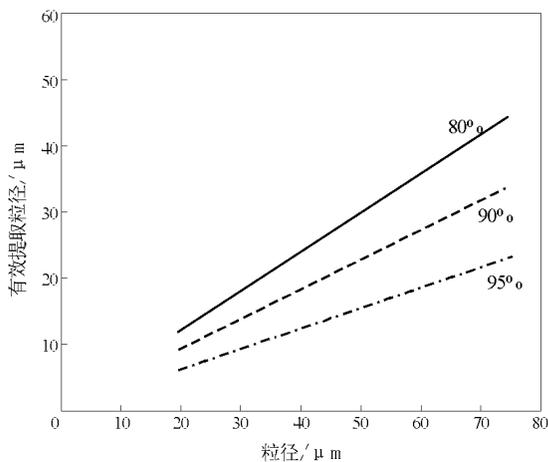


图 5 2 次提取时同一提取效率下提取速度和有效提取粒径的关系
用某一粒径的颗粒的自由沉降速度来表示提取时的跟进速度。

Fig. 5 Relationship between picking-up velocity and diameter of grain picked-up effectively at the same picking-up efficiency in the second round

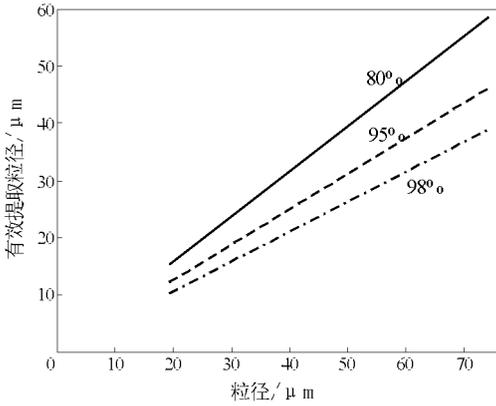


图 6 3 次提取时同一提取效率下提取速度和有效提取粒径的关系
用某一粒径的颗粒的自由沉降速度来表示提取时的跟进速度。

Fig. 6 Relationship between picking up velocity and diameter of grain picked up effectively at the same picking up efficiency in the third round

粒,并且提取速度和跟进速度相差越多越明显,考虑到实验中不可避免的系统和操作误差,兼顾实验效率,选择提取 3 次、有效提取效率 80% 时的这一组关系为最优化提取。

根据提取 3 次,提取效率 80% 时跟进速度与提取有效粒径的关系,可以推导出粒径大小为 d 的跟进提取速度 v_d 的确定公式为:

$$v_d = \frac{1}{18\eta} \left(d - \frac{0.035}{0.7826} \right)^2 (\delta - \rho) g x$$

则实验中采用的 2 次跟进速度为每 10 cm $2'46''$ 和 $4'18''$ 。同步提取实验时,对于相近的样品可以通过加装横梁等机械设计来进行多个样品的操作,更大限度地提高提取效率。

3 实例

采用跟进提取技术,对取自新疆库车凹陷中生

代地层的 10 条剖面 42 个泥岩和砂岩样品粘土粒级部分进行了高效分离,所得数据中大颗粒部分所占比例均与样品描述相对应。颗粒较粗的砂岩和砂砾岩中 $> 20 \mu\text{m}$ 的粒级部分均超过了 90%,细砂岩和部分泥岩的粗颗粒所占比例也在 50% 左右,大部分泥岩粗颗粒所占比例在 40% ~ 50%,其中有一个泥岩样品 $< 10\%$ 。表 2 为其中 6 个随机样品的分离结果。

图 7 是随机进行的 3 组岩石样品粒度激光测试与实验跟进提取结果的对比。由于激光测试仪器要求将 $> 20 \mu\text{m}$ 的颗粒去除,造成了该部分的提取结果与测试结果相比偏大。

另外由于实验中可调节电路的输出频率限制,第 2 步提取偏差较大,造成实验跟进提取过程中 73 和 74 号样品的 $20 \sim 5 \mu\text{m}$ 部分误差较大。58 号样品 2 个结果对照非常吻合。

这表明跟进提取结果与实际样品中颗粒的粒度分布情况非常接近。基于对跟进提取装置的改进,我们可以进行更精确的粒度分离。

4 结论

对粘土粒级成分跟进提取,在现有条件下实现大颗粒部分分离,采用同种技术参数可以对一系列样品进行精确分析,有助于进一步地球化学分析和其他工作的进行。

本次实验采用的最佳方案是在室温下 ($20 \text{ }^\circ\text{C}$),分离 $20, 5, 2 \mu\text{m}$ 几个粒级的部分,速度分别为粒径 $26, 6.4 \mu\text{m}$ 颗粒的沉降速度。对于小粒级部分,本次实验仍然是采用高速离心方法,最终得到了完整的实验数据。跟进提取方法对于粘土大粒级部分的提取取得了以往粘土提取技术不能达到的效果。由于调节电路的限制,未能将较细颗粒的部分完全分离,但随着技术的改进,采用更精确的调节输出

表 2 6 个随机样品分离结果

Table 2 Six random samples and their separation results

样品号	样重/g	不同粒级部分所占比例, %					样品描述
		$> 20 \mu\text{m}$	$20 \sim 5 \mu\text{m}$	$5 \sim 2 \mu\text{m}$	$2 \sim 0.2 \mu\text{m}$	$0.2 \sim 0.08 \mu\text{m}$	
92	50.02	2.38	3.97	21.44	18.45	3.110 0	红褐色泥岩
75	50.36	22.65	10.74	7.62	5.83	0.995 0	浅红色泥岩
24	61.66	38.31	9.62	5.91	6.74	0.290 0	黑色泥岩
5	69.70	49.12	9.61	5.61	4.92	0.235 1	灰绿色泥岩
6	50.09	41.81	4.22	1.99	1.88	0.040 0	灰绿色砂岩
104	70.50	65.32	2.09	1.83	0.71	0.022 2	粗砂岩

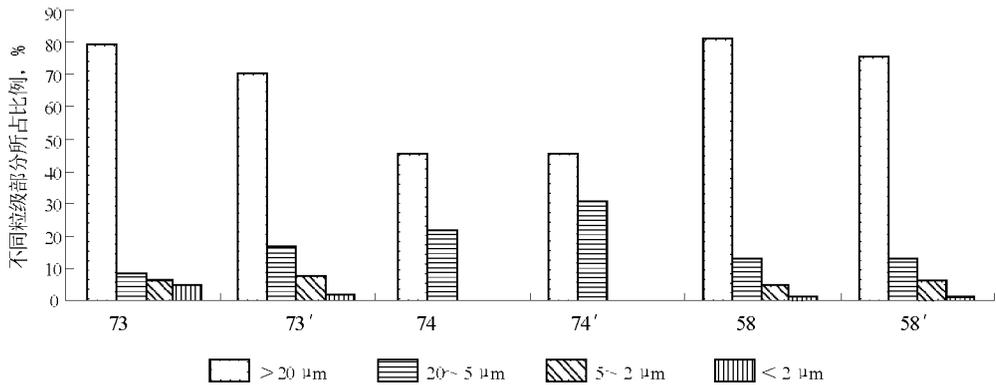


图 7 跟进分离和激光测试对比

73, 74, 58. 跟进提取结果; 73', 74', 58'. 激光测试结果

Fig. 7 Contrast between picking-up separation and laser test results

设备后, 我们可以采用跟进提取的方法对样品中任意粒度组分进行分离。

参考文献:

1 须藤俊男. 粘土矿物学[M]. 北京: 地质出版社, 1981. 1~ 33
 2 Moore D M, Reynolds R C. X-ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals[M]. New York: Oxford University Press, 1997. 204~ 225
 3 刘伟新. 石油地质分析测试技术新进展[J]. 石油实验地质, 2003, 25(6): 776~ 782

4 秦建中. 油气地球化学新技术新方法[J]. 石油实验地质, 2005, 27(5): 519~ 528
 5 Bish D L, Reynolds R C. Sample preparation for X-ray diffraction: modern powder diffraction, reviews in mineralogy 20 [M]. Washington D C: Mineralogical Society of America, 1989. 73~ 99
 6 吕一波. 分离技术[M]. 北京: 中国矿业大学出版社, 2000. 9~ 36
 7 邓修. 化学分离工程[M]. 北京: 科学出版社, 2000. 1~ 11
 8 苏金明. Matlab 分析工具箱[M]. 北京: 电子工业出版社, 2000. 498~ 509

IMPROVEMENTS FOR CLAY SEPARATION FROM CLASTIC SAMPLES

Feng Xue¹, Wu Chaodong¹, Xi Xianting²

(1. School of Earth and Space Sciences, Peking University, Beijing 100871, China;
 2. School of Environmental Sciences, Peking University, Beijing 100871, China)

Abstract: Sample preparation is the basic stage in clay experiment. The traditional method is limited to those loose-structured samples, thus unfit for samples with diagenesis. A synchronous picking-up method is used in sample preparation and analysis of 42 pieces of Mesozoic mudstone and sandstone from the Kuche Sag of the Tarim Basin. Samples are separated into 4 sections: > 20 μm, 20~5 μm, 5~2 μm and < 2 μm with parameters calculated. The results are well proved by laser analysis.

Key words: synchronous picking-up method; Sample preparation; clay mineral; clastic rock