

薄层层析法分离和鉴定水中的酚系物

伍大俊 魏梅华 赵淑华

(地质矿产部石油地质综合大队101队)

在水文地球化学油气普查勘探中,酚系物的地球化学分布特征是一种比较可靠的地球化学标志。本文采用薄层层析法对油田水、非油田水中的酚系物进行分离、鉴定和研究。

1. 分析原理

在碱性条件下,酚系物与对硝基偶氮苯反应,形成不同的偶氮酚类化合物,在层析板上展开,并在二乙胺的碱性条件下显色分离。酚苯物存在不同颜色的着色点产生明显区别:苯酚 R_f 0.20—0.25砖红色、间一甲酚 R_f 0.26—0.33棕红色、邻一甲酚 R_f 0.33—0.4红棕色、二甲酚 R_f 0.5—0.6兰紫色、对一甲酚 R_f 0.9—1.0紫红色。

2. 主要试验及层析板制备

(1) 展开剂: 苯、甲醇、二乙胺(10:1.5:1);

(2) 硝基苯胺: 70毫升0.5%对硝基苯胺溶液中加入4毫升比重为1.19的盐酸;

(3) 对硝基偶氮苯: 74毫升5%对硝基苯胺加入2.5毫升5%亚硝酸钠;

(4) 层析板制备: 取层析氧化铝用水(1:5)搅匀, $20 \times 250\text{mm}^2$ 玻璃板为1克氧化铝,铺均,室温下干燥, 105°C 条件下活化1小时,置干燥器中保存备用。

3. 分析步骤

将水样过滤去油花。取20—100毫升置分液漏斗中, pH值调至4, 分别用氯仿

10、5、5毫升萃取三次(每次震荡一分钟), 合并有机相备用。

将有机相转入另一分液漏斗中, 用5毫升0.1N氢氧化钠溶液反萃取两次, 弃有机相, 加入新配制的对硝基偶氮苯溶液, 显色后将pH值调至3—4, 加2毫升乙醚萃取(含量高时呈深红色、含量低时呈淡黄色)。将有机相转入磨口试管中, 用0.1毫升微量注射器吸取0.01—0.1毫升滴至层析板上, 风干后置层析缸中分离, 一般15—20分钟。

将每个组份小心刮下, 用5毫升乙醇和10%氢氧化钠混合液洗涤, 在蔡氏比色计上, 分别以490nm、515nm、540nm测定各组份的消光值。在标准曲线上求出含量。本方法灵敏度可达0.1微克。

4. 结果与讨论

应用本方法对一些地区的油田水、非油田水进行了分析和研究(表1)。

从表1可以看出:(1)油田水未检出苯酚, 与原油中无苯酚一致, 同时油田水酚系物以间+邻甲酚和二甲酚为主。非油田水不含间+邻甲酚, 组成以苯酚为主。这些特征可作为区别油田水和非油田水的主要标志。(2)利用间+邻甲酚/二甲酚比值, 为判别油源提供依据。

下转79页

0.00122。图1(a)、(b)相比, C₁、C₂的色谱峰高变化较大, C₃、iC₄、C₄均保持稳定。据实测(b)C₁比(a)C₁峰高增加47毫米, 半宽度0.25毫米。

通过试验, 明显说明上述异常现象与二氧化碳浓度有关。

2. 讨论

通过反复对比试验以及从色谱曲线所反映的现象分析, 气样在大量的二氧化碳存在的情况下, 不加分离直接引入仪器进行分析, 引起微量低碳烷烃组份的色谱曲线峰值剧增, 可能有如下几种原因:

(1) 由于二氧化碳和空气(主要是氮、氧)的等压热容不同(二氧化碳为8.75卡/度·克分子、氮气为6.93卡/度·克分子), 因此在流速较低的情况下, 二氧化碳随氢气进入火焰, 致使火焰C层的温度梯度加大, 火焰伸长, D层表面积增大, E层扩散进去的氧气增加(图2), 从而引起离子化效率提高, 色谱曲线峰值增加;

(2) 根据气体分子运动理论, 在相同温度下, 二氧化碳的粘度(内摩擦力)

比氮气较小; 同时, 在单位时间内二氧化碳分子平均碰撞次数比氮为多。在系统中, 各分子之间的相互碰撞过程, 即能量重新分配的过程, 当碳氢化合物进入火焰被裂解生成CH时, 由于离子室内存在大

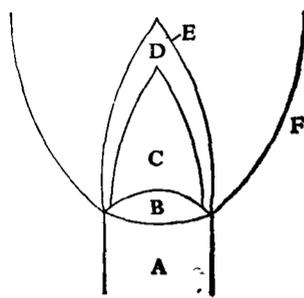
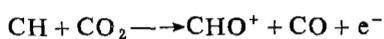


图2 氢火焰分层示意图

量的具有较高自由能和较高碰撞频率的二氧化碳分子, 致使火焰中游离[H]和初始产物CH获得更大能量, 从而可能进一步发生化学反应, 产生CHO离子¹⁾, 提高了离子化效率和增高峰值。



(收稿日期 1982年5月11日)

1) 反应机理和反应式还有待进一步探讨

上接80页

地层水酚系物分析结果表 表1

样号	水样性质	酚 (ppb)	间+邻甲酚 (ppb)	对甲酚 (ppb)	二甲酚 (ppb)	比值*
牛8-1	非油田水	37	0	1.0	1.5	0
坝25	油层上部水	0	27.0	3.0	1.5	18.0
岔12-20	油田水	0	16.5	0.6	4.5	3.67
岔233	” ”	0	107.5	21.5	27.5	3.90
宁12	” ”	0	90.0	0.5	95.0	0.95
乾113	” ”	0	27.5	20.5	187.55	0.15

* 间甲酚/二甲酚

(收稿日期 1982年2月22日)