

文章编号: 0254- 5357(2001)03- 0214- 03

沉积岩中自生粘土矿物分离提纯方法的改进

黄宝玲¹, 王大锐²

(1. 北京大学地质系, 北京 100871; 2. 石油勘探开发研究院, 北京 100083)

摘要: 尝试了一种从沉积岩中分离提纯自生粘土矿物的方法——反复冷冻-解冻法。其改进之处在于利用渗透于岩石样品中的水, 在冷冻的情况下体积膨胀, 而使岩石颗粒散开。用改进的岩样碎样法分离出的粘土矿物, 经X射线衍射分析鉴定证实, 在 $< 1 \mu\text{m}$ 粒级时, 粘土组分中不含有碎屑的钾长石, 而常规法做不到这一点。

关键词: 自生粘土矿物; 分离提纯; 反复冷冻-解冻法

中图分类号: O652.4; P619.231

文献标识码: B

K-Ar 定年法已用于测定沉积岩的成岩时代, 但国内还没有很好掌握。其主要原因是由于大多数沉积岩中含有碎屑含钾矿物(如钾长石), 定年结果表示的是老的碎屑年龄, 没有真正的地质意义^[1]。只有分离提纯出在成岩过程中自生的粘土矿物(伊利石/蒙脱石混层或自生伊利石), 对它定年, 才真正代表沉积时代。然而, 常规碎样过程中, 不可避免地会将碎屑矿物粉碎成粘土粒级, 在分离出 $< 0.2 \mu\text{m}$ 甚至更细粒级的粘土组分中, 仍有碎屑含钾矿物的存在^[2,3], 使自生粘土矿物的分离提纯极其繁琐、困难。另一方面, 对于含油盆地沉积岩的准确定年, 可以揭示油气的形成、运移和储藏的时代, 对于石油天然气的勘探与开发, 具有极其重要的意义。所以, 改进和完善沉积岩中自生粘土矿物的分离提纯技术, 日益受到石油地质界的重视。

1 实验部分

1.1 反复冷冻-解冻碎样装置的装配

Nicole Liewig 等在 1987 年建立了反复冷冻-解冻岩样粉碎方法, 并对北海含油盆地沉积砂岩进行了自生粘土矿物的分离, 证明了此方法的可行性及应用意义^[4]。由于国内没有这种能自动升温、

降温、恒温的装置, 笔者根据国外的资料, 与中国科学院仪器厂一起设计装配了一台, 并经过了反复的工作条件实验和数次的改装。其中压缩机和控制器采用进口产品。装置结构类似恒温水箱, 水池中放有防冻液, 容积为 $40 \text{ cm} \times 30 \text{ cm} \times 25 \text{ cm}$, 放 12 个 1 000 mL 的岩样装载塑料瓶。温度可控范围为 $-30 \sim 30^\circ\text{C}$ 。只要定好所需反复的时间和温度, 此装置将会全自动地循环运行。

1.2 实验流程

先将同一块岩石样品分为两份, 其中一份样品用改进的方法分离提取粘土矿物, 另一份样品用常规的方法分离提取粘土矿物, 以便进行两种方法的对比实验。

改进方法 首先将岩样碎成 1 cm 左右的小块, 用去离子水冲去碎块表面吸附的粉末, 洗好的样品碎块放入一个 1 000 mL 的塑料瓶中, 用去离子水将岩样浸透, 封好塑料瓶, 放入冷冻-解冻装置中。先降温并恒定一段时间, 使岩样冻透, 再升温并恒定一段时间, 使岩样完全解冻, 经过反复冷冻-解冻, 岩样会被分散开。将分散好的样品倒入一个 5 000 mL 的大烧杯中, 加去离子水轻轻搅拌, 制备粘土悬浮液, 再分别用沉降虹吸分离法、离心分离法或微孔滤膜过滤法分离出不同粒级的粘土矿物。

收稿日期: 2000-11-09; 修订日期: 2001-03-08

基金项目: 中国石油天然气集团公司油气地球化学重点实验室资助项目(2000 年度)

作者简介: 黄宝玲(1965-), 女, 北京市人, 高级工程师, 从事同位素定年样品预处理及化学分析。

常规方法 先用粉碎机和球磨机将岩样粉碎成小于 1 mm 的粒级,放入玛瑙研钵中,加去离子水进行湿磨,提取泥浆以制备粘土悬浮液,同样分离出不同粒级的粘土矿物。

最后,用 X 射线衍射分析两种方法获得的各个粒级的粘土矿物的组成。

1.3 分离设备

离心机: LD5- 2A 型,最高转速 6 000 r/min。

微孔真空过滤器: 不锈钢漏斗直径 150 cm,上下双口滤瓶 5 000 mL,微孔滤膜孔径为 0.2 μm 、0.8 μm 。

1.4 岩石样品

岩石样品 I 号和 II 号采自塔里木盆地 TZ 12 号井,深度在 4 019.85~ 4 005.8 m 之间,岩性为砂岩, I 号岩石样品约重 200 g, II 号岩石样品约重 110 g。

2 结果与讨论

2.1 反复冷冻- 解冻碎样条件

冷冻恒温温度控制在 - 10 $^{\circ}\text{C}$,解冻恒温温度控制在 15 $^{\circ}\text{C}$ 。为使岩样在此温度下充分地冻透和解冻,实验了不同的岩样量,降温、恒温、再升温、恒温一循环周期所用时间。50 g 岩样,需 1.5 h; 100 g 岩样,需 2.5 h; 500~ 600 g 的岩样,需 4 h。由于不同岩样的致密程度不同,岩样彻底散开达到制备悬浮液的目的,所需的时间不同。本实验的岩样彻底散开所需的时间为 6 d。

2.2 自生粘土矿物分离提纯

要使粘土矿物全部提取出来,制备良好的粘土悬浮液是至关重要的^[5]。本实验的岩样基本不含油,碳酸盐岩的含量较少,故岩样分散以后粘土矿物悬浮良好。实验中不同粒级的粘土组分的分离采用了三种方法,沉降虹吸法、离心分离法和微孔滤膜真空抽滤法。实验表明,沉降虹吸法较适合提取 1~ 2 μm 粒级的粘土组分,离心分离法适合提取 0.2~ 1 μm 粒级的组分,而微孔滤膜真空抽滤法则适合更细粒级的粘土组分的提取。

2.3 X 射线衍射分析

用改进的方法和常规的方法分离出的不同粒级的粘土组分,经 X 射线衍射分析的结果见表 1。

表 1 X 射线衍射分析结果

编号 No.	粘土粒级 (μm) grain size	粘土矿物组成 clay mineral component					碎屑矿物 定性分析 detrital minerals
		S	I/S	I	K	C	
1	< 0.8	92	5	3			Q, K- F, Alb, Ana.
2	0.8~ 2	87	9	4			Q, K- F, Ana.
3*	0.2~ 1	80	11	9			Q, Ana.
4*	1~ 2	83	10	7			Q, K- F, Alb, Ana.
5*	0.2~ 1	70	15	15			Q.
6	1~ 2	54	24	22			Q, K- F, Alb, Ana.
7	0.8~ 2	64	17	19			Q, K- F, Ana.

表中 1~ 4 号为从 I 号岩石样品分离出的不同粒级的粘土组分, 5~ 7 号为从 II 号岩石样品分离出的不同粒级的粘土组分, 带有* 号的为改进的方法分离提取; 粘土矿物组成中, S 代表蒙脱石, I/S 代表伊利石/蒙脱石混层, I 代表伊利石, K 代表高岭石, C 代表绿泥石; 碎屑矿物定性分析中, Q. 代表石英, K- F. 代表钾长石, Alb. 代表钠长石, Ana. 代表锐钛矿。

尽管由于样品量太少, 没能获得更细粒级的粘土组分, 但从分析结果可以看出, 对于 I 号岩石样品, 用改进的方法分离出的粒级在 0.2~ 1 μm 粘土组分中, 已不含碎屑钾长石。而用常规方法分离出的粒级在 < 0.8 μm 粘土组分时, 仍然存在碎屑钾长石。对于 II 号岩石样品, 用改进的方法分离出的粒级在 0.2~ 1 μm 粘土组分中, 同样也不存在碎屑钾长石。

3 小结

在进行沉积岩自生粘土矿物分离提纯的过程中, 利用反复冷冻- 解冻岩样分散法, 可避免将碎屑钾长石粉碎成粘土粒级, 有利于自生粘土矿物更好的提纯。此方法可在国内沉积岩定年样品预处理方面得到应用。

致谢: 感谢中国科学院仪器厂李成华高级工程师与作者共同设计装配了反复冷冻- 解冻碎样装置。

4 参考文献

- [1] 赵孟为, Ahrendt H, Wemmer K. K-Ar 测年法在确定沉积岩成岩时代中的应用[J]. 沉积学报. 1996, 14 (3): 11—21.

- [2] 黄宝玲, 穆治国, 刘玉琳. 细粒自生粘土矿物和粘土岩的定年尝试[J]. 地球学报. 1997, 18(增刊): 277—279.
- [3] Chaudhuri S, Srodon J, Clauer N. K-Ar Dating of Illitic Fractions of Estonian "Blue Clay" Treated with Alkylammonium Cation[J]. *Clay and Clay Minerals*. 1999, 47(1): 96—102.
- [4] Liewig N, Clauer N, Sommer F. Rb-Sr and K-Ar Dating of Clay Diagenesis in Sandstone Oil Reservoir, North Sea[J]. *AAPG*. 1987, 71(12): 1467—1474.
- [5] 赵杏媛, 张有瑜, 陈洪起, 等. 粘土矿物与粘土矿物分析[M]. 北京: 海洋出版社, 1990. 73—83.

An Improved Method for Separation of Authigenic Clay Minerals from Sedimentary Rocks

HUANG Bao-ling¹, WANG Da-rui²

(1. Department of Geology, Beijing University, Beijing 100871, China;

2. Research Institute of Petroleum Exploration and Development, Beijing 100083, China)

Abstract: A new method with repetitive freezing-thawing process was developed to separate authigenic clay minerals from sedimentary rocks. The aim of this process was to disaggregate rock samples using the volume expansion of water that impregnates into the samples. The results from X-ray diffraction analysis show that in comparison to the conventional method there is no K-feldspar pieces in the clay minerals (with clay mineral size < 1 μm) separated from sedimentary rocks by the new method.

Key words: authigenic clay minerals; separation and purification; repetitive freezing-thawing method

欢迎征订《分析测试学报》

《分析测试学报》是由中国分析测试学会主办的全国性学术刊物。刊登电子显微学、质谱学、光谱学、色谱学、波谱学及电化学等方面的分析测试新理论、新方法、新技术的研究成果, 介绍新仪器装置及在医药、化工、商检、食品检验等方面实用性强的实验技术。适合科研院所、大专院校、医学、卫生以及厂矿企业分析测试工作和管理人员阅读。双月刊, 国内外公开发行。国际标准刊号 ISSN 1004-4957, 国内刊号 CN 44-1318/TH, 国际刊名代码 CODEN: FCXES, 国内邮发代号 46-104, 单价 8.00 元/册。

本刊继续入选化学类核心期刊, 并被选为我国科技论文和引文统计源。在我国 1240 种主要科技期刊的 1997 年影响因子排序中名列第 9 位。每年被美国化学文摘千种表、美国科学引文索引(SCI)等多家检索数据库、文摘收录。

未在邮局订到者可直接向本编辑部补订。补订办法: 请从邮局汇款至广州市先烈中路 100 号《分析测试学报》编辑部(邮编 510070, 电话 020-87759776, Email: fxcspb@China.com), 写明订户单位、详细地址、收刊人姓名、邮编及补订份数(全年或某期)。