



中华人民共和国国家标准

GB/T 18340.5—2001

地质样品有机地化测试 岩石可溶有机物和原油中饱和烃 气相色谱分析方法

Organic geochemical measurements of geological samples—
Method for the analysis of saturated hydrocarbons
of soluble organic matter in rocks and the crude oils
by gas chromatography

2001-03-19 发布

2001-10-01 实施

国家质量技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
地 质 样 品 有 机 地 化 测 试
岩 石 可 溶 有 机 物 和 原 油 中 饱 和 烃
气 相 色 谱 分 析 方 法

GB/T 18340.5—2001

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版
北 京 复 兴 门 外 三 里 河 北 街 16 号

邮 政 编 码 : 100045

电 话 : 68523946 68517548

中 国 标 准 出 版 社 秦 皇 岛 印 刷 厂 印 刷

新 华 书 店 北 京 发 行 所 发 行 各 地 新 华 书 店 经 售

*

开 本 880×1230 1/16 印 张 1/2 字 数 9 千 字

2001 年 8 月 第 一 版 2001 年 8 月 第 一 次 印 刷

印 数 1—1 000

*

书 号 : 155066 · 1-17762 定 价 8.00 元

网 址 www.bzcbs.com

*

科 目 578—543

版 权 专 有 侵 权 必 究
举 报 电 话 : (010)68533533

前 言

岩石可溶有机物和原油中饱和烃气相色谱分析是有机地球化学研究的必测项目之一。20多年来,它不断完善分析技术方法。80年代初,原地质矿产部和石油工业部均对该分析项目进行了系列的方法试验,并分别制定了各自的部颁标准。1997年制定了石油天然气行业标准SY/T 5120—1997《岩石氯仿抽提物及原油中饱和烃气相色谱分析方法》。本标准是在此基础上,经过广泛征求意见和比对试验,并按国家标准GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元:标准的起草与表述规则 第1部分:标准编写的基本规定》制定而成的。

本标准由国土资源部提出。

本标准由全国地质矿产标准化技术委员会岩矿测试标准物质和方法技术委员会归口。

本标准起草单位:中国新星石油公司实验地质研究院、中国新星石油公司西北石油局规划研究院、中国新星石油公司华北石油局规划研究院、中国新星石油公司华东石油局规划研究院。

本标准主要起草人:曹寅、周文瑞、王敦则、丁涛、王周秀、方启碧。

地质样品有机地化测试
岩石可溶有机物和原油中饱和烃
气相色谱分析方法

GB/T 18340.5—2001

Organic geochemical measurements of geological samples—
Method for the analysis of saturated hydrocarbons
of soluble organic matter in rocks and the crude oils
by gas chromatography

1 范围

本标准规定了饱和烃气相色谱分析中的毛细管柱选择,分析步骤,定性,定量,色谱地化参数计算和精密度等。

本标准适用于岩石有机抽提物和原油中饱和烃的正构烷烃和姥鲛烷、植烷等类异戊二烯烷烃化合物的分析。

2 方法提要

将饱和烃样品采用分流或无分流进样方式注入气相色谱仪中的汽化室,试样汽化后随载气流通过高效石英毛细管柱,使正构烷烃与异构烷烃分离,用火焰离子化检测器检测相继流出的各组分。通过色谱数据处理机绘制色谱图,用色谱保留时间法或质谱法定性,以面积归一化法计算各组分的质量分数,并按相应的公式计算各项色谱地化参数。

3 仪器和设备

- 3.1 气相色谱仪:具有毛细管柱分流或无分流进样系统,程序升温和火焰离子化检测器装置。
- 3.2 色谱数据处理机。
- 3.3 冰箱。

4 试剂和材料

- 4.1 正己烷:分析纯。
- 4.2 异辛烷:分析纯。
- 4.3 色谱标样:含 $C_{13} \sim C_{40}$ 范围内任意几个碳数的正构烷烃。
- 4.4 色谱柱:固定相为聚甲基硅酮或聚苯基甲基硅酮交联型石英毛细管柱,柱长 20 m~30 m,内径 0.20 mm~0.32 mm,柱效不低于 2 000 理论板/m,最高使用温度不低于 320℃。
- 4.5 微量注射器:1 μ L、10 μ L。
- 4.6 具塞锥形试管:1 mL、2 mL。
- 4.7 氮气或氦气:纯度不低于 99.99%。
- 4.8 氢气:纯度不低于 99.9%。

4.9 净化压缩空气。

5 样品制备

5.1 将岩石可溶有机物或原油经族组分分离而得的饱和烃馏分,转移至具塞锥形试管中,放在冰箱内保存。

5.2 分流进样方式,用少量正己烷溶解样品;无分流进样方式,用适量异辛烷溶解样品。

6 分析步骤

6.1 打开气相色谱仪气路和电路系统。

6.2 根据各仪器的操作步骤启动仪器,输入分析参数,参照附录 A 设置仪器分析操作条件。

6.3 点燃火焰,检查程序升温过程中色谱基线的稳定性。

6.4 视样品量多少,选择分流或无分流进样方式及合适的进样量。

6.5 用微量注射器吸取试样注入气相色谱仪汽化室,同时启动程序升温,用色谱数据处理机记录谱图,并计算各组分峰面积及质量分数。

7 定性

7.1 用正构烷烃色谱标样峰的保留时间对样品中的各正构烷烃进行定性。

7.2 用色谱保留时间法或色质鉴定法对样品中的姥鲛烷和植烷等类异戊二烯烷烃进行定性。

8 定量

用色谱数据处理机以峰面积归一化法计算正构烷、姥鲛烷和植烷等类异戊二烯烷烃的质量分数。计算公式如下:

$$\omega(i) = \frac{A_i \times f_i}{\sum A_i \times f_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: $\omega(i)$ ——正构烷烃某组分、姥鲛烷和植烷等类异戊二烯烷烃的质量分数, %;

A_i ——正构烷烃某组分、姥鲛烷和植烷等类异戊二烯烷烃的峰面积值;

f_i ——正构烷烃某组分、姥鲛烷和植烷等类异戊二烯烷烃的相对质量校正因子。

由于火焰离子化检测器对所测正构烷烃各组分,姥鲛烷和植烷等类异戊二烯烷烃的相对质量校正因子,都接近于 1,故式(1)可简化为式(2):

$$\omega(i) = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

9 计算色谱地化参数

9.1 主峰碳数:样品中质量分数最大的正构烷烃碳数。

9.2 奇偶优势(OEP 值)按式(3)计算:

$$OEP = \left(\frac{C_{k-2} + 6C_k + C_{k+2}}{4C_{k-1} + 4C_{k+1}} \right)^{-1^{(k+1)}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: k ——主峰碳数;

C_k ——正 K 烷质量分数,其余类推。

9.3 P_r/P_h 比值按式(4)计算:

$$P_r/P_h = \frac{P_r}{P_h} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: P_r ——姥鲛烷质量分数;

P_h ——植烷质量分数。

9.4 P_r/C_{17} 比值按式(5)计算:

$$P_r/C_{17} = \frac{P_r}{C_{17}} \dots\dots\dots (5)$$

式中: P_r ——姥鲛烷质量分数;
 C_{17} ——正十七烷质量分数。

9.5 P/C_{18} 比值按式(6)计算:

$$P_h/C_{18} = \frac{P_h}{C_{18}} \dots\dots\dots (6)$$

式中: P_h ——植烷质量分数;
 C_{18} ——正十八烷质量分数。

10 精密度

10.1 色谱图

10.1.1 出峰范围包括 $C_{12} \sim C_{40}$ 的正、异构烷烃,并且正构烷烃的色谱峰形要求对称。

10.1.2 最高色谱峰的高度占记录纸高度的 70%~90%,特殊样品例外。

10.1.3 正十七烷和姥鲛烷的峰高分离度不应小于 90%(以低峰高度为准)。

10.2 精度

同一样品两次平行分析,其色谱地化参数分析结果的相对双差 RD 应符合表 1 规定。

表 1 样品平行分析的相对双差 RD 值

色谱地化参数	RD	%
OEI		<15
P_r/P_h		<15
P_r/nC_{17}		<15
P_h/nC_{18}		<15

按式(7)计算相对双差 RD :

$$RD = \frac{A - B}{\frac{1}{2}(A + B)} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

式中: A 为第一次测量值, B 为第二次测量值。

附录 A
(提示的附录)
色谱操作条件的实例

表 A1 色谱操作条件实例

柱型	SE-54 弹性石英毛细柱
柱长, m	25
柱内径, mm	0.25
有效板数, m^{-1}	2 000
载气	氮气(高纯)或氢气(高纯)
载气线速, cm/s	17~20
氢气流量, mL/min	30
空气流量, mL/min	300
进样调节	分流进样: 分流比 100 : 1 无分流进样: 先关分流阀, 进样 50 s 后打开分流阀, 分流比 100 : 1
尾吹气流量, mL/min	30
汽化室温度, C	330
色谱柱温度, C	初温 80, 速率 6 C/min; 终温 320, 恒温至 C_{40} 峰出完
火焰离子化检测器温度, C	330
进样量, μL	分流进样: 0.2~1.0 无分流进样: 1.0~50

版权专有 侵权必究

*

书号: 155066 · 1-17762

定价: 8.00 元

*

科目 578—543

GB/T 18340.5—2001

此为试读, 需要完整PDF请访问: www.ertongbook.com