

文章编号: 0254-5357(2009)05-0416-07

生油岩中有机质加速溶剂萃取和索氏萃取方法对比

龚迎莉^{1,2}, 孙玮琳¹, 汪双清¹, 沈 斌¹

(1. 国家地质实验测试中心, 北京 100037; 2. 清华大学热能工程系实验室, 北京 100084)

摘要: 文章报道通过与传统的索氏萃取方法的对比, 对于加速溶剂萃取 (ASE 200) 技术用于烃源岩可溶有机质萃取的实验方法研究结果。利用东北地区的 1 个泥岩样品, 探讨了分散度、温度、压力对加速溶剂萃取技术的影响, 确定最优化的萃取条件参数: 分散度为 8:3、温度 110℃、萃取压力 10.3 MPa。进行方法的重现性实验, 萃取结果具有很好的精密度, 相对标准偏差 (RSD, $n=10$) 为 2.6%。回收率达到了 90% 以上。采用吐哈盆地的东深 1 井的 1 个油页岩样品, 从抽提的有机质、饱和烃和芳香烃组分的量上对加速溶剂萃取与传统索氏萃取进行了方法比较。采用 6 个样品进一步对饱和烃和芳香烃中的生物标志物进行了对比, 加速溶剂萃取的烷烃、萜类、甾烷、芳烃等系列化合物的相对丰度、色谱-质谱特征、有机地化参数指标结果均与经典的索氏萃取的结果相一致。实验结果表明, 加速溶剂萃取技术可有效地应用于烃源岩的有机地球化学分析测试及样品前处理。

关键词: 加速溶剂萃取; 索氏萃取; 生油岩

中图分类号: O652.6; TE122.113 **文献标识码:** A

A Comparative Study on Extraction of Organic Matters in Source Rocks by Accelerated Solvent Extraction and Soxhlet Extraction

GONG Ying-li^{1,2}, SUN Wei-lin¹, WANG Shuang-qing¹, SHEN Bin¹

(1. National Research Center for Geoanalysis, Beijing 100037, China;

2. Laboratory of Department of Thermal Engineering, Tsinghua University, Beijing 100084, China)

Abstract: The application of accelerated solvent extraction (ASE) technique to the extraction of extractable organic matters in source rocks with ASE 200 are discussed by comparing with traditional Soxhlet extraction technique. Based on analytical results of a mudstone sample from northeast China, the effects of dispersion ratio, extraction temperature and pressure conditions on the determination were discussed and the extraction conditions for extracting organic matters in source rocks with accelerated solvent extraction was optimized with dispersion ratio of 8:3; extraction temperature of 110℃; extraction pressure of 10.3 MPa and heating time of 5 min. Under the optimized experimental condition, the satisfactory result was obtained with recovery rate of higher than 90% and precision of 2.6% RSD ($n=10$). Additionally, the bulk chemical composition of the chloroform bitumen obtained with accelerated solvent extraction from the Dongshen 1 source rock collected from Tu-Ha Basin of China is also very close to those obtained with soxhlet extraction. The GC-MS analytical results of the aliphatic and aromatic fractions of the extracts from other six source rocks obtained with accelerated solvent extraction and Soxhlet extraction, separately also show very good consistence. The molecular abundances, distribution patterns and geochemical parameters of normal alkanes, polycyclic terpanes, steranes, and aromatic hydrocarbons

收稿日期: 2008-10-05; 修订日期: 2009-01-15

基金项目: 国土资源地质大调查项目资助 (1212010660901-11); 中央级公益性科研院所基本科研业务费专项资金资助 (200607CSJ10)

作者简介: 龚迎莉, 女 (1976-), 四川大竹人, 助理工程师, 主要从事分析化学及其研究工作。

E-mail: y. l. gong@163.com。

obtained with both accelerated solvent extraction and Soxhlet extraction are consistent. The results suggest that the accelerated solvent extraction technique can be applied to the extraction of organic matters in source rocks and as the pretreatment method for further organic geochemistry analysis.

Key words: accelerated solvent extraction; Soxhlet extraction; source rock

对于有机分析化学而言,复杂样品的前处理常常是分析方法的薄弱环节。在以往的数十年中,有机地球化学工作者做了多种尝试,以期找到一种高效、快捷的方法取代传统的索氏萃取。近几年来,Richter等^[1-3]介绍了一种全新的加速溶剂萃取法(Accelerated Solvent Extraction,简称ASE)。该方法是在一定的温度和压力条件下提取可溶物质,使得测物从基体上的解吸和溶解动力学过程加快,在较短的时间内高效地完成萃取过程的一种技术手段。与索氏萃取相比,ASE突出的优点是有机溶剂用量少、快速、重现性好、自动化程度高、安全性好。尽管ASE技术是近年才发展起来的新技术,由于其突出的优点,已经受到分析化学界的极大关注,在环境、药物、食品和聚合物工业等领域得到广泛应用^[2-3]。但在我国,ASE技术在石油地球化学分析测试中的样品可溶有机质抽提方面应用较少。

本实验利用东北地区的1个泥岩岩芯样品,探讨分散度、温度、压力对加速溶剂抽提技术的影响,确定了最优化的仪器工作参数^[4-5]。在优化的工作参数条件下,对抚顺的一个油页岩样品进行了加速溶剂萃取和索氏萃取两种方法的对比实验研究;采用吐哈盆地东深1井的岩样,进行了生物标志物的对比分析。

1 实验部分

1.1 样品制备

烃源岩样品为采集于吐哈盆地东深1井的泥岩岩芯。清洗岩芯样品表面的污泥,风干,研磨至粒径0.165 mm左右。

回收率试验样品的制备:取鄂尔多斯的地表样品于600℃马弗炉中,灼烧4 h,置于干燥器中冷却备用。取苏丹降解油1.5107 g和0.2563 g分别溶解于50 mL氯仿中,再分别加入50.0 g岩样,混匀,放置48 h,其可溶有机质质量分数分别为2.933%和0.510%。

1.2 主要试剂

佛罗里硅土(Florisil):粒径0.165~0.245 mm,于400℃条件下烘4 h,冷却至常温,贮存在干燥器中。氯仿(色谱纯):含量不低于99.8%;正己烷(色谱纯):含量不低于95%;二氯甲烷(色谱纯):含量不低于99.8%;乙醇(色谱纯):含量不

低于99.8%。硅胶:粒径0.074~0.165 mm,于180℃条件下烘8 h,冷却至常温,贮存在干燥器中。氧化铝:粒径0.074~0.165 mm,于400℃条件下烘4 h,冷却至常温,贮存在干燥器中。

1.3 仪器及实验条件

1.3.1 加速溶剂萃取

仪器:ASE 200型加速溶剂萃取仪(美国Dionex公司),使用22 mL萃取池。

萃取条件和方法:称取约8 g烃源岩样品,在样品中加入3 g Florisil作为分散剂,混匀,盛放在萃取池中备用。在萃取池的出口处放置一片纤维素膜。使用氯仿作为萃取溶剂。设置萃取温度110℃,压力10.3 MPa,加热时间5 min,静态时间5 min,冲洗体积为萃取池体积的60%,氮气吹扫60 s,循环2次。萃取溶液用旋转蒸发浓缩,氮吹仪吹干,恒重称量,贮存在干燥器中。

1.3.2 索氏抽提

参照石油天然气行业标准SY/T 5118—1995^[6],称取约8 g烃源岩样品,用100 mL氯仿于80℃水浴下在索氏抽提器中连续抽提48 h。滤液经旋转蒸发浓缩后用氮气吹干,恒重称量,贮存在干燥器中。

1.3.3 饱和烃、芳烃馏分的分离制备

按照石油天然气行业标准SY/T 5117—1995^[7],用正己烷洗脱分离出饱和烃馏分,二氯甲烷洗脱分离出芳香烃馏分,氯仿-乙醇(体积比7:3)洗脱分离出非烃馏分。

1.3.4 气相色谱-质谱分析

仪器:GC-MS-QP2010-Plus气相色谱-质谱联用仪(日本岛津公司)。

色谱条件:Rxi-5ms色谱柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm),He为载气,流速1.2 mL/min,不分流进样;进样口温度300℃,柱箱温度:①饱和烃:初温50℃,保持1 min后以20℃/min升温至120℃,再以3℃/min升温至310℃,保持25 min;②芳香烃:初温80℃,保持1 min后以3℃/min升温至300℃,保持15 min^[8]。

质谱测试条件:电子轰击(EI)源,70 eV;GC-MS接口温度300℃,离子源温度250℃;全扫描,质量范围35~500 u。

2 结果与讨论

2.1 萃取条件的选择

2.1.1 样品与分散剂的分散比

称取约8 g 油页岩样品,设定萃取温度100℃,压力10.3 MPa,循环2次,在分散比为8:N(N=0~9)下进行萃取试验。结果表明,分散剂对于萃取效果有显著影响,油页岩样品与 Florisil 的分散比在8:3时,萃取所得到的氯仿“A”(单位质量岩石中氯仿沥青的质量分数)最高(见图1)。如果分散剂量少,由于样品颗粒间致密又不能将样品有效地分散开,在较短的时间内溶剂渗透困难,不能将样品浸泡透,导致有机质不能有效地从样品上解吸下来;但如果分散剂量多了,由于它对可溶有机质存在一定的吸附作用,导致萃取的有机质量减少。另一方面,分散剂量的增加还会加大分析测试的成本。

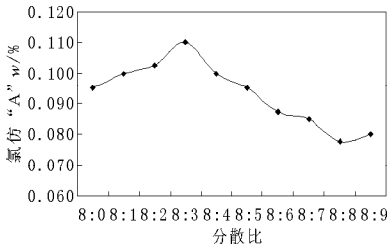


图1 不同分散比下的加速溶剂萃取效果
Fig.1 Extraction effect of ASE with different portion of Florisil added to the sample

2.1.2 萃取循环次数

称取约8 g 油页岩样品进行试验,加入 Florisil 作为分散剂,使样品与分散剂的比例为8:3^[5],设置萃取温度为100℃恒温,压力恒定为10.3 MPa,改变循环次数为1、2、3,其余仪器条件同上。实验结果见表1。

表1 不同萃取循环次数下的加速溶剂萃取效果
Table 1 Extraction effect of ASE with different cycling times

循环次数	m/g		氯仿沥青“A” w/%
	烃源岩样品	萃取物	
1	8.05	0.0056	0.070
2	8.04	0.0066	0.082
3	8.03	0.0067	0.083

结果表明,循环次数越多,萃取氯仿“A”越高,但是萃取溶剂消耗越多。当循环3次时,一个收集池的池容量不能满足需要,导致仪器工作中断,给氯仿“A”转移过程带来麻烦。而增加第3次循环

所得到的氯仿沥青“A”增量只有1.2%左右;当烃源岩样品量较少时,最高增量可达15.7%,其中,有机溶剂中低挥发性杂质的贡献不可忽视。综合考虑,认为选择循环2次比较合理。

2.1.3 萃取温度

在压力为10.3 MPa的条件下,研究了萃取温度60~190℃时对生油岩样品中氯仿沥青“A”的影响(图2)。随着萃取温度的升高,当达到180℃和190℃时,有黑色的碳化物质析出,因此没有对氯仿中的有机质进行定量。此外,根据文献[9]报道可知,烃源岩中生物标志物的热稳定性不高,温度较高时,易发生立体化学反应,导致相当一部分地球化学参数失去意义。基于这种考虑,应该尽量选择较低的萃取温度。鉴于温度对萃取率影响的结果,认为以110℃作为萃取温度最为合适。

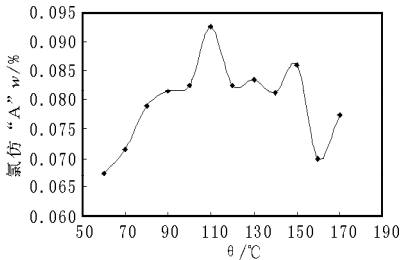


图2 不同温度下加速溶剂萃取的氯仿沥青“A”值
Fig.2 Results of chloroform bitumen “A” extracted with ASE under different temperatures

2.1.4 萃取压力

在温度为100℃的条件下,研究了萃取压力为3.5~20.7 MPa(500~3000 psi)时对生油岩样品中氯仿沥青“A”的影响(图3)。

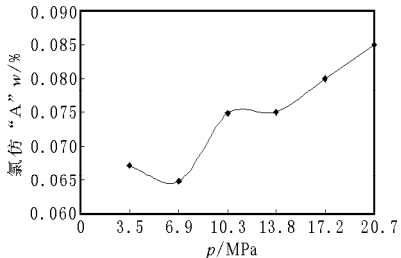


图3 不同压力下加速溶剂萃取所得的氯仿沥青“A”值
Fig.3 Results of chloroform bitumen “A” extracted with ASE under different pressures

根据美国戴安公司的TN208[4]文件,在仪器设计中,压力设置不是加速溶剂萃取技术中的必需

条件,只是为了在高压环境下使溶剂在高温下维持溶液状态。然而,实验结果表明,压力越大,萃取所得到的氯仿“*A*”越高。作者在实际操作中发现,仪器压力设置较大时,仪器实际压力比设定压力小 1.38 MPa (200 psi) 左右,并没有达到设置的压力值,但是仪器的萃取过程并没有因为压力没有达到设定值而中断。针对这一实际情况,考虑到仪器消耗的成本,对 ASE 200 加速溶剂萃取仪,认为选择 10.3 MPa 作为生油岩萃取的萃取压力条件值较为合适。

2.1.5 综合萃取条件

通过一系列萃取条件试验,基于上述所讨论的理由进行综合考虑,认为采用氯仿作为萃取溶剂,在样品与分散剂的分散比为 8 : 3 时,用加速溶剂萃取技术萃取烃源岩中氯仿沥青“*A*”,以选择在萃取温度 110 ℃、萃取池压力 10.3 MPa 的萃取条件下进行 2 次萃取循环为宜。

2.2 萃取的重现性

取约 8 g 生油岩样品,添加约 3 g Florisil 作为分散剂,按照拟定的萃取条件重复实验 10 次,结果列于表 2。从精密度数据分析,加速溶剂萃取技术的萃取条件由仪器控制,萃取环境比较稳定。平行实验的结果表明,加速溶剂萃取方法的重现性很好。针对所萃取的烃源岩样品,氯仿沥青“*A*” (%) 的波动区间是 0.074 ~ 0.080,相对标准偏差 (RSD) 为 2.6%。

表 2 加速溶剂萃取的重现性实验

Table 2 Analytical results of the repetition test for ASE

<i>m</i> /g 氯仿沥青“ <i>A</i> ”			<i>m</i> /g 氯仿沥青“ <i>A</i> ”		
烃源岩样品	萃取物	<i>w</i> /%	烃源岩样品	萃取物	<i>w</i> /%
8.01	0.0061	0.076	8.01	0.0060	0.075
7.99	0.0062	0.078	7.99	0.0059	0.074
8.00	0.0064	0.080	8.02	0.0062	0.077
8.00	0.0062	0.077	8.01	0.0060	0.075
7.99	0.0060	0.075	标准偏差	0.002	
7.99	0.0063	0.079	RSD/%	2.6	

2.3 萃取的回收率

加速溶剂萃取和索氏萃取的实验结果表明 (表 3),无论是加速溶剂萃取方法还是索氏萃取方法^[6,8],所得回收率都不高,且因样品中有机质含量不同而有所差异,介于 49% ~ 60%。可溶有机质含量高,回收率也较高。总体来讲,加速溶剂萃取的回收率比索氏萃取略低,两样品试验的结果表明,加速溶剂萃取的回收率分别为索氏萃取的 93% 和 94%。

可能是因为加速溶剂萃取的时间还是短了一些,极性大的非烃组分在样品上的解吸程度不够完全。

表 3 加速溶剂萃取和索氏萃取的回收率试验

Table 3 Recovery tests for ASE and Soxhlet extraction

样品编号	萃取方法	添加浓度 <i>w</i> _{添加} /%	氯仿沥青“ <i>A</i> ” <i>w</i> /%	回收率 <i>R</i> /%
1	ASE	2.933	1.646	56
	索提	2.933	1.751	60
2	ASE	0.510	0.250	49
	索提	0.510	0.264	52

2.4 分子地球化学参数

2.4.1 开链烷烃

加速溶剂萃取和索氏提取两种萃取方法所得的饱和烃^[7]的分布、质谱特征基本一致 (图 4),都具有均匀分布的正构烷烃的框架,碳数分布范围较宽为 *n*C₁₄ - *n*C₃₄,主峰碳为 *n*C₂₃。前者所得的 CPI (正构烷烃碳数优势指数)、OEP (正构烷烃碳数奇偶优势指数) (*n*C₂₁₋₂₅) 分别为 1.19、1.20;后者所得的 CPI、OEP (*n*C₂₁₋₂₅)、分别为 1.09、1.18 (表 4)。可见,依据这两种萃取技术获得的 CPI、OEP (*n*C₂₁₋₂₅) 大致相当。相应的烷烃 (包括正构烷烃、类异戊二烯烃),萜类 (包括二环倍半萜、三环萜烷、五环三萜烷),甾烷的峰形分布和质谱特征基本一致。表 4 表明,计算所得的姥鲛烷/植烷比值 (Pr/Ph)、姥鲛烷/正十七烷比值 (Pr/*n*C₁₇)、植烷/正十八烷比值 (Pr/*n*C₁₈),以及藿烷系列的立体化学异构化参数 Ts/Tm、C₂₉βα/C₂₉αβ、C₃₀βα/C₃₀αβ、C₃₁αβ [22S/22S + 22R] 也大致相当。

2.4.2 藿烷类

对于石油地球化学研究十分重要的一类化合物是五环三萜的藿烷类化合物^[10-11]。由于藿烷类化合物被广泛应用于石油勘探的油源对比、沉积环境、成熟度等一系列重要地球化学研究,在原油和烃源岩中检测和鉴定出的这类化合物数量迅速增加。天然产出的藿烷类化合物的前身物,通常具有 17β (H)、21β (H) 的立体化学特征,并且在 C - 22 位具有 R 构型。现代沉积物中所发现藿烷也具有类似的立体化学特征。藿烷的立体化学结构随着成熟度增加会发生变化,这种变化可用于石油勘探,为可能的生油岩和原油提供成熟度的信息。藿烷的特征离子碎片为 *m/z* 191。在 *m/z* 191 质量色谱图上可检测到一系列藿烷类化合物,其中 C₂₇藿烷的两个最重要的异构体就是 Tm (17α (H) - C₂₇藿烷) 和 Ts (18α (H) - C₂₇藿烷)。Tm 和 Ts 的相对浓度受物源和成

熟度的变化影响。因此,当原油生油岩的母质相同或者含有类似有机质类型时,Tm/Ts 可作为成熟度指标。此外,C₃₁αβ 藿烷的[22S/(22S + 22R)] 立体异构化参数值也是较好的成熟度指标。

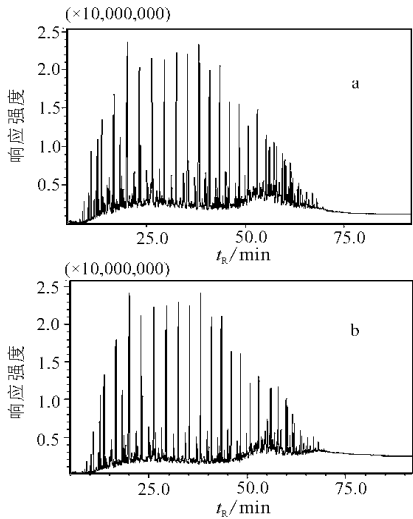


图4 东深1井烃源岩 ASE 萃取(a)和索氏抽提(b)产物饱和烃的总离子流图

Fig. 4 The total ion chromatograms of the aliphatic hydrocarbons of the extracts of Dongshen 1 source rock with ASE (a) and Soxhlet extraction (b)

表4 主要链烷烃地球化学参数对比

Table 4 Comparison of the main alkane geochemical parameters obtained with ASE and Soxhlet extraction

萃取方法	正烷烃碳数分布范围	主峰碳	Pr/Ph	Pr/nC ₁₇	Ph/nC ₁₈	CPI	OEP(nC ₂₁ ~ ₂₅)
ASE	nC ₁₃ ~nC ₃₄	nC ₂₃	4.41	1.51	0.32	1.19	1.20
索提	nC ₁₄ ~nC ₃₁	nC ₂₃	4.36	1.62	0.34	1.09	1.18

图5 是东深1井烃源岩的两种方法萃取物的m/z 191 质量色谱对比图,其藿烷谱峰鉴定结果见表5。表6 列出了东深1井样品用 ASE 和索氏萃取所得到的部分藿烷参数值。可以看出,两种萃取方法的 m/z 191 质量色谱图的分布相当一致,采用 ASE 和索氏萃取所得的藿烷参数基本一致。

2.4.3 甾烷类

甾烷被广泛应用于原油对比、母质类型和成熟度研究。活的生物体中没有检出甾烷。甾烷是进入到沉积物中的原始甾醇经过还原和热作用而形成的。研究甾烷化合物的丰度变化特征可获得有机物的输入类型和地质作用的信息。一般情况下,高含量的甾烷以及高的甾/藿比值(≥1)是主要来

源于浮游或底栖藻类生物的海相有机质的特征。相反,低含量甾烷和低的甾/藿比值主要指示陆源或微生物改造过的有机质。因此,甾/藿比值可在一定程度上作为烃源岩有机质输入的标志。

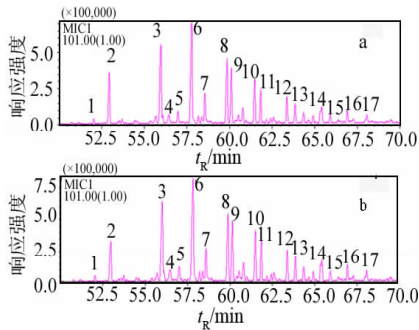


图5 东深1井烃源岩 ASE(a)和索提(b)m/z 191 质量色谱图

Fig. 5 The m/z 191 mass chromatograms of Dongshen 1 source rock extracts obtained with ASE (a) and Soxhlet extraction (b) 图中峰号对应表5中的峰号。

表5 东深1井烃源岩中的藿烷化合物鉴定

Table 5 The assignments of hopanes detected in Dongshen 1 source rock extract

峰号 ^①	分子式	相对分子质量	名称
1	C ₂₇ H ₄₆	370	18α(H) - 22, 29, 30 - 三降藿烷(Ts)
2	C ₂₇ H ₄₆	370	17α(H) - 22, 29, 30 - 三降藿烷(Tm)
3	C ₂₉ H ₅₀	398	17α(H), 21β(H) - 30 - 降藿烷
4	C ₃₀ H ₅₂	412	18α(H) - 藿烷
5	C ₂₉ H ₅₀	398	17β(H), 21α(H) - 降莫烷
6	C ₃₀ H ₅₂	412	17α(H), 21β(H) - 藿烷
7	C ₃₀ H ₅₂	412	17β(H), 21α(H) - 莫烷
8	C ₃₁ H ₅₄	426	22S - 17α(H), 21β(H) - 升藿烷
9	C ₃₁ H ₅₄	426	22R - 17α(H), 21β(H) - 升藿烷
10	C ₃₂ H ₅₆	440	22S - 17α(H), 21β(H) - 二升藿烷
11	C ₃₂ H ₅₆	440	22R - 17α(H), 21β(H) - 二升藿烷
12	C ₃₃ H ₅₈	454	22S - 17α(H), 21β(H) - 三升藿烷
13	C ₃₃ H ₅₈	454	22R - 17α(H), 21β(H) - 三升藿烷
14	C ₃₄ H ₆₀	468	22S - 17α(H), 21β(H) - 四升藿烷
15	C ₃₄ H ₆₀	468	22R - 17α(H), 21β(H) - 四升藿烷
16	C ₃₅ H ₆₂	482	22S - 17α(H), 21β(H) - 五升藿烷
17	C ₃₅ H ₆₂	482	22R - 17α(H), 21β(H) - 五升藿烷

① 峰号对应图5中峰号。

表6 ASE 萃取和索氏萃取的藿烷参数对比

Table 6 Comparison of the hopane parameters achieved with ASE and Soxhlet extraction

萃取方法	Ts/Tm	C ₂₉ βα/C ₂₉ αβ	C ₃₀ βα/C ₃₀ αβ	C ₃₁ αβ [22S/(22S + 22R)]
ASE	0.10	0.16	0.23	0.56
索氏提取	0.09	0.15	0.22	0.57

根据现代海相和陆相沉积物的研究成果,扩展性地提出了 $C_{27}-C_{28}-C_{29}$ 甾醇同系物作三角图来区分不同的生态系统。当前, $C_{27}-C_{28}-C_{29}$ 甾烷三角图常常被用来区分来自不同源岩的石油。

对于规则甾烷来说,最特征的质谱碎片离子是 m/z 217,因而可以用它来检测甾烷类化合物。图 6 为东深 1 井烃源岩用两种萃取方法分析得到的 m/z 217 质量色谱图。从图中可以看出,利用两种萃取方法得到的甾烷的分布大致一致,其相应的化合物鉴定结果列于表 7。

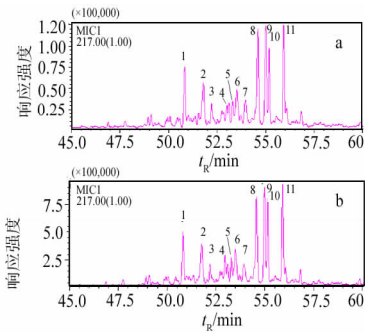


图 6 东深 1 井烃源岩 ASE(a)和索提(b) m/z 217 质量色谱图
Fig. 6 The m/z 217 mass chromatograms of Dongshen 1 source rock extracts obtained with ASE (a) and Soxhlet extraction (b)
图中峰号对应表 6 中的峰号。

表 7 东深 1 井烃源岩中的甾烷化合物鉴定
Table 7 The assignment of steranes in the extract of Dongshen 1 source rock

峰号 ^①	碳数	名称
1	C_{29}	未知甾烷
2	C_{29}	未知甾烷
3	C_{29}	未知甾烷
4	C_{28}	20S-24-甲基-5 α (H),14 α (H),17 α (H)-胆甾烷
5	C_{28}	20R-24-甲基-5 α (H),14 β (H),17 β (H)-胆甾烷
6	C_{28}	20S-24-甲基-5 α (H),14 β (H),17 β (H)-胆甾烷
7	C_{28}	20R-24-甲基-5 α (H),14 α (H),17 α (H)-胆甾烷
8	C_{29}	20S-24-乙基-5 α (H),14 α (H),17 α (H)-胆甾烷
9	C_{29}	20R-24-乙基-5 α (H),14 β (H),17 β (H)-胆甾烷
10	C_{29}	20S-24-乙基-5 α (H),14 β (H),17 β (H)-胆甾烷
11	C_{29}	20R-24-乙基-5 α (H),14 α (H),17 α (H)-胆甾烷

① 峰号对应图 6 中峰号。

2.4.4 芳烃类

在烃源岩中含有丰富的芳烃化合物^[8,10-11]。主要有萘系列、联苯系列、氧茚系列、茚系列、菲系列、蒽系列、苯并荧蒹、苯并芘系列。地质体中的芳香烃类化合物可以提供大量非常有用的地球化学信息,也是有机地球化学的主要研究内容之一。

图 7 对用 ASE 萃取和索氏抽提所检出的各个芳烃组分系列的 GC-MS 分析结果进行对比。

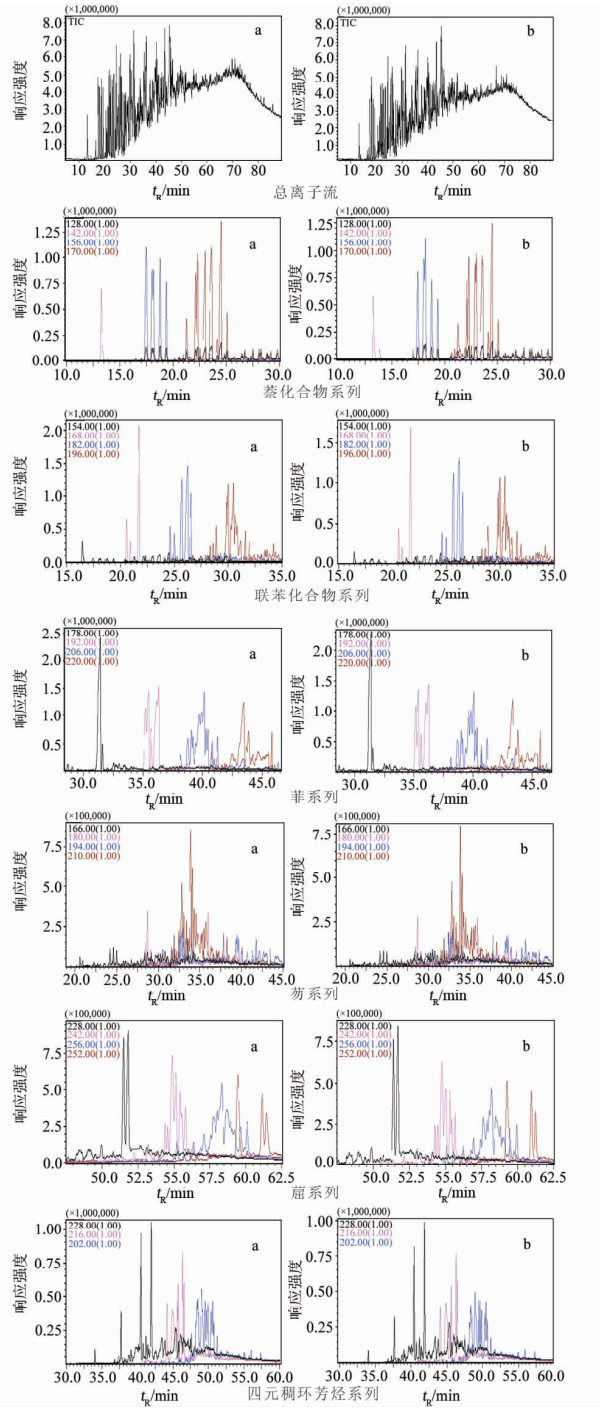


图 7 东深 1 井烃源岩 ASE 萃取(a)和索氏抽提(b)产物各芳烃化合物系列分布对比
Fig. 7 Comparison of the distribution pattern of 4-ring polycyclic aromatic hydrocarbons of Dongshen 1 source rock extracts obtained with ASE (a) and Soxhlet extraction (b)

加速溶剂萃取和索氏抽提这两种萃取方法所得的芳香烃的分布、质谱特征基本一致。相应的萘系

列、联苯系列、菲系列、芴系列、蒽系列、蒹葭和茈系列等的相对丰度、色谱-质谱特征、有机地化参数指标结果均与经典的索氏抽提的结果一致。其中,甲基菲指数 MPR、MPI₁、MPI₂ 的差值分别为 0.18、0.02、0.02,甲基菲比值 MPI₃ 的差值为 0.03(表 8)。

表 8 ASE 萃取与索氏抽提萃取物非成熟度指数对比
Table 8 Comparison of the methylphenanthrene index obtained using ASE and Soxhlet extraction

萃取方法	MPR	MPI ₁	MPI ₂	MPI ₃
ASE	1.03	0.63	0.65	0.87
索氏提取	0.85	0.65	0.67	0.84

3 结语

加速溶剂萃取技术提取烃源岩中的氯仿沥青“**A**”的效果与经典索氏抽提相当,具有很好的可比性。用加速溶剂萃取技术所取得的烷烃(包括正构烷烃、类异戊二烯烃),藿烷,芳烃系列化合物(包括萘系列、联苯系列、菲系列、芴系列、蒽系列、蒹葭和茈系列)等的相对丰度、色谱-质谱特征、有机地化参数指标结果均与经典的索氏抽提的结果一致,说明加速溶剂萃取技术完全可用于有机地球化学研究中各类烃类分子标志物的分析检测工作。

此外,与索氏抽提相比,加速溶剂萃取技术具有明显的优势和广阔的应用发展前景。加速溶剂萃取技术的重现性好,所得氯仿沥青“**A**”的相对标

准偏差(RSD)仅为 2.6%。加速溶剂萃取方法还具有自动化程度高、速度快,操作简单、便捷,环保,安全,溶剂消耗少等优点。

4 参考文献

[1] Richter B E, Brian A, Bruce E. Accelerated Solvent Extraction: A technique for sample preparation[J]. *Analytical Chemistry*,1996,68:1033-1039.

[2] 刘静. ASE 快速溶剂萃取技术——解决您化学实验样品前处理的最新技术[J]. *检验检疫科学*,2003,13(2):58.

[3] 牟世芬,刘勇建. 加速溶剂萃取的原理及应用[J]. *现代科学仪器*,2001(3):18-20.

[4] DIONEX. Methods Optimization in Accelerated Solvent Extraction (ASE®)[Z]. TN208.

[5] Method 3545, Test Methods for Evaluating Solid Waste [S]. USEPASW-846. 3rd ed. Update III, USA: Washington D C,1995.

[6] SY/T 5118—1995,岩石氯仿沥青的测定脂肪抽提器法[S].

[7] SY/T 5117—1995,岩石可溶有机物和原油族组分柱层析分析方法[S].

[8] GB/T 18606—2001,气相色谱-质谱法测定沉积物和原油中生物标志物[S].

[9] Pitzer K S, Mayorga G. Thermodynamics [M]. 2nd edition. New York:Mc Graw-Hill,1961;Chaper 18.

[10] 王培荣. 生物标志物质量色谱图集[M]. 北京:石油工业出版社,1993:6-30.

[11] 彼得斯 K E,莫尔多万 J M. 生物标记化合物指南[M]. 姜乃煌,译. 北京:石油工业出版社,1995:93-150.

中文核心期刊
CODEN: YACEEK

《岩 矿 测 试》

ISSN 0254-5357
CN 11-2131/TD

欢迎订阅

欢迎投稿

承接广告

《岩矿测试》是中国地质学会岩矿测试专业委员会和国家地质实验测试中心共同主办的分析测试技术科技期刊。国际标准刊号:ISSN 0254-5357;国际刊名代码 CODEN:YACEEK;国内统一刊号:CN 11-2131/TD。

《岩矿测试》的宗旨是突出服务于地球科学和地质找矿事业以及促进岩矿测试技术的发展;根据国家地质工作的重点由单一资源向资源环境并重的转变,《岩矿测试》的内容有所拓宽,主要报道国内与分析科学、资源环境、地球科学相关的新技术、新方法、新理论和新设备等研究成果、动态、评述及相关实践经验。

《岩矿测试》于 1982 年创刊,国内外公开发行。近年来刊物地位不断提高,是中文核心期刊,中国科技核心期刊,中国期刊方阵双效期刊,中国科技论文统计源期刊,美国《化学文摘》、美国《剑桥科学文摘》、英国《分析文摘》、俄罗斯《文摘杂志》等数据库收录期刊。曾先后被评为国家、原地矿部、北京市、中国科协的优秀科技刊物。适合于地质、冶金、环保、石油、化工、煤炭等部门从事分析测试的科技工作者及大专院校分析化学、环境资源、地球科学等相关专业的师生阅读。

《岩矿测试》为双月刊,大 16 开版本,逢双月出版;国内邮发代号 2-313;国际书店发行代号 BM4089;广告经营许可证:京西工商广字第 0227 号;定价 10.00 元/本,全年 60.00 元。漏订的读者可直接与编辑部联系。

《岩矿测试》编辑部地址:北京西城区百万庄大街 26 号 国家地质实验测试中心(邮政编码 100037)
电话:010-68999562;68999563 传真:010-68999563 E-mail: ykcs_zazhi@163.com; ykcs_zazhi@sina.com
《岩矿测试》网站: http://www.ykcs.ac.cn(在线投稿)