

SY

中华人民共和国石油天然气行业标准

SY/T 5245—91

---

岩石及原油的孢粉分析方法

1991—07—19 发布

1991—11—01 实施

---

中华人民共和国能源部

发 布

## 岩石及原油的孢粉分析方法

---

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了从岩石、原油样品中分离、富集孢粉型化石的步骤和方法。

本标准适用于野外露头、钻井取心、岩屑、井壁取心等岩样和原油样的孢粉分析。

### 2 方法概要

岩石及原油样品经物理、化学方法处理，使孢粉化石与岩石及原油分开，经重液浮选分离、富集，制片。处理流程如图1所示。

### 3 化学试剂、设备与器材

#### 3.1 化学试剂

- a. 盐酸：分析纯；
- b. 氢氟酸：分析纯；
- c. 硝酸：分析纯；
- d. 发烟硝酸：分析纯；
- e. 冰乙酸：分析纯；
- f. 乙酸酐：分析纯；
- g. 过氧化氢：分析纯；
- h. 氯酸钾：分析纯；
- i. 无水碳酸钠：分析纯；
- j. 氢氧化钾：分析纯；
- k. 氨水：分析纯；
- l. 碘化钾：分析纯；
- m. 碘氢酸：分析纯；
- n. 无砷锌：分析纯；
- o. 氯化锌：分析纯；
- p. 动物胶；
- q. 二羟乙基纤维素；
- r. 优波尔胶；

- s. 丙三醇：分析纯；
- t. 中性树胶；
- u. 无水乙醇：分析纯；
- v. 二甲苯：分析纯；
- w. 苯酚：分析纯；
- x. 焦磷酸钠：分析纯；
- y. 三氯甲烷：分析纯；
- z. 无铅汽油。

### 3.2 设备与器材

- a. 生物显微镜：双目， $\times 100$  至  $\times 1500$ ；
- b. 撞击式岩石粉碎机；
- c. 离心机：500~4000r/min；
- d. 低温离心机：3000~6000r/min；
- e. 真空泵：60l/min；
- f. 电炉：1000~2000W；
- g. 搅拌加热器：80~320℃；搅拌速度：100~1500r/min；
- h. 旋涡式混合器：转速 2000r/min；
- i. 恒温玻片加热器：室温~65℃；
- j. 药物天平：感量 10mg；
- k. 陶瓷蒸发皿：3000~5000ml；
- l. 密度计：1.4~2.5g/cm<sup>3</sup>；
- m. 玻璃烧杯：100~3000ml；
- n. 离心管：玻璃或尼龙制品；
- o. 砂心漏斗：100mm；孔径 10~15  $\mu\text{m}$ ；
- p. 底样瓶；
- q. 载玻片：d, mm:1~1.2, 一级品；
- r. 盖玻片：d, mm:0.15~0.18；L**×**b, mm:18**×**18, 20**×**20, 22**×**22；
- s. 粗细玻璃棒及聚四氟乙烯棒；
- t. 聚四氟乙烯烧杯：500~1000ml；
- u. 标准筛：0.15~5mm；
- v. 尼龙筛：孔径 10~150  $\mu\text{m}$ ；
- w. 定性滤纸；
- x. 眼用镊：弯唇头齿；
- y. 狼毫须眉笔；
- z. 防护面具及防护眼镜。

## 4 样品的采集

### 4.1 采样要求

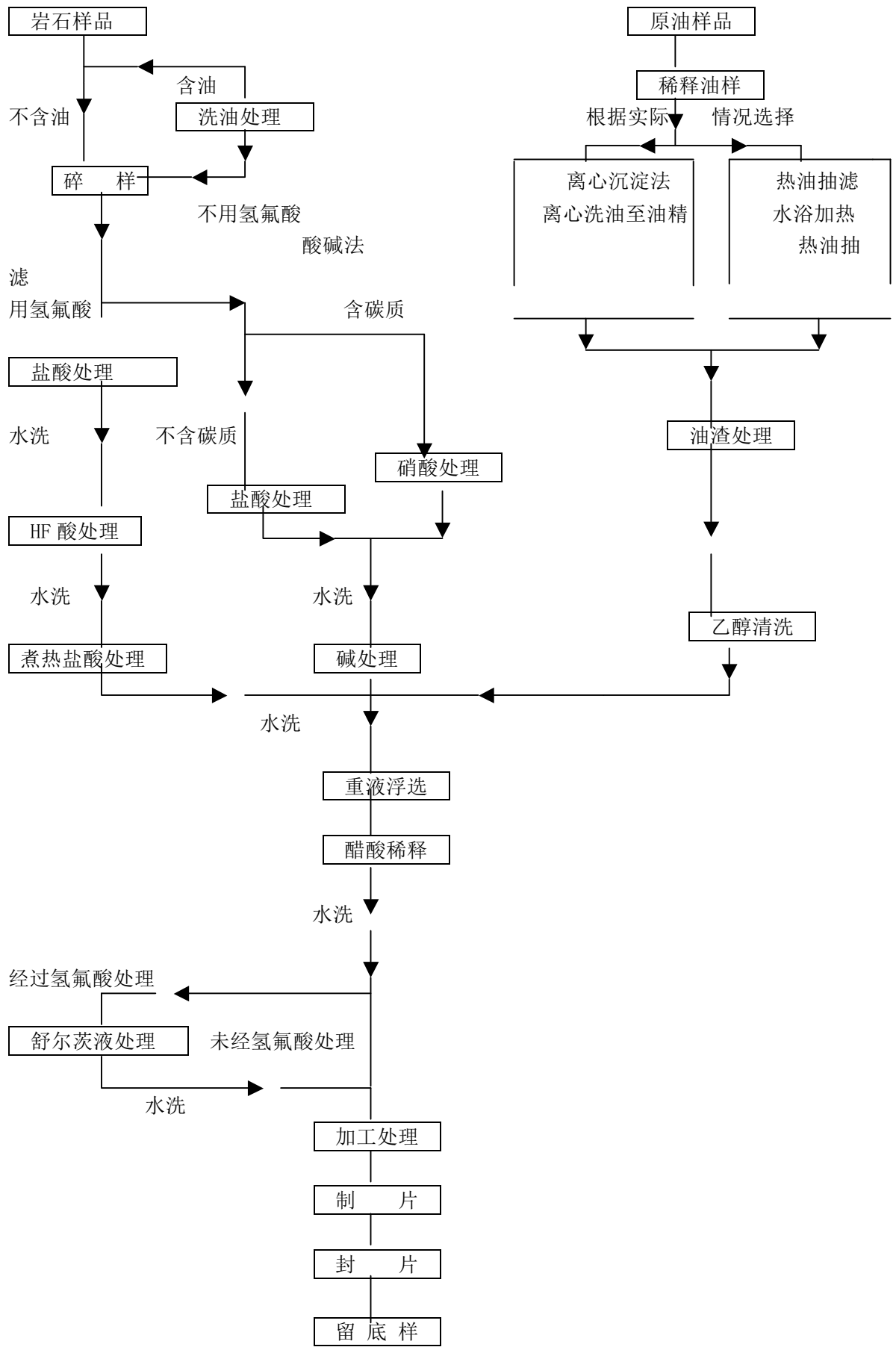


图1 岩石及原油样品孢粉分析流程图

- 4.1.1 所选样品应有代表性，露头应采新鲜面，岩心应采无污染的部分。
- 4.1.2 采样由剖面负责人和分析人分别进行选择 and 记录。
- 4.1.3 记录样品的井名、深度、岩性、层位、编号及采用的分析方法，并填写鉴定人和分析人的姓名、取样日期。
- 4.2 室外采样
  - 4.2.1 野外露头和岩心（包括井壁取心）应按地层顺序逐层采集，每块样品取 200g。
  - 4.2.2 岩屑样品一般间隔 5~20m 取一包，每份样品挑选后重量不应小于 20g。
  - 4.2.3 原油样品应由井口采集并密封，每个样重 5kg，并填写标签。
  - 4.2.4 按 4.1 条，用铅笔记录。
- 4.3 室内采样
  - 4.3.1 露头或岩心、岩屑样品碎样前要清洗，除去被污染部分。整块岩样敲碎后取不同部位的碎块，按顺序将样品放入已编号的烧杯中。
  - 4.3.2 原油样品称取 3 份，每份重 1000~1500g，分别放入已编号的玻璃烧杯中。
  - 4.3.3 按 4.1 条记录。
  - 4.3.4 保存好剩余的样品，以备复查或重新分析。

## 5 样品的粉碎与称量

- 5.1 坚硬的岩样用撞击式粉碎机粉碎，或人工碎样。泥质岩、砂岩粉碎至粒径为 0.45~0.6cm 的颗粒，煤样敲成碎片；灰岩敲成 1~2cm 的小块；胶结疏松的样品不粉碎，直接处理。
- 5.2 黑灰色泥岩、灰绿色泥岩称 20~30g；煤、碳质页岩称 5~10g；粉砂岩称 30~40g；砂岩、灰岩、白云岩、石膏和红色泥岩称 50~100g。

## 6 处理方法

- 6.1 变质岩、胶结致密的砂岩和红色泥岩用氢氟酸处理。
- 6.2 暗色泥岩、油页岩、膏岩、灰岩用盐酸、碱处理。
- 6.3 煤、碳质泥、页岩用硝酸、碱处理。
- 6.4 含油样品先洗油后处理。
- 6.5 原油样品用汽油、三氯甲烷等有机溶剂处理。
- 6.6 胶结疏松的岩样直接水煮。

## 7 处理程序

### 7.1 氢氟酸处理方法

- 7.1.1 盐酸处理及水洗
  - 7.1.1.1 在盛有样品的烧杯中，徐徐加入 15~20% 的盐酸溶液，充分搅拌，至不再起泡。
  - 7.1.1.2 烧杯中加满清水，静置 3~4h，倒出清液，洗至中性。

## 7.1.2 氢氟酸处理及水洗

7.1.2.1 将水洗后的样品移于塑料容器中，除去水分，徐徐加入少量氢氟酸，充分搅拌，反应剧烈的样品再加入 100~200ml；放置 12h 以上或水浴加热 0.5h，勤搅拌。

7.1.2.2 水洗，步骤同 7.1.1.2 条。

## 7.1.3 热盐酸处理及水洗

7.1.3.1 水洗后的样品移回玻璃烧杯中，除去水分，加入浓盐酸 60~100ml，在电炉上加热，至样品漂浮或液体澄清。

7.1.3.2 水洗，步骤同 7.1.1.2 条。

## 7.2 盐酸、碱处理方法

### 7.2.1 盐酸处理及水洗

#### 7.2.1.1 盐酸处理

方法同 7.1.1.1 条。特殊岩性如白云岩、白云质灰岩用 15% 的热盐酸处理。膏岩用 15% 的盐酸煮沸，至石膏完全溶解。盐岩先用热水浸泡，去盐后再用盐酸处理。

7.2.1.2 水洗，步骤同 7.1.1.2 条。

### 7.2.2 碱处理及水洗

7.2.2.1 缓缓倒出清液，加入 5~10% 的碳酸钠或氢氧化钾溶液 30~40ml，充分搅拌，浸泡 20min。

7.2.2.2 水洗、步骤同 7.1.1.2 条。

## 7.3 硝酸、碱处理方法

### 7.3.1 硝酸处理及水洗

7.3.1.1 煤、碳质泥、页岩碎样后加入少量水浸湿，再缓缓加入发烟硝酸，充分搅拌，并随时镜检，至大部分岩样中的炭片呈褐色为止。

7.3.1.2 水洗，步骤同 7.1.1.2 条。

7.3.2 碱处理及水洗，步骤同 7.2.2 条。

## 7.4 含油岩样的处理方法

含油岩样敲成碎块后，用滤纸包扎、铅笔写上样品编号，放入脂肪抽提器中洗油。样品处理方法可根据岩性选择。

## 7.5 原油样品处理方法

### 7.5.1 分离油渣

#### 7.5.1.1 稀释

在每个盛有油样的容器中加入油样体积 3~4 倍的无铅汽油，充分搅拌，至无块状物。根据油样的性质选择以下分离方法。

#### 7.5.1.2 热油抽滤

将盛稀释油样的容器置 70~80℃ 水浴中，经虹吸流入垫有滤纸的砂心漏斗内，真空抽滤如图 2 所示。

#### 7.5.1.3 离心沉淀

稀释过的油样静置 48h 以上，倒出清液，剩余部分加少许汽油用低温离心 15~20min，转速 3000r/min。

### 7.5.2 油渣的处理

7.5.2.1 将滤纸上或离心管内的油渣用三氯甲烷洗入广口瓶内，并加入样品体积 3~4 倍的三氯甲

烷

盖紧盖子在搅拌器上加热至 80℃ 并搅拌 20min, 静置 6h, 反复操作多次, 直至溶液澄清。

7.5.2.2 将残留物移入离心管内, 用乙醇离心洗涤 2~3 次。

## 7.6 重液浮选

7.6.1 将上述各种方法处理过的样品移至离心管中以 2000r/min 的转速, 离心 3~5min, 除去水分。

7.6.2 加入样品体积 2~3 倍、相对密度为 2.05~2.3 的重液(配制方法见附录 A1), 充分混合后, 以 2000r/min 的转速, 离心 5~15min, 倒出或吸出上部漂浮的样品于同一编号的烧杯中。

7.6.3 二次浮选, 用相对密度为 1.95~2.0 的重液, 步骤同 7.6.2 条。

7.6.4 在浮出的样品中加入样品体积 3~4 倍 1% 的乙酸溶液, 充分搅拌, 静置 8~12h。

7.6.5 徐徐倒出清液, 将沉淀样品移入 10ml 离心管中离心 3~5min, 转速 2000r/min, 水洗至中性, 将离心管倒置控干。

## 7.7 制参考片

有孢粉化石的研究样品须制 2 片参考片, 若制固定片, 方法见 7.9 条。

## 7.8 底样的加工处理

### 7.8.1 舒尔茨 (Schulze) 液氧化处理

经氢氟酸处理的样品中, 若含大量炭屑或化石表面黑暗的样品用舒尔茨液(配制方法见附录 A2) 处理。加入与样品等量的舒尔茨液, 充分搅拌, 放在 80℃ 的水浴中加热, 至样品变为棕色时, 停止加热, 离心水洗至中性。

### 7.8.2 过氧化氢氧化处理

加入样品体积 2~3 倍的 15~20% 的过氧化氢溶液, 搅拌均匀后水浴加热, 至不起泡时, 离心水洗至中性。要随时镜检, 以免氧化过度。

### 7.8.3 氨水处理

经氢氟酸方法处理的样品, 当化石纹饰不清时, 可在试管中加入 10% 的氨水(配制方法见附录 A5), 在 80℃ 的水浴中加热 3~5min, 离心水洗至中性。

### 7.8.4 氢氟酸净化处

7.8.4.1 用酸碱法分析的样品中若含有与孢粉大小相近的杂质颗粒时, 在重液浮选之后, 将样品移至

塑料离心管中离心 3~5min, 转速 2000r/min, 倒掉清液, 加入样品体积 2~3 倍的氢氟酸, 搅匀, 放置 12h 或水浴加热 3~10min, 水洗至中性。

7.8.4.2 将样品移回玻璃试管中, 加入样品体积 2~3 倍的浓盐酸, 水浴加热 3~5min, 离心水洗至

中性。

### 7.8.5 筛选法

根据化石及杂质颗粒的大小差异, 选择适当孔径的尼龙筛或不锈钢筛(孔径 5~200 μm) 过筛。过筛后的杂质须镜检, 完全不含化石才可丢弃。

### 7.8.6 控制离心法

用于清除微细杂质。将 1:2 的丙三醇和水的混合液加入离心管中, 搅匀, 离心 20~50S, 转速 800~1000r/min。若悬浮液中含化石, 可延长离心时间, 无化石可倒掉悬浮液。重复上述操作至洗净。

### 7.8.7 淘洗法

7.8.7.1 用于去除有机杂质碎片及重颗粒。将样品用水冲入表面皿中，加入 1~2 滴 1%的焦磷酸钠溶

液，放在光滑桌面上推动表面皿旋转，或者手持表面皿，并使其与桌面接触，保持水平，圆周转动表面皿。

7.8.7.2 停止转动后，待大颗粒杂质回到中心并沉入水底后，用吸管吸出悬浮在水中的样品，再加水反复淘洗多次。

7.8.7.3 取底部较重的杂质镜检，若无化石可丢弃，若含化石，重复上述操作过程，至化石全部浮出。

#### 7.8.8 重液浮选净化

若样品中含有大量炭块，可加入样品体积 2~3 倍密度为 1.3~1.9 的重液，搅匀后，离心 1~2min，转速 1000r/min，吸出漂浮的样品。须随时镜检，以确定重液密度。反复离心多次至无漂浮物止。吸出的样品用乙酸溶液稀释，重新富集于离心管中。

#### 7.8.9 纤维质的处理

含有纤维质的样品用 1%的乙酸溶液清洗 1 遍，再加入 1:9 的浓硫酸和乙酸酐的混合液，水浴加热 1~5min 后，用稀乙酸清洗，再水洗至中性。

### 7.9 制固定片

#### 7.9.1 甘油胶制片

7.9.1.1 载片上的井名、井深、玻片号书写规整无误。

7.9.1.2 在盛有样品的试管中滴 1~3 滴丙三醇，使二者均匀混合。

7.9.1.3 将水浴加热的甘油胶（配制方法见附录 A4）滴 1 滴于载片上，用玻璃棒蘸取少许样品，点于胶上，在酒精灯上加热溶化后，用玻璃棒或牙签搅匀，将稍加温的盖片平整地盖在样品上，轻压盖片，使样品均匀充满。

7.9.1.4 每个样品制 4~6 盖片，并按顺序倒置于玻片盒中，待冷却后便可观察。

#### 7.9.2 优波胶制片

7.9.2.1 滴 1~2 滴二羟乙基纤维素水溶液（配制方法见附录 A3）及样品于盖片上，搅匀，均匀涂在盖片上，距边 1mm，在 50~60℃的加热器上加热干燥。

7.9.2.2 在写好井名、井深及片号的载片上，滴 1 滴优波胶，将盖片翻盖于载片上，轻压盖片，至胶均匀充满，按顺序平放于玻片盒中，待胶硬化后观察鉴定。

### 7.10 封片

7.10.1 甘油胶制的玻片可用中性树胶封固。刮去盖片周围的甘油胶，用棉球蘸取无水乙醇擦净。

7.10.2 用狼毫须眉笔蘸中性树胶涂于盖片四周和玻片编号上。

#### 7.11 底样保存

含化石的样品移至底样瓶中，加防腐剂密封保存。底样瓶上注明井名、井深及编号。

## 8 质量要求

8.1 分析过程中一切器皿要清洁无尘。

8.2 回收过滤后的重液（重液回收方法见附录 A6）不得含化石。



8.3 经处理后的样品，化石应与残留的杂质分开。

8.4 制的玻片不宜太厚，镜下观察无双层化石，盖片放置准确，粘片胶及化石均匀充满整个盖片，无气泡。

8.5 底样处理水洗充分，不留酸碱。

8.6 封片严密、整齐，胶在载玻片上占的宽度不能窄于 1mm，在盖片上的宽度不能宽于 0.8mm，胶厚适中、均匀。

8.7 化石含量误差要求见表 1。

表 1

单位：

%

孢粉含量值	误差范围
> 60	< 15
≥ 30	< 10
≥ 10	< 3

## 附 录 A

### 试 剂 的 配 制

(补 充 件)

#### A1 重液的配制

##### A1.1 碘化锌重液的配制

先将 145g 锌粒倒入蒸发皿内, 慢慢加入 656ml 碘氢酸, 使其充分反应, 待反应停止后加入 644g 碘化钾, 充分搅拌, 完全溶解后, 静置 12h(放入通风柜中, 严禁明火), 液体变为无色透明时, 加热蒸发到所需相对密度(浮选孢粉化石重液相对密度为 2.05~2.3; 净化炭片重液相对密度为 1.3~1.9)。冷却后经双层滤纸过滤到棕色瓶内保存。

##### A1.2 氯化锌重液的配制

先将 500g 氯化锌倒入 1000ml 的玻璃烧杯中, 加入 150ml 的蒸馏水, 放在搅拌器上搅拌, 待氯化锌完全溶解后加入 180g 的碘化钾, 继续搅拌, 直到碘化钾完全溶解, 浮选孢粉化石重液相对密度为 2.05~2.3; 浮选炭片重液相对密度为 1.3~1.9。经双层滤纸过滤到棕色瓶内保存。

#### A2 舒尔茨 (Schulze) 液的配制

在 300ml 的蒸馏水中加入 30g 的氯酸钾, 搅拌溶解后, 再慢慢倒入 600ml 浓硝酸, 搅匀。

#### A3 2%二羟乙基纤维素水溶液的配制

将一定量的二羟乙基纤维素加适量的甲醇覆盖, 再加定量的蒸馏水, 温热搅拌, 直至甲醇挥发完为止。

#### A4 甘油胶的配制

将 25g 动物胶粉放入盛有 60ml 蒸馏水的烧杯中, 水浴加热, 溶解后加入 75ml 丙三醇和 5ml 苯酚, 混合均匀, 继续加热, 至胶体透明无气泡时, 用定性滤纸过滤。

注: 动物胶粉与丙三醇的比例可以根据南北方的气候适当改变。

#### A5 氨水溶液的配制

将氨水与蒸馏水按 2:5 的比例混合。

## A6 重液回收

将用过的碘化锌重液比双层纸过滤两遍，倒入蒸发皿中，加少许无砷锌，加热蒸发至所需要的相对密度。冷却后，过滤到棕色瓶中保存。

---

### 附加说明：

本标准由石油地质专业标准化委员会提出并归口。

本标准由胜利石油管理局地质科学研究院负责起草。

本标准主要起草人 秦 俭、范乃敏、杨育梅。