

Rock-Evalmetingen

Een Rock-Eval is een door het Institut Francais de Pétrole ontwikkeld apparaat waarmee standaardmetingen aan (bulk) organisch materiaal in sediment worden uitgevoerd. Uit de metingen wordt informatie afgeleid over het type organisch materiaal, de inkolingsgraad en over het potentieel van het sediment om olie of gas te genereren. De informatie wordt onder meer gebruikt in de olie- en gasexploratie voor de reconstructie van de temperatuurgeschiedenis van sedimentaire bekken.

Metingen

S1	hoeveelheid vrije koolwaterstoffen (gas + olie), in mg/g gesteente
S2	hoeveelheid thermisch gegenereerde (gekraakte) koolwaterstoffen, in mg/g gesteente
S3	hoeveelheid gegenereerd CO ₂ tijdens de pyrolyse van het monster, in mg/g gesteente
S4	hoeveelheid gegenereerd CO ₂ tijdens de oxidatie van het monster, in mg/g gesteente
Tmax	Temperatuur in °C, waarop bij het kraken de grootste hoeveelheid koolwaterstoffen vrijkomt
PI	Production Index; $PI = S1/(S1+S2)$
PC	hoeveelheid pyrolyseerbare koolstof
RC	hoeveelheid koolstof die na pyrolyse in het sediment overblijft
HI	Hydrogen Index in mg/g gesteente, $HI = (S2*100)/TOC$
OI	Oxygen Index in mg/g gesteente, $OI = (S3*100)/TOC$
TOC	Total Organic Carbon, $TOC(\%) = PC + RC$
MinC	Mineral Carbon, de hoeveelheid C die in mineralen vastligt

Beschrijving van analysemethode

Het monster wordt volgens een vastgelegd temperatuurprogramma (300°C, 3 min. const. => met 25°C/min. naar 650°C) gepyrolyseerd en aansluitend in een tweede oven geoxideerd (300°C, 3 min. const. => met 20°C/min. naar 850°C). Vrijkomende koolwaterstoffen worden met behulp van een Vlam Ionisatie Detector (FID) gemeten en vormen de zogenoemde S1- en S2-piek. Verder wordt tijdens de pyrolyse met behulp van een Infrarood (IR) cel het gegenereerde CO en CO₂ gemeten. Dit geeft informatie over de oxidatiestatus van het organische materiaal. Tijdens de oxidatie wordt CO en CO₂ gemeten en dat levert informatie over de TOC en MinC.

Kwaliteit

Voor het beoordelen van de betrouwbaarheid van de metingen wordt het volgende opgemerkt: Rock-Eval data zijn niet betrouwbaar, wanneer de TOC waarde minder is dan 0,5 %. De Tmax waarde is onbetrouwbaar, wanneer de S2 piek te laag is.

Vitrinietreflectiemetingen

De microscopisch, onder opvallend licht, herkenbare bestanddelen van het organisch materiaal in een sedimentair gesteente worden maceralen genoemd. Vitriniet is de naam van een groep van maceralen die voornamelijk zijn ontstaan uit terrestrische plantenmateriaal.

Als een sedimentair gesteente in de loop van de geologische tijd dieper in de aardkorst komt te liggen verandert de chemische samenstelling van het organisch materiaal geleidelijk onder invloed van temperatuur, druk en tijd. Het zuurstof- en waterstofgehalte nemen af en het koolstofgehalte neemt toe. Dit proces wordt inkoling genoemd en de inkolingsgraad is een maat voor de verandering die het organisch materiaal heeft ondergaan. Door de hoeveelheid licht te meten die door het vitriniet wordt teruggekaatst, de vitrinietreflectie (VR), kan de inkolingsgraad worden bepaald. Hoe hoger de inkoling, hoe hoger de vitrinietreflectie.

De vitrinietreflectiemeting wordt op het maceraal colloteliniet uitgevoerd. De identificatie van dit maceraal vereist kennis en ervaring. Sinds 1998 nemen de analisten van TNO-NITG deel aan een accreditatieprogramma van [International Committee for Coal and Organic Petrology \(ICCP\)](#).

Metingen

VR random mean gemiddelde vitrinietreflectie bij willekeurige oriëntatie

VR std mean random standaard deviatie van de gemiddelde vitrinietreflectie bij willekeurige oriëntatie

VR max mean gemiddelde maximum vitrinietreflectie

VR std max mean standaard deviatie van de gemiddelde maximum vitrinietreflectie

N aantal metingen

Kwaliteit

Voor het beoordelen van de betrouwbaarheid van de metingen, wordt in een code vastgelegd of bepaalde eigenschappen van het vitriniet de meting kunnen hebben beïnvloed. Er worden drie eigenschappen beoordeeld:

Parameter 1 IDENTIFICATIE VITRINIET: kool of dispers materiaal, duidelijke identificatie van de maceralen mogelijk

Parameter 2 PARTIKEL GROOTTE: past de meetspot goed/ makkelijk op het colloteliniet partikel

Parameter 3 KWALITEIT VAN HET OPPERVLAK VAN DE PARTIKELS: beoordeling van het meetveld (3 * diam. meetspot) m.b.t. krassen, mineralen, relief, oxidatie

Er zijn twee oordelen mogelijk:

+ heeft invloed op de meting

0 heeft geen invloed op de meting

De hoogste kwaliteit wordt door de code 000 beschreven.

Literatuur

ISO/DIS 7404/1: Methods for the petrographic analysis of bituminous coal and anthracite - Part 1: Glossary of terms relating to the petrographic analysis of bituminous coal and anthracite.

ISO/DIS 7404/2: Methods for the petrographic analysis of bituminous coal and anthracite - Part 5: Method of determining microscopically the reflectance of vitrinite International Committee for Coal and organic Petrology (ICCP) Accreditation Exercise Methodology.

Vitrinite Classification, ICCP System 1994, International Committee for Coal and organic Petrology Aachen 1995.

Rock-Eval measurements

A Rock-Eval is a device developed by the Institut Francais de Pétrole to perform standard measurements on (bulk) organic material in sediment. From these measurements information can be derived about the type of organic material, the degree of coalification and the potential of the sediment for oil or gas generation. The information is used in oil and gas exploration for the reconstruction of the temperature history of sedimentary basins.

Measurements

S1	quantity of free hydrocarbons (gas + oil), in mg/g of rock
S2	quantity of thermally generated (cracked) hydrocarbons, in mg/g of rock
S3	quantity of CO ₂ generated during pyrolysis of the sample, in mg/g of rock
S4	quantity of CO ₂ generated during oxidation of the sample, in mg/g of rock
Tmax	Temperature in °C, at which the largest quantity of hydrocarbons is released upon cracking
PI	Production Index; $PI = S1/(S1+S2)$
PC	quantity of carbon that can be pyrolysed
RC	quantity of carbon that remains in the sediment following pyrolysis
HI	Hydrogen Index in mg/g of rock, $HI = (S2*100)/TOC$
OI	Oxygen Index in mg/g of rock, $OI = (S3*100)/TOC$
TOC	Total Organic Carbon, $TOC(\%) = PC + RC$
MinC	Mineral Carbon, the quantity of C contained in minerals

Description of the method of analysis

The sample is pyrolysed according to a set temperature programme (300°C, 3 min. const. => with 25°C/min. to 650°C) and subsequently oxidised in a second furnace (300°C, 3 min. const. => with 20°C/min. to 850°C). Hydrocarbons that are released are measured using a Flame Ionisation Detector (FID) and form the so-called S1 and S2 peak. In addition, the CO and CO₂ generated are measured during the pyrolysis using an Infrared (IR) cell. This provides information on the oxidation status of the organic material. CO and CO₂ are measured during the oxidation and that provides information on the TOC and MinC.

Quality

In assessing the reliability of the measurements, it is noted that Rock-Eval data are not reliable if the TOC value is less than 0,5%. The Tmax value is unreliable if the S2 peak is too low.

Vitrinite reflectance measurements

The elements of the organic material in sedimentary rock that are perceptible under incidental light are referred to as macerals. Vitrinite is the name of a group of macerals that is derived largely from terrestrial plant material.

When a sedimentary rock comes to lie deeper in the Earth's crust during the course of geological time, the chemical composition of the organic material gradually changes under the influence of temperature, pressure and time. The oxygen and hydrogen content decreases and the carbon content increases in a process known as coalification. The degree of coalification is a measurement for the change that the organic material has undergone. By measuring the quantity of light reflected by the vitrinite, the vitrinite reflectance (VR), the degree of coalification can be determined. The higher the coalification, the higher the vitrinite reflectance.

The vitrinite reflectance measurement is performed on the collotelinite maceral. The identification of this maceral demands both knowledge and experience. Since 1998 the TNO-NITG analysts have participated in an accreditation programme of the [International Committee for Coal and Organic Petrology \(ICCP\)](#).

Measurements

VR random mean	mean vitrinite reflectance at random orientation
VR std random mean	standard deviation of the mean vitrinite reflectance at random orientation
VR max mean	mean maximum vitrinite reflectance
VR std max mean	standard deviation of the mean maximum vitrinite reflectance
N	number of measurements

Quality

In assessing the reliability of the measurements, the possible influence that certain properties of the vitrinite may have on the measurement is fixed in a code. Three properties are assessed:

Parameter 1	VITRINITE IDENTIFICATION : coal or dispersed material, clear identification of the macerals possible
Parameter 2	PARTICLE SIZE: how well the measurement spot fits the collotelinite particle
Parameter 3	QUALITY OF THE SURFACE OF THE PARTICLES: assessment of the field of measurement. (3*diam. measurement spot) in respect of scratching, minerals, relief, oxidation

Two assessments are possible: + may influence the measurement
 0 has no influence on the measurements

The highest quality is described by the code 000.

Literature

ISO/DIS 7404/1: Methods for the petrographic analysis of bituminous coal and anthracite - Part 1: Glossary of terms relating to the petrographic analysis of bituminous coal and anthracite.
ISO/DIS 7404/2: Methods for the petrographic analysis of bituminous coal and anthracite - Part 5: Method of determining microscopically the reflectance of vitrinite International Committee for Coal and organic Petrology (ICCP) Accreditation Exercise Methodology.
Vitrinite Classification, ICCP System 1994, International Committee for Coal and organic Petrology Aachen 1995.