

(1)将载气从加热块前面(未经加热)进入汽化室与样品混合,改为载气先三次经过加热块预热,然后从加热块后面进入汽化室。提高了载气的温度,有利于高沸点组份的汽化。

(2)在汽化室内加石英玻璃衬管。原汽化室金属表面在温度高于250—300°C时,将产生催化效应,加石英衬管后,基本消除这种效应,且减轻室壁的滞留现象,同时汽化室的死体积也减少4倍以上,另外石英管易于取出清洗,效果良好。

(3)取消原汽化室至柱头的一段连结管线,将柱子直接插入汽化室紧贴加热块。解决了由于温差所造成的高沸点组份在连结管线内的凝结现象。

2. 鉴定器

原氢火焰鉴定器的喷嘴为不锈钢,对地没有绝缘,构成了第三个漏电电极,使小峰失真,引起定量上的误差。对此,作如下改进:

(1)喷嘴改用内径约0.5毫米绝缘性能良好的石英玻璃管。

(2)喷嘴下方的死体积内,加一不锈钢堵头,燃气和载气由同一小孔进入堵头。

(3)将收集极加长到30毫米,以提高收集效果,达到增加灵敏度的目的。

3. 连结管线

SP—2305的柱恒温至检测器之间的连结管线较长,温度较低,高沸点组份常在该线上凝结,导致分离度下降,高碳数组份偏低。为此,在两箱连接管线上加一45W烙铁芯,用调压变压器控制温度。

经反复试验,上述各部件的改装效果良好。消除了样品在汽化室的“滞留”现象,高沸点组消失真情况得到显著改善。改装前从C₁₅开始仅有30个峰,改装后可得37个峰,峰宽明显变窄,C₃₀以后各组份的百分含量明显增加,如C₃₁/C₂₉比值由原0.32提高到0.97。另外,收集长度增长,灵敏度提高约50%。

(收稿日期 1982年1月11日)

水中气态烃的脱气方法

崔秀荣

(地质矿产部石油地质综合大队101队)

水中气态烃一般系指溶解于水中的甲烷、乙烷、丙烷及丁烷等气体。如何从水中提取这些烃类气体,迄今还没有十分理想和统一的方法。本文在前人研究的基础上,从水的结构效应方面,结合一些具体试验,对水中烃类气体的提取进行研究。

一、脱气原理

溶解于水中的烃类气体,是不带电荷的,既不能极化附近的水分子,也不与水中电解质产生电解反应。它以分子的形式存在于水分子之间结合的“孔隙”之中,换句话说,这些烃类气体的溶解和赋存决定于水的结构。

本方法采用负压升温的条件,削弱电解质离子与水分子之间的相互作用,促进水分子的布朗运动,破坏水分子之间的结合形式,从而降低气体的溶解系数,脱出烃类气体。

二、仪器和操作

仪器装置见图1,具体操作如下:

关闭活塞Ⅲ,通过活塞I将30%氢氧化钠溶液注入收集器E(至3处),关闭活塞I、Ⅳ,开启活塞Ⅱ,抽真空至负760毫米汞柱,关闭活塞Ⅱ,通过活塞I再将30%氢氧化钠注入收集器E(至4处)。往分液漏斗B加入210毫升水样,随即开启活塞Ⅳ,将水样注入烧瓶A(注入200毫升,分液漏斗B中留10毫升,以阻隔空气),液面至6时即关闭活塞Ⅳ。然后,通过水浴锅F加热,沸腾后保持数分钟,再通过活塞I往收集器E注入30%氢氧化钠溶液,当缓冲球D存积的氢氧化钠溶液液面至5时,关闭活塞I,随后即可缓缓开启活塞Ⅱ,脱出的气体经氢氧化钠吸收除去二氧化碳后,被驱至收集E的顶部刻度管中,测出体积,用注射器从2处取出,即得气态烃的样品。

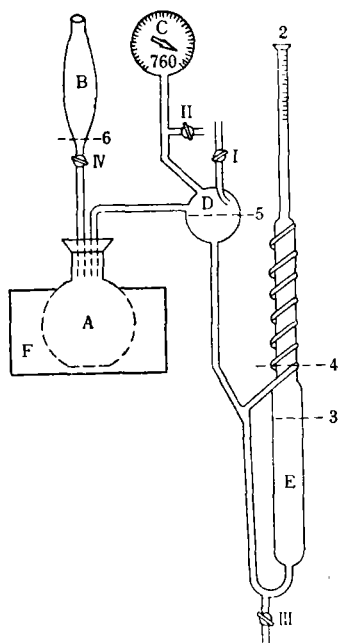


图 1 脱气仪器装置示意图

A烧瓶 B分液漏斗 C压力表 D缓冲球
E收集器 F水浴锅 I—IV活塞

三、条件试验

负压加温脱气关键在于加热温度和加热时间，温度过高或时间过长将导致脱出的气体水蒸气含量过高，直接影响气分析仪器的操作和气分析质量。

通过实验，水样在负760毫米汞柱、60°C、30分钟条件为最理想，系统稳定，脱气效果良好(图2、表1)。

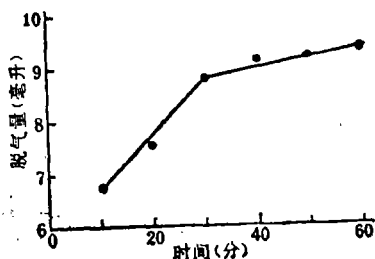


图 2 脱气量与加热时间关系曲线图

重现性试验结果表 表 1

次数	1	2	3	4	误差
脱气量 (ml)	8.6	8.8	8.7	9.1	±2.8%

(收稿日期 1982年4月10日)

非水滴定法测定生油 岩中的有机碳

叶增汉

(地质矿产部第五石油普查勘探指挥部)

岩石中分散有机质的丰度，是评价生油岩的重要指标之一。本文应用非水滴定法测定生油岩中的有机碳，该方法体系稳定、快速准确、灵敏度高，适合于测定0.01—2%有机碳含量的样品。

岩样经磷酸处理，除去碳酸盐，在硫酸介质中以钒酸铵为催化剂、氧化铬为氧化剂，将有机物氧化成二氧化碳，用乙二醇、乙醇、丙酮、氢氧化钾等混合液作吸收剂兼滴定液，以百里酚酞和百里酚兰作指示剂，滴定终点明显。

一、试剂与仪器装置

1. 吸收剂兼滴定液的配制和标定

取适量的氢氧化钾(1.2克)，溶于50毫升乙二醇中，加入百里酚酞100毫克、百里酚兰30毫克，再加乙醇160—165毫升，搅拌溶解后转入1000毫升容量瓶中，用丙酮稀释至刻度，摇匀备用。

准确称取邻苯二甲酸氢钾30—50毫克置于三角瓶中，用少量乙二醇、乙醇、丙酮混合液溶解，用上述配制的溶液滴定，颜色由黄变绿再突变为不变的纯兰色，即为终点(必须在日光下观察其终点)。

2. 仪器装置(图1)