

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)。

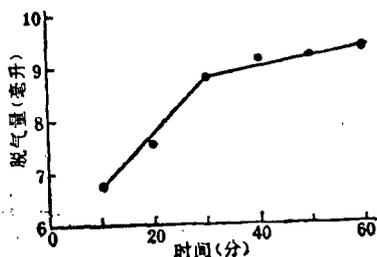


图 2 脱气量与加热时间关系曲线图

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)

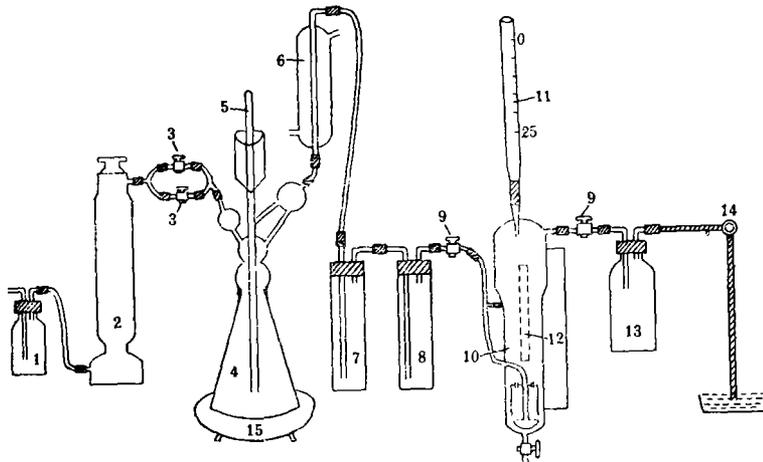


图1 非水滴定法测定有机碳仪器装置示意图

1.洗气瓶,内装40%KOH; 2.吸收塔,内装钠石灰和氯化钙; 3.二通活塞; 4.反应瓶; 5.玻璃棒活塞; 6.冷凝管; 7.除硫器,内装30% H_2O_2 ; 8.10% $AgNO_3$; 9.三通活塞; 10.吸收器; 11.滴定管; 12.6瓦日光灯; 13.缓冲瓶; 14.抽气泵; 15.万用电炉。

二、分析手续

取岩样0.2—0.5克于磨口三角瓶中,先用几滴水润湿样品,然后加入1:7的磷酸20—25毫升,电热板上加热至微沸,保持15分钟,除尽样品中的碳酸盐,取下冷却,加入0.1克钒酸铵、20毫升浓硫酸,套入预先调试好的仪器装置中(图1),提起玻璃棒活塞5,放入15%氧化铬溶液10毫升,加热至沸,保持3—5分钟。打开活塞3,增大气流速度。

当加入氧化铬溶液以后,要时刻注意吸收器中颜色的变化,并不断从滴定管中滴入吸收剂兼滴定液,保持苹果绿色,最后滴至纯兰色,即为终点,记下读数,求出含量。

经各种条件试验和回收率、重现性试验,证明本方法对岩样中的有机质氧化完全,二氧化碳吸收完好,精度高重现性好。据已知样品和岩样试验,回收率均在98%以上,相对误差为±2.0%,与传统方法相比,分析结果基本一致,且缩短了流程。

(收稿日期 1982年3月31日)

应用紫外吸收光谱及荧光光谱

测定地层水中的芳烃

伍大俊 张金来

(地质矿产部石油地质综合大队101队)

朱永豪 马燕燕

(中国科学院安徽光机所)

紫外吸收光谱及荧光光谱广泛应用于纯化合物检验及环境污染的监测等,我们应用这两种光谱对不同类型的水样进行了分析和研究。

一、分析方法

取经过滤呈无色透明的水样20毫升,置于100毫升锥形分液漏斗中,调节PH至4,加入5毫升正己烷萃取二次,合并有机相。对同一样品同时进行紫外吸收光谱的 ϵ 、 $lg\epsilon$ 和荧光光谱强度的测定。

紫外吸收光谱:日立340记录式分光光度计,波长范围为190—2500nm,本方法测定范围仅用200—400nm; 荧光光谱:蔡司GDM—1000型

(下接295页)