

脉冲加热气相色谱测定有机氧

刘瑞贞 张玉珍

(地质矿产部石油地质综合大队)

在石油地球化学研究中,对有机氧一般采用国外进口的元素分析仪进行测定。由于条件的限制,我们引用大连第二仪表厂出品的SOM-1型脉冲加热-气相色谱仪,对有机氧测定的各种条件进行了试验。试验证明,操作简便、性能稳定、方法可靠。

1.仪器、试剂及操作

SOM-1型脉冲加热-气相色谱仪;

氩气(99.99%)、分子筛(5埃、40-60目)、石墨坩埚(采用光谱纯石墨电极车制而成);

精确称取样品,用锡箔纸包好,放入石墨坩埚中,待仪器空白稳定后,将坩埚放在脉冲加热炉中的上下电极之间,通入低电压大电流(几百安培),石墨坩埚在数十秒内产生3000°C左右的高温,在惰性气体介质中,将试样中的氧析出。(以下步骤按气相色谱分析进行)

2.计算

$$K = \frac{O_1 \cdot G_1}{h_1 - h_2} \quad (1)$$

$$O(\%) = K \cdot \frac{h - h_2}{G} \times 100 \quad (2)$$

式中:K为仪器灵敏度;G₁为标准样量(克);O₁为标准样的氧含量(%);h₁为标准样峰高(mm);h₂为锡箔纸峰

高(mm);h为试样峰高(mm),G为试样量(克)。

3.回收率与重现性试验

取某些基准有机化合物和某些样品对仪器和方法的精度及稳定性进行试验。重现性良好,回收率均在98%以上(表1、2)。

原油样品含氧量重现性试验结果表 表1

编号	测定结果(%)				误差(%)
	1	2	3	平均值	
8053	2.46	2.44	2.40	2.43	±1.23
8026	11.79	11.73		11.76	±0.26
8018	1.07	1.06	1.07	1.07	±0.47
8012	1.70	1.78	1.80	1.76	±2.84
8007	1.61	1.69	1.68	1.66	±2.40
8022	1.69	1.62	1.61	1.64	±2.44
8009	1.72	1.72	1.71	1.72	±0.29

某些基准有机化合物含氧量测试结果表 表2

化合物名称	次数	称样量 (mg)	理论值 (%)	实测值 (%)	回收率 (%)	重现性 (%)
对氨基苯磺酸	1	0.40	27.71	27.81	100.36	±0.25
	2	1.30		27.83	100.43	
	3	2.00		27.70	99.96	
苯甲酸	1	1.06	26.20	26.29	100.34	±0.55
	2	1.00		26.24	100.15	
	3	1.57		26.00	99.23	
对硝基苯胺	1	1.17	23.17	23.26	100.39	±0.45
	2	1.43		23.31	100.60	
	3	1.51		23.10	99.66	
丁二酮肟	1	1.14	27.56	27.76	100.73	±0.09
	2	1.01		27.71	100.54	
	3	1.07		27.73	100.62	
二苯基碳酰二肟	1	1.05	6.60	6.72	101.82	±1.65
	2	1.11		6.73	101.82	
	3	1.32		6.50	98.48	

(收稿日期 1981年2月9日)