

真空电磁破碎器粉碎盐岩颗粒及稀有气体同位素组成测量的实验研究

孙明良 陈践发

(中国科学院兰州地质研究所气体地球化学国家重点实验室 兰州 730000)

提 要 应用真空电磁破碎装置,进行了提取盐岩颗粒中气液包裹体的实验研究。结果说明,粉碎率与样量、击打次数、盐岩颗粒的含水量有关。包裹体气体组分经净化、分离出 He、Ne、Ar 后,再依次测试它们的同位素组成。

关键词 破碎器 盐岩 包裹体 稀有气体同位素

第一作者简介 孙明良 男 54岁 研究员 气体地球化学

1 引言

在过去的10年中,我们以从英国引进的VG-5400静态稀有气体质谱计^[1]为主机,通过自己设计、加工、组装不同态样品的进样净化分离等外围装置,先后建立了气态样品(油气田工业气井天然气、温泉气、断层气、煤矿瓦斯气、空气等)中微量He、液体样品(海水、井水、泉水、河水、蒸馏水)中溶解的He与Ne、固态样品(岩石、矿物)中He、Ne、Ar的同位素分析测量技术^[2,3,4]。

在对地球各圈层稀有气体组成特征的研究中,人们常将固体样品中流体包裹体作为一个重要的研究对象。为此,采用了多种释放包裹体中流体的装置,它们按原理可分为高温熔融、热爆裂、机械破碎等类型。本文实验中,为了从沉积盐岩包裹体中提取稀有气体组分,我们又新设计、加工和组装了真空电磁破碎装置。该装置直接与超高真空机组、稀有气体净化萃取系统及VG-5400 MS静态稀有气体质谱计连接,实现了在线测量盐岩颗粒内流体包裹体中的He、Ne、Ar稀有气体同位素比值。实验结果表明,该装置与电子轰击炉^[4]、石墨电阻炉等高温熔融和热爆裂装置相比,具有成本低廉、省电节水、消耗低、操作简便等优点;而与国外^[5]的手动螺杆挤压破碎装置相比,又具有真空度高、破碎自动化和快速等优点。尤其是用于破碎含水等液态组分较多的盐岩样品时,因操作过程中温度较低,所以能明显减少或防止水等液体杂质对超高真空净化、分离管线和质谱

计分析室的污染。

为建立该项测试技术,我们设计并做了几项条件试验,取得了几点规律性的认识。本文在简介真空电磁破碎装置结构的基础上,对条件实验结果进行了总结,供同行们参考。

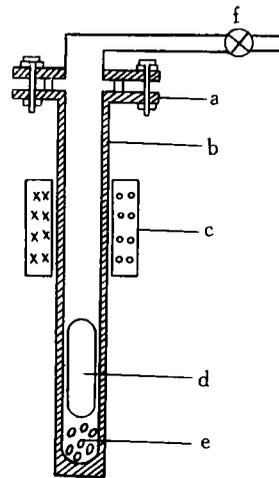


图1 真空电磁破碎器剖面图

a. 法兰盘; b. 不锈钢筒; c. 电磁线圈
d. 软铁锤; e. 样品; f. 阀门

Fig. 1 The sketch map of vacuum-electric-magnetic breaker

2 真空电磁破碎器的结构和工作原理

其结构如图1所示。破碎器的主体用不锈钢加工,法兰盘采用无氧铜垫圈密封,不锈钢筒用氩弧焊加工而成。电磁线圈用高强漆包线绕制,其匝数和几

何尺寸与软铁锤的尺寸和重量相配合。

其工作原理是电磁线圈通电后产生的磁力吸提软铁锤,当断电时软铁锤落下冲击样品颗粒使之粉碎。

3 真空电磁破碎装置

其装置如图2所示。双破碎器连接后安装在一固定的工作台上。其中一个用于粉碎标准样,另一个用于样品。顶部管线出口端安装阀门,抽真空和转移气体时打开,碎样时关闭。不锈钢筒底部用汽车千斤顶支撑。

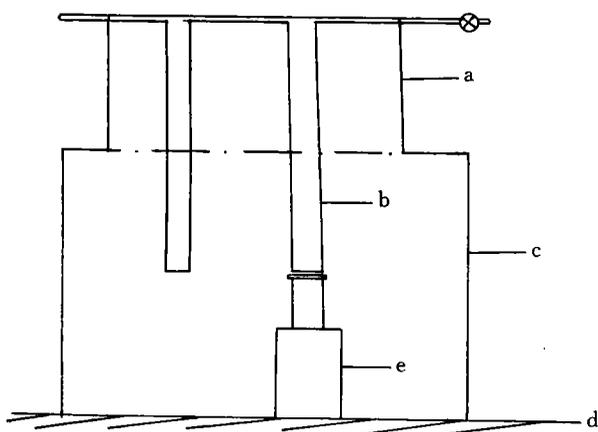


图2 真空电磁破碎装置示意图

- a. 金属支架; b. 真空电磁破碎器
c. 工作台; d. 地面; e. 千斤顶

Fig. 2 The sketch map of the system of vacuum-electric-magnetic breaker

4 粉碎盐岩实验

通常认为^[5],当样品的粒径小于100目(0.15 mm)时,其颗粒内气液包裹体的贡献可忽略不计,所以本项实验中采用100目的分样筛分样,并将100目以下的样量与原投入样量的比值定义为粉碎率。本次研究的盐岩是采自青海察尔汉盐湖表层到

大于500 m的不同深度的盐岩。

4.1 真空电磁破碎装置的空白

在每批样品测试之前,需先对电磁真空破碎器装置进行烘烤抽真空,历时约一周后,系统的动态压强约 2×10^{-7} Pa,说明系统无漏气和挥发物的污染。为了解破碎器在击打粉碎过程中的污染情况,还需进行空白实验。实验过程分三步,第一步是静态空白,即关闭破碎器顶管阀门,静待10分后,开阀门按进样和净化步骤、测量程序测量 ^4He 、 ^{20}Ne 、 ^{40}Ar 及其它主组分的峰电压值,该值称为静态空白;第二步是动态空白,即破碎器内不放样品,空击打几百次,开阀后不净化,直接测量上述组分的峰电压值,称该值为动态空白;第三步是不放入样品,空击打几百次,经净化分离步骤后测量上述组分的峰电压值,称空白。所得实验结果列在表1中。

表1中的数据说明:真空电磁粉碎过程中,有较多的Ar和 CH_4 释放。实验表明,随空白实验次数的增加,空白中的 ^{40}Ar 量逐渐减少,而 CH_4 量随每次粉碎击打次数的增加而增多。由该事实分析,其原因可能是软铁锤和不锈钢筒间的磨擦产生大量的热,导致材料中的Ar和 CH_4 释放。在材料的生产加工和随后的吸附过程中,C、H、Ar等元素是存在的。

CH_4 的存在,常给Ar净化带来困难,所以要尽可能减少冲击次数;而空白Ar的大量存在,严重干扰样品Ar浓度和同位素组成的测量精确度,所以在实际操作上,可采用长时间抽真空和多进行几次空白实验两种措施,能有效地减少空白Ar量。

4.2 粉碎率与样品量

将同一盐岩颗粒称取6份,每份质量为1~30 g不等,依次放入电磁破碎器不锈钢筒内击打300次,随后从筒中倒出粉碎样,过100目的分样筛,粗细样两种分别称量,获得粉碎率与样品量呈反比例关系,如图3所示。

在击打300次的条件下,当样量少于8 g时粉

表1 系统空白测量结果

Table 1 The result of background of the system

项 目	系统内压强/ Pa	$^4\text{He}/$ mV	$^{20}\text{Ne}/$ mV	$^{40}\text{Ar}/$ mV	$^{16}\text{CH}_4/$ mV	其它
静态空白	3.1×10^{-7}	<0.25*	<0.25	0.5	1.9	~0
动态空白	3.0×10^{-5}	0.25	6~230*	5~2 300	150~2 700	N_2, O_2
空 白	2.0×10^{-6}	0.25	5.9	6.9~2 400	130	~0

* 此值含有大量的 $^{40}\text{Ar}^{++}$ 。

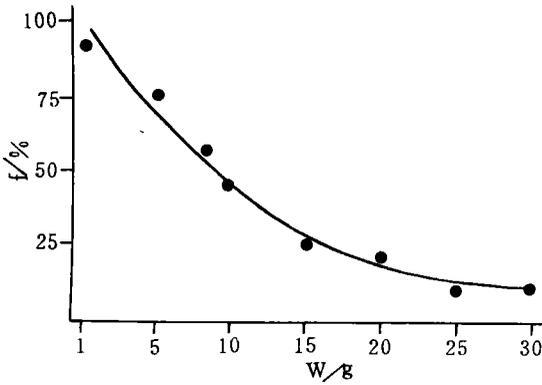


图 3 粉碎率与样量的关系
Fig. 3 The plot of crushing proportion versus amount of sample

碎率大于 60%，大于 10 g 时粉碎率低于 50%，20 g 以上时即便击打次数增加到 500 次，粉碎率仍很低，约 20%，此时粉料中仍含有原大小的盐岩颗粒。这是由于不锈钢筒的长度一定，样多时，冲击软铁锤在筒内的行程变短，冲力减小，加之盐岩样在底部经初碎后被压实，其松散活性变差。当盐岩颗粒中含水包裹体较多时，粉碎过程中的松散性就会更差，相应地，其粉碎率也随之降低。

4.3 粉碎率与击碎次数的关系

粒状同一盐样称 6 份，每份 10 g，依次放入真空电磁破碎器中，击打次数分别为 100 次、200 次、300 次、400 次、500 次和 600 次。结果表明，粉碎率与击碎次数呈较好的线性关系，如图 4 所示。

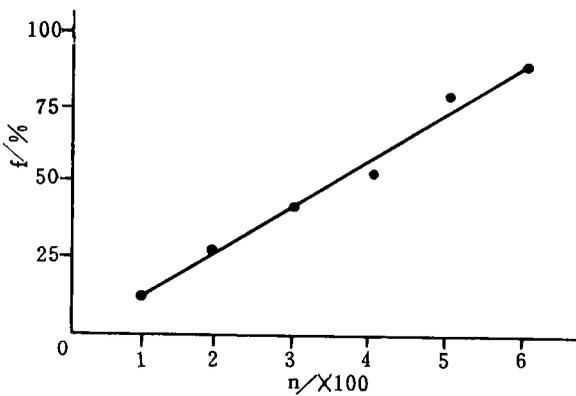


图 4 粉碎率与击打次数的关系
Fig. 4 The plot of crushing proportion versus number of strike

实验中还发现，当样量增减时，关系线的斜率也随之变大或变小；当击碎次数一定时，影响粉碎率的主要因素是盐粒中含水包裹体的多少；随击碎次数的增加，破碎器的温度随之升高，可达 100℃ 左右；即便击碎次数多于 700 次，10 g 样的粉碎率仍达不到 100%。考虑到 CH₄ 净化的困难，所以不宜太多地增加击碎次数。

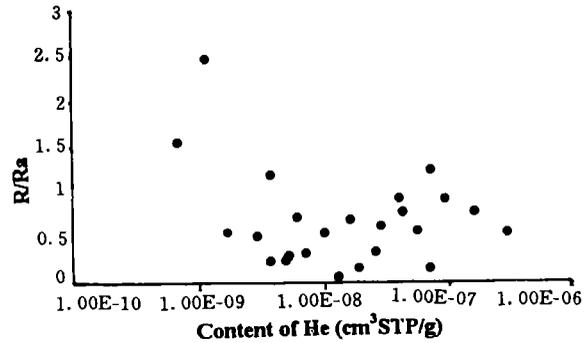


图 5 盐岩包裹体中 He 同位素比值与 He 含量关系图
Fig. 5 The plot of He isotopic ratio with content of He in salt grain from Chaerhan salt lake

综合上述实验结果，我们在使用真空电磁破碎器粉碎盐岩样品颗粒时，控制的条件是样量一般取 7 g 左右，10 min 内击打粉碎 560 次。经 20 余个样品的实验，其平均粉碎率为 87%，重复性较高，效果较好。

5 质谱测量

盐岩颗粒经粉碎后其包裹体中释放出的流体先经 -80℃ 冷阱除去 H₂O 和 CO₂，再按文献[4]的条件和步骤净化、分离、测量⁴He、²⁰Ne、⁴⁰Ar 的丰度及 He、Ne、Ar 的各同位素比值。作为一个例子，图 5 绘出了察尔汗盐湖盐岩包裹体中 He 同位素比值与 He 含量间的关系，图 6 绘出了 He 同位素比值与沉积层间的关系。

关于 VG-5400 MS 测量 He、Ne、Ar 同位素的精确度，已在参考文献[2]、[4]讨论过。在该项实验中，影响结果重复性的主要因素是不同盐岩颗粒内包裹体量及包裹体中稀有气体⁴He、²⁰Ne、⁴⁰Ar 的含量差异，其精度主要由样品自身的非均匀性决定。实测结果表明，同一样品二次进样测试结果平均值的百分标准偏差为 ±15%。

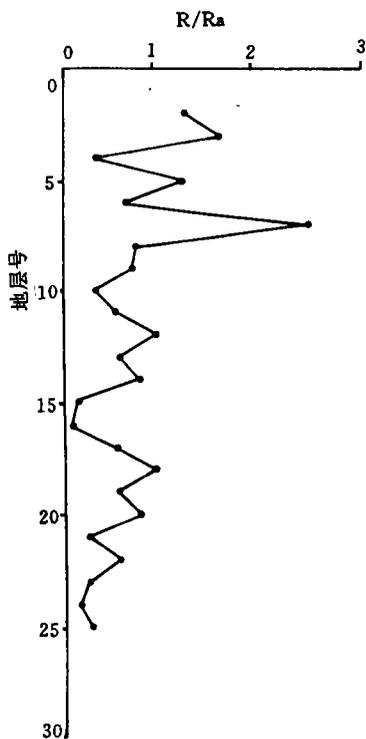


图6 不同层序岩盐包裹体中氦同位素比值图

Fig. 6 The variation of He isotopic ratio in salt grain with time

6 结语

本文只谈有关盐岩破碎及稀有气体同位素数据测量的实验技术,所获盐岩的 He、Ne、Ar 同位素数据的地学研究报告将另文发表。

致谢:本研究的盐岩样品是由中国科学院青海盐湖研究所黄麒研究员和韩凤青副研究员提供,在此深表感谢。

参 考 文 献

- 1 孙明良. 稀有气体同位素的测量与 VG-5400 质谱计的特点. 研究年报. 兰州:甘肃科学技术出版社,1986. 246~250
- 2 孙明良,孔庆云. 微量气体中氦同位素的质谱分析技术. 兰州大学学报(自然科学版),1989,25(4):124~131
- 3 孙明良. 水中氦同位素的质谱分析. 质谱学报,1995,16(1):34~38
- 4 孙明良,叶先仁. 固体样品中 He、Ar 同位素的质谱测定. 沉积学报,1997,15(1):48~53
- 5 Farley K A, Craig H. Atmospheric argon contamination of ocean island basalt olivine phenocrysts. Geochimica et Cosmochimica Acta. 1994,58(11):2509~2517

Study on the Salt Deposit Crushing by the Vacuum-Electric-Magnetic-Breaker and Measurement of Noble Gas Isotope Composition

Sun Mingliang Chen Jianfa

(State Key Laboratory of Gas-Geochemistry, Lanzhou Institute of Geology, Chinese Academy of Sciences, Lanzhou 730000)

Abstract

Utilizing a vacuum-electric-magnetic breaker system to crush the salt deposit sample and extract the liquid and gaseous inclusion in the salt deposit. the result shows that the crushing proportion has a relationship with the amount of sample, numbers of strike and the content of water in the salt deposit sample.

Key Words vacuum-electric-magnetic-breaker salt deposit inclusion