

УДК 550.42+550.89+551.21+552.3+552.112+553.212+546.212+549.691

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ С-О-Н-Н КОМПОНЕНТОВ В СТЕКЛАХ ОСНОВНОГО СОСТАВА

В.С.Севастьянов, А.А.Кадик, Б.К.Зуев

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И.Вернадского, Москва

Вестник ОГТГГН РАН № 2(12) 2000, т. 2

URL: http://www.scgis.ru/russian/cp1251/h_dggms/2-2000/empg_99/magm_9.htm#begin

© 2000 ОИФЗ РАН, ОГТГГН РАН

Лазерный масс-спектрометрический метод (ЛМСМ) традиционно используют для исследования распределения водорода в металлах [1]. Однако он может быть применен для определения других газообразующих примесей в твердых телах и в окклюзиях.

Схема масс-спектрометрической установки, примененной для определения водорода, азота, кислорода, углерода и воды, представлена на рисунке. Принцип ЛМСМ состоит в плавлении и испарении микропробы анализируемого образца в аналитической вакуумной камере. Выделенные при этом газы по вакуумпроводу попадают в монопольный масс-спектрометр MX 7304A. Для испарения микропробы используется рубиновый лазер, встроенный в микроскоп от микроанализатора LMA-10. С помощью микроскопа лазерное излучение фокусируется через оптическое окно на поверхность образца. Оптическое окно уплотняется с поверхностью вакуумной камеры через индиевую прокладку. Анализируемые образцы впрессовываются в индиевую пластину. Вакуумная камера закрепляется на столике микроскопа и может перемещаться в трех направлениях по отношению к лазерному лучу, позволяя тем самым выбирать с помощью окуляров точку пробоотбора (увеличение 100). Монопольный масс-спектрометр и аналитическая камера сначала откачиваются форвакуумным насосом НВР-5Д до давления 1 Па, а затем магниторазрядным насосом НОРД-250 до давления 10^{-5} Па. Имеется возможность калибровать масс-спектрометр по газам и анализировать их состав путем напуска газов в установку через пьезокерамический натекатель. Анализатор может прогреваться до температуры 200°C, что позволяет избежать конденсации газов на стенках прибора.

Лазер обладает плотностью мощности излучения 10^6 Вт/см². Это позволяет получать локальность по поверхности 60-100 мкм и по глубине 20-60 мкм. Локальность пробоотбора можно изменять путем диафрагмирования лазерного луча и изменением точки фокусировки. Диаметр кратера измеряется линейкой микроскопа, а глубина по разности фокусировки на поверхность образца и дно кратера.

Калибровка установки осуществляется при использовании образцов стали фирмы "LECO" с известным содержанием азота 16, 35, 70 ppm и образца титана NBS 353 с содержанием водорода равным 100 ppm. Относительное стандартное отклонение измерения аналитического сигнала составляет 0,1-0,3.

Разработанный метод был использован для определения содержания летучих соединений С-М-Н-О в продуктах закалки (стеклах) после экспериментов в системе графит - расплав базальтового состава. Опыты

проведены при 37 кбар, 1520 - 1600 °С при заданной активности водорода и кислорода в системе. Летучесть кислорода в экспериментах была ниже кислородного буфера 1W на 2 -2.5 лог. единицы fO₂. Некоторое количество азота было введено в систему вместе с графитовым материалом, начальное содержание N₂ в котором составляло 0.1 % вес. Эксперименты направлены на изучение особенностей образования летучих компонентов в магмах при плавлении углеродсодержащей мантии на ранних этапах формирования Земли.

Результаты исследования представлены в таблице. Для образцов, приведенных в таблице 1 измерялись интенсивности сигналов для ионов с массами m/z=2, 28, 32, 18.

Проведенные определения свидетельствуют о возможности использования метода лазерного пробоотбора с масс-спектральной регистрацией для выяснения механизмов взаимодействия летучих компонентов с расплавами при весьма низких значениях летучести кислорода в системе

Литература:

1. Севастьянов В.С., Зуев Б.К., Михайлова Г.В.//ЖАХ. 1991. Т.46. В.9. С.1747.

Лазерный масс-спектрометрический анализ образцов базальта

Образец	P, kbar	T, °C	$\Delta \log fO_2(IW)$	Сигнал, отн. ед.			
				H ₂	H ₂ + CO	O ₂	H ₂ O
Fe-базальт-148	37	1520	-2.56	56	40	7	
Fe- базальт -150	37	1590	-2.55	36	8	9	
Fe- базальт -231	37	1600	-2.64	22	10	1.3	
Fe- базальт -270	37	1600	+2	35	11	2.6	
Базальт -269	37	1600	+2	64	10	7	10

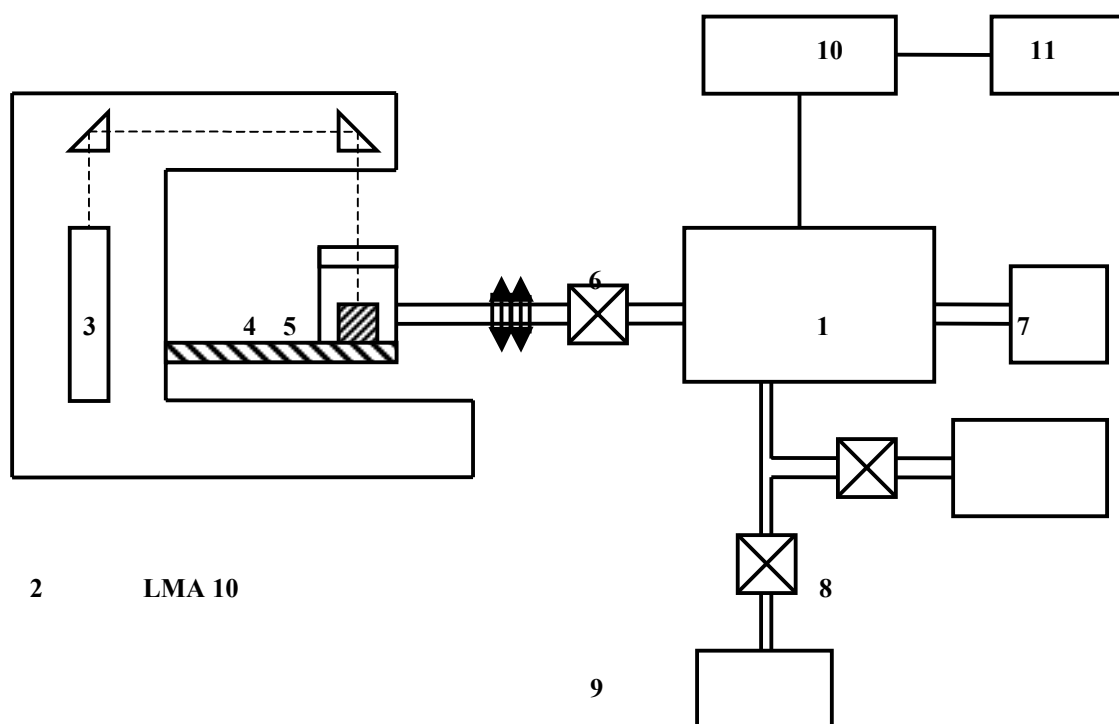


Рис. 1. Схема лазерной масс-спектрометрической установки

1 – Масс-спектрометр (MX 7304 A); 2 – Лазерный микроскоп; 3 – Лазер; 4 – Вакуумная камера; 5 – Образец; 6 – Вентиль; 7 – Пьезокерамический нагреватель; 8 – Форвакуумный насос (5 НВР-5-ДМ); 9 – Магнитоэрозийный насос (НОРД-250); 10 – Блок управления МС; 11 – ЭВМ управления МС