

同位素分析用蓝宝石高温炉加热管 (SAPPHIRE ISOTOPE TUBE)

同位素分析用管式加热炉蓝宝石加热管

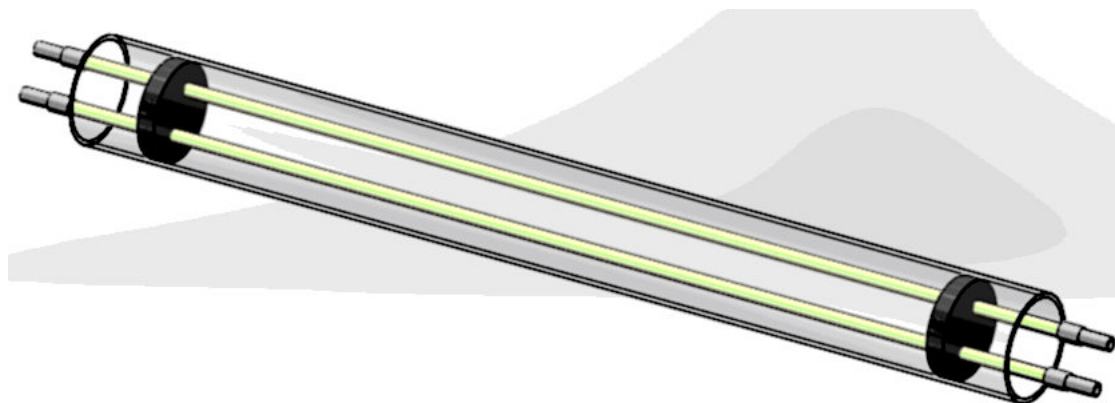


图 1 蓝宝石高温炉加热管（蓝宝石单晶，用于稳定同位素分析）

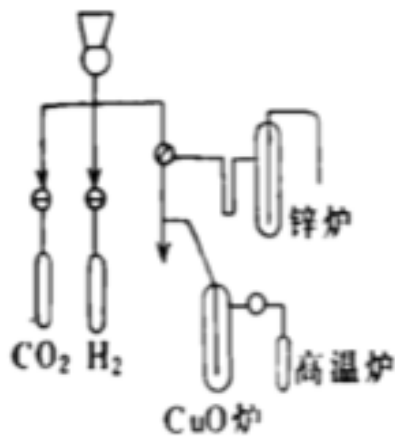


图 2 氢氧氮同位素分析线路图及装置

（高温炉即管式加热炉，地质矿石样品放置在透明的蓝宝石加热管中）



OTF-1200X-S DIMENSIONS

图3 与蓝宝石加热管匹配的管式加热炉（1200℃微型开启式管式炉 OTF-1200X-S）

1200℃微型开启式管式炉 OTF-1200X-S，其最高工作温度为 1200℃，最大功率为 1200W。炉管可配置为 1" 或 2" 的单晶蓝宝石炉管（如图 1），炉管两端可以安装一对不锈钢法兰（法兰上已安装机械压力表、不锈钢截止阀和宝塔嘴接头）。此款设备允许样品在真空和气体保护下进行烧结。精确温控系统包含了 30 段升温 and 降温曲线设置，其控温精度达到 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

蓝宝石加热管描述

蓝宝石 (Al_2O_3 单晶) 由于其单晶结构, 使其具有超高硬度 (金刚石为 10, 蓝宝石为 9) 和耐高温 ($2030^{\circ}C$) 性能。蓝宝石超强的耐酸碱和化学腐蚀, 包括强酸氢氟酸 (HF)。这些独特的特性和在多数高温试验测试应用中普遍使用:

- 透明的蓝宝石管允许实时观察地质样品在高温加热时的分解情况
- 单晶蓝宝石管耐高温, 比石英玻璃管更耐高温, 强度也比石英玻璃管高, 也耐高压
- 蓝宝石高温下也是惰性状态, 超高纯的 Al_2O_3 粉组成, 不含有 Na, K 等活性金属离子, 1000 度以上的高温都不会像石英玻璃分离出来气态的导电的 Na, K 离子。同位素元素也不会与蓝宝石发生任何反应。充分保障地质样品分离出来的同位素不受污染。

朗谱光电的蓝宝石加热管直线度和均匀质量分布, 每套蓝宝石加热管可以由 1 根, 2 根或者 3 根以上的单晶蓝宝石管组合而成, 数量可以根据客户需求增加或者减少。朗谱光电可以根据客户管式加热炉尺寸规格定做配套的蓝宝石加热管。

朗谱光电的蓝宝石加热管端部经过光学抛光, 平整度高。蓝宝石管两端端部通过高温玻璃焊料与金属卡套接头间进行蓝宝石与金属的封接, 封接完后进行 2MPa 的压力测试, 而不泄露。

蓝宝石管与外层透明的保护套管之间用耐高温的石墨环隔离承托。

蓝宝石特征:

晶体结构菱面体单晶: R3C

密度: 3.98×10^3 千克/米³ ($20^{\circ}C$)

硬度的莫氏: 9

抗拉强度: 2.1×10^9 牛/米² ($25^{\circ}C$)

导热系数: 42 W/m.K

最高工作温度: $2000^{\circ}C$

杨氏模量的弹性: 4.6×10^{11} 牛/米² ($25^{\circ}C$)

参考文献:

文献链接:

http://xueshu.baidu.com/s?wd=paperuri%3A%2824df8475a84f2daa3d8a3c346ca193c4%29&filter=sc_long_sign&ttn=SE_xueshusource_2kduw22v&sc_vurl=http%3A%2F%2Fwenku.baidu.com%2Fview%2F35dc9b2d58fb770bf78a559e.html&ie=utf-8&sc_us=45623418969587527

氧氢碳稳定同位素综合分析 研究及标准样品的测定

COMPREHENSIVE TEST FOR STABLE ISOTOPE OF OXYGEN, HYDROGEN AND CARBON AND DETERMINATION OF REFERENCE SAMPLES

金生今 李金城 王成玉 万德芳 王美玉

(矿床地质研究所)

[氧氢碳稳定同位素综合分析研究及标准样品的测定](#)

作者

[金生今](#), [李金城](#), [王成玉](#), [万德芳](#), [王美玉](#)

摘要

利用已有的一套真空装置(BrF₅法氧同位素分析装置),通过活动小系统交替上的方式进行了水的 CO₂-H₂O 平衡法,碳酸盐的 $\delta^{18}\text{O}$ 、 $\delta^{13}\text{C}$ 测试磷酸法,水的氧同位素分析金属锌法以及矿物结构水、包体水的同位素组成分析. 对上述方法都用国际标准(V-SMOW、GISP、SLAP 的 $\delta^{18}\text{O}$ 值和 NBS-18、NBS-19 的 $\delta^{18}\text{O}$ 与 $\delta^{13}\text{C}$ 测定结果)检验了试验水平. 其测定值与世界各实验室的平均值或推荐值在实验误差范围内基本上是吻合的. 实践证明,应用一个真空实验装置进行氧氢碳稳定同位素多种方法综合测试是可行的.

更多

出版源

[中国地质科学院文集, 1985](#)

关键词

[碳稳定同位素](#) / [标准样品](#) / [综合分析研究](#) / [氧同位素分析](#) / [碳同位素比值](#) / [氢同位素](#) / [实验室比较](#) / [中国地质科学院](#) / [平衡器](#) / [地质样品](#)

二、装 置

本装置从外观上看，是一个 BrF_3 法氧同位素分析装置，可分为从矿物、岩石及微量水中提取氧的金属系统和将氧气转化成二氧化碳的玻璃系统等。根据需要利用活动小系统，通过玻璃系统的二氧化碳收样管接口与系统连接就能进行其它方法试验。装置的线路与各方法专用平衡器和小系统见下图。装置图下边所列的 $\text{CO}_2\text{-H}_2\text{O}$ 微量高温和微量常温平衡器、 $\text{CO}_2\text{-H}_2\text{O}$ 常量与 $\text{CaCO}_3 + \text{H}_3\text{PO}_4$ 两用器以及锌炉与矿物结构水的提取用高温炉等联合小系统，就是以上所说的可装御活动小系统。矿物包体水的氧同位素 BrF_3 法，是把样品加热管通过磨口连接于金属水反应器注水阀门磨塞上进行。

当然，本装置主要进行 BrF_3 法氧同位素分析。但是， BrF_3 法分析矿物、岩石的氧同位素全过程一般经过两天完成。第一天将待分析的地质样品装在金属系统的反应器中进行加热去气，第二天采用二氧化碳转化系统进行 $\text{O}_2\text{-CO}_2$ 转化回收。因此，分析的第一天在

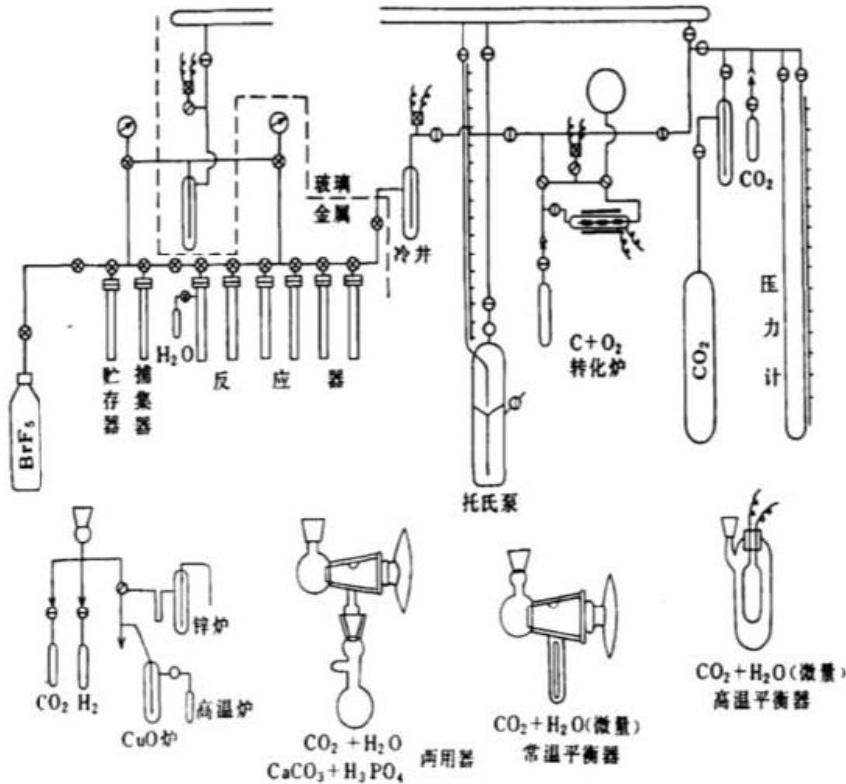


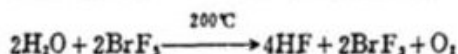
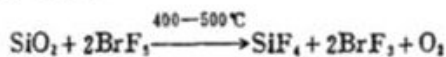
图 氢氧碳同位素分析线路及装置

Fig. Vacuum line for the Oxygen Deuterium Carbon isotope analysis
 贮存器 (R.S., Reagent storage vessel); 捕集器 (W.T., Waste trap); 反应器 (R.T., Nickel reaction tube); 冷阱 (T., trap); 托氏泵 (T.P., Toeppler pump); $\text{C} + \text{O}_2$ 转化炉 (C.F., Carbon dioxide furnace); 压力计 (M., Manometer); 常温平衡器 (M.F., Ordinary temperature equilibrator); 高温平衡器 (H.F., High temperature equilibrator)

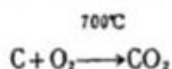
(一) 氧同位素测定及其结果

1. 硅酸盐、氧化物和微量水的氧同位素分析——BrF₃法

BrF₃与标准样品的反应式为:



氧气通过灼热的石墨碳棒转化成二氧化碳的反应式为:



将二氧化碳送质谱分析。

BrF₃法是稳定同位素方法中比较复杂的和具有一定难度的方法,但是,只要严格遵守所规定的操作步骤与拟定的实验条件时,试验精度一般可以达到±0.1%以内。为了提高工作效率,我们对二氧化碳转化系统作了一些改进,同一批样使用二、三个转化器进行,当使用二个转化器时,六个样品氧气转化成二氧化碳只需要1小时45分钟,O₂-CO₂转化精度一般在±0.1%以内。还有,对那些已经通过产率测试所拟定了的分解条件,用在同类样品中提取样品氧气时,一般不再做产率的测定,因而使操作简便。

(二) 氢同位素测定及其结果

研究自然水的氢同位素测定,对成矿成岩地球化学如同氧同位素测定一样具有很大的意义。目前,国内外广泛地应用金属锌成金属铀法。用锌法从水中提取氢同位素样品气体研究始于1953年(由Fridman作了报道)。但是,人们认为锌法的动力效应对分析精度影响较大,大部分实验室使用铀法(1961年由Craig报道之后)。近来,国内实验室逐步采用锌法。我们用MAT-251型质谱仪进行氢同位素分析之机,较系统地进行了氢同位素分析锌法实验。通过实践,我们认为锌法与铀法的适应性和试验精度是基本一致的,可以因地制宜地采用任何一种。

用一个三通高真空活塞,两对标准磨口塞和一支内径约10mm左右、长度约40cm的硬质玻璃管吹接成一个氢同位素分析活动小系统。另备高纯锌粒约15g(或掺进石英砂少量),置于上述玻璃管一端,封口作为锌反应器。通过活动小系统上的标准磨口,与真空系统连接就能进行氢同位素分析。锌反应器用管炉加热(300瓦烙铁芯为宜)控温至400℃。样品水的注入是用微量注射器通过小系统上的专用磨塞(套有真空胶皮)完成。用液氮冷冻锌反应器域中的冷阱接受水,然后取走液氮扩散水气化与加热的锌接触形成氧化锌和游离的氢气,用液氮冷冻系统上的收样管中的活性碳接受氢气。水的冷冻与气化和氢气的接受要反复多次进行,并用热偶检测系统内的压强,直到压强稳定为止。一般分析5微升水需要40多分钟时间。用此方法,从小系统的吹接到样品的测试在当天就能见到结果。为了说明本方法的试验精度和适应性,将所做的试验过程与结果列于下表。