



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108398481 A

(43)申请公布日 2018.08.14

(21)申请号 201810060425.X

(22)申请日 2018.01.22

(71)申请人 中国科学院地质与地球物理研究所

地址 100029 北京市朝阳区北土城西路19号

(72)发明人 黄亮亮 朱和平

(74)专利代理机构 北京金智普华知识产权代理有限公司 11401

代理人 巴晓艳

(51)Int.Cl.

G01N 27/62(2006.01)

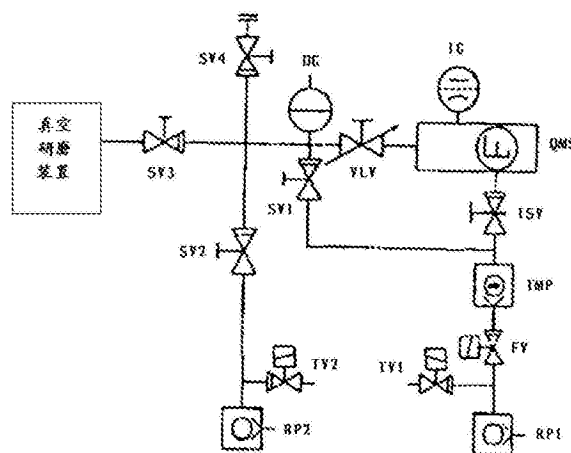
权利要求书2页 说明书8页 附图2页

(54)发明名称

一种分析金属硫化物中的包裹体气相成分的方法

(57)摘要

本发明公开了一种分析金属硫化物中的包裹体气相成分的方法,该方法包括:采用一种提取流体包裹体气体的真空研磨装置对样品(4)进行研磨以提取所述样品(4)中的流体包裹体气体,所述样品(4)中包括金属硫化物;以及采用四极质谱仪对提取出的所述流体包裹体气体进行分析以分析所述金属硫化物中的包裹体气相成分。



1. 一种分析金属硫化物中的包裹体气相成分的方法,所述方法包括:

采用一种提取流体包裹体气体的真空研磨装置对样品(4)进行研磨以提取所述样品(4)中的流体包裹体气体,所述样品(4)中包括金属硫化物;以及

采用四极质谱仪对提取出的所述流体包裹体气体进行分析以分析所述金属硫化物中的包裹体气相成分;

其中,所述提取流体包裹体气体的真空研磨装置包括:

底座(1),其内部具有腔体(2),所述腔体(2)在所述底座(1)的顶部(10)上具有开口(11);

样品罐(3),其被设置为经所述开口(11)放入所述腔体(2)内,并用于将样品(4)容纳在所述样品罐(3)内;

电机(5),其可拆卸地安装到所述底座(1)的顶部(10)上,并封闭所述开口(11)以将所述样品(4)封闭在所述腔体(2)内;以及

研磨锤头(6),其经由联轴器(7)与所述电机(5)的输出轴相互连接;

其中所述底座(1)的侧壁(12)上还设有与所述腔体(2)连通的侧壁开孔(13),所述侧壁开孔(13)上连接有真空阀门(8),所述真空阀门(8)被设置为使得所述腔体(2)能够被抽真空;

其中所述研磨锤头(6)被设置为在所述电机(5)的驱动下并在所述联轴器(7)的带动下,对所述样品罐(3)内的所述样品(4)进行研磨以提取所述样品(4)中的流体包裹体气体。

2. 根据权利要求1所述的分析金属硫化物中的包裹体气相成分的方法,其特征在于,所述提取流体包裹体气体的真空研磨装置还包括:

压力调节旋钮(9),其具有适于旋转的第一端(91)和用于安装弹簧(90)的第二端(92),所述弹簧(90)抵接到所述样品罐(3)的底部(30),所述压力调节旋钮(9)被设置为用于调节所述弹簧(90)抵接所述样品罐(3)的底部(30)的支撑力。

3. 根据权利要求2所述的分析金属硫化物中的包裹体气相成分的方法,其特征在于,所述底座(1)的底部(14)上设有底部开孔(15),所述第二端(92)穿过所述底部开孔(15)并与所述弹簧(90)相连接。

4. 根据权利要求3所述的分析金属硫化物中的包裹体气相成分的方法,其特征在于,所述样品罐(3)的底部(30)上设有沉孔(31),所述弹簧(90)的一端抵接到所述沉孔(31)中,另一端与所述第二端(92)相连接。

5. 根据权利要求3所述的分析金属硫化物中的包裹体气相成分的方法,其特征在于,所述弹簧(90)的外围还设置有密封波纹管(93),所述压力调节旋钮(9)被设置为用于调节所述弹簧(90)在所述密封波纹管(93)中的行程,以调节所述弹簧(90)抵接所述样品罐(3)的底部(30)的支撑力。

6. 根据权利要求1-5任一项所述的分析金属硫化物中的包裹体气相成分的方法,其特征在于,所述底座(1)的底部(14)上还设有加热板(40),所述加热板(40)通过热源固定法兰(50)安装到所述底座(1)的底部(14)上;其特征在于,所述热源固定法兰(50)的下部还设有内六角螺丝,所述内六角螺丝能够使得所述提取流体包裹体气体的真空研磨装置固定到实验台上。

7. 根据权利要求1-5任一项所述的分析金属硫化物中的包裹体气相成分的方法,所述

电机(5)与所述底座(1)的顶部(10)之间还设有用于对所述开口(11)进行密封的密封磁流体(60);所述腔体(2)的纵截面呈T形以使得所述底座(1)在内壁上具有台阶部(16),所述样品罐(3)通过其顶部的凸缘(32)固定在所述台阶部(16)上;所述电机包括调频步进电机;所述样品罐由高光洁度材料制作;所述底座(1)由高强度不锈钢材料制作。

8.根据权利要求1-5任一项所述的分析金属硫化物中的包裹体气相成分的方法,其特征在于,所述四极质谱仪包括以下结构:气体控制阀SV1、气体控制阀SV2、气体控制阀SV3、气体控制阀SV4、气体控制阀ISV、膜压力计DG、针阀VLV、真空电离计IG、四极质谱QMS、分子阀TMP、电磁阀TV1、电磁阀TV2、电磁阀FV、机械泵RP1、以及机械泵RP2;所述真空阀门(8)与所述气体控制阀SV3连接以使得所述腔体(2)能够被所述四极质谱仪抽真空。

9.根据权利要求8所述的分析金属硫化物中的包裹体气相成分的方法,其特征在于,其中,所述采用一种提取流体包裹体气体的真空研磨装置对样品(4)进行研磨以提取所述样品(4)中的流体包裹体气体,包括:

在将所述样品(4)放入所述样品罐(3)中之后,组装好所述提取流体包裹体气体的真空研磨装置,并将所述真空阀门(8)与所述气体控制阀SV3连接;

打开所述真空阀门(8)和所述气体控制阀SV3以利用所述机械泵RP1和所述机械泵RP2对所述真空研磨装置抽真空,待真空度达 5×10^{-6} Pa后关闭所述真空阀门(8)和所述气体控制阀SV3;以及

启动所述电机(5),将初始的研磨速率设定为1r/min,待所述研磨锤头(6)转动后再逐渐加大研磨速率,然后待所述样品(4)研磨到所需粒度时关断所述电机(5)以提取所述样品(4)中的流体包裹体气体;其中,根据所述样品(4)的不同来设定不同的研磨速率。

10.根据权利要求9所述的分析金属硫化物中的包裹体气相成分的方法,其特征在于,其中,所述采用四极质谱仪对提取出的所述流体包裹体气体进行分析以分析所述金属硫化物中的包裹体气相成分,包括:

打开所述真空阀门(8)和所述气体控制阀SV3以使得提取出的所述流体包裹体气体进入所述四极质谱仪;以及

打开所述针阀VLV,使得所述提取出的所述流体包裹体气体由于压差而扩散到所述四极质谱QMS中,从而利用所述四极质谱QMS来检测所述金属硫化物中的包裹体气相成分及摩尔百分含量。

一种分析金属硫化物中的包裹体气相成分的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及地质样品分析领域,特别涉及一种分析金属硫化物中的包裹体气相成分的方法。

背景技术

[0002] 矿物在生长过程中圈闭的流体(可以称为流体包裹体)保存了当时地质环境的各种地质地球化学信息(如温度、压力、体系成分、PH值等)。流体包裹体中的物质成分是相关地质过程的密码。因此对流体包裹体进行系统研究,可以获得成岩与成矿过程中的温度和压力条件、流体的化学组成以及流体来源等信息,以查明成岩、成矿过程中地质流体的行为和作用,解释成岩与成矿的进程及条件。

[0003] 流体包裹体分析已经广泛应用于地质矿产、石油天然气、建筑材料、宝玉石等多个研究领域。理论上,所有的矿物中都含包裹体,但用于研究的主要是岩石和矿石中普遍出现且含量丰富的矿物,例如石英、萤石、方解石、石盐、磷灰石、重晶石、锡石、闪锌矿等。

[0004] 如图1所示,目前一般采用普通的四极质谱仪来实现对流体包裹体(例如流体包裹体中的气态成分,可以称为流体包裹体气体)的质谱分析。在地质分析领域,四极质谱仪是流体包裹体成分分析的重要仪器,其主要部件是由四根笔直的极棒作为质量分析器,这四根笔直的极棒与轴线平行、并且等距离地悬置;而且这四根笔直的极棒上施加幅度相同的直流电流和射频电压。此时,不同荷质比的粒子可以在这四根平行的极棒产生的交变电场中运动,并根据其运动轨迹来实现质量分离,然后经过检测器检测后,就可以得到样品分子(或原子)的质谱图。由于样品的质谱图包含着样品的定性和定量信息,因此可以随后通过数据处理来得到样品的质谱分析结果。

[0005] 具体来说,图1中所示的普通的四极质谱仪包括以下结构:SV1、SV2、SV3、SV4、ISV为气体控制阀;DG为膜压力计;VLV为针阀;IG为真空电离计;QMS为四极质谱;TMP为分子阀;TV1、TV2、FV为电磁阀;RP1、RP2为机械泵。这些部件之间的连接关系如图1所示。

[0006] 在使用图1中所示的四极质谱仪时,可以将经过前处理的样品置于石英玻璃管500内,通过加热炉600加热使石英玻璃管500内的样品达到100℃,然后打开SV2,利用RP2初抽真空。然后,关闭SV2,打开SV1,利用RP1进一步抽真空,待分析系统内真空度达到 5×10^{-6} Pa时,打开SV3去除样品吸附气体。随后,关闭SV1,将加热炉温度以1℃/5s的升温速度升到设定温度,然后打开VLV,利用QMS来检测不同温度区间的气相成分,最后经过相应的数据处理(例如处理软件)来计算不同气体组分的摩尔百分含量。

[0007] 由于现行的四极质谱分析技术是通过获得与空间上(伴)生的透明脉石矿物(如石英、萤石、磷灰石、石榴子石、重晶石等,其中以石英为最佳选择)中流体包裹体的特征来间接反应成矿流体性质,因此由空间上的共(伴)生来推断矿石矿物(大部分是不透明的金属硫化矿物)与脉石矿物(大部分是透明矿物)从同一期成矿流体中同时沉淀并不准确。这例如表现为黄铁矿、锡石等矿物中流体包裹体均一温度比脉石矿物(石英)中的流体包裹体高50-100℃,盐度偏高2-10wt%。

[0008] 因此,现行的四极质谱分析技术仅能够获得与矿石矿物共(伴)生的脉石矿物(如上述石英、萤石、磷灰石、重晶石、方解石等,其中以石英为最佳选择)的流体特征来间接反应成矿流体性质,然而,仅靠矿石矿物与脉石矿物在空间上的共(伴)生关系来推断两者从同一期成矿流体中同时沉淀并不准确。为了解决这个问题,直接开展对金属硫化矿物的测试,以获得反应流体性质的直接证据就显得尤为重要。

[0009] 然而,利用现有的四极质谱仪直接分析金属硫化矿物存在技术局限。这是因为,金属硫化矿物中的流体包裹体不能运用真空热爆裂法提取,由于这些矿物在较高的爆裂温度下会释放大量硫化氢(或其他含硫气体),而硫化氢在300℃左右的温度下会发生分解反应生成氢气和固体硫(即 $H^2S \rightarrow H^2 + S$),因此在实验中很难得到流体包裹体中真实的气体成分和含量。而且,由于固体硫微细颗粒很容易堵塞检测仪器(例如现有的四极质谱仪)的气体管路及各控制阀门(例如图1中的SV1~SV4气体控制阀、ISV气体控制阀、VLV针阀等),因此采用真空热爆裂法(如图1所示)提取金属硫化矿物并不可行。此外,真空热爆裂法在加热时所产生的大量含硫气体,也会对仪器(例如相应的管路和质谱仪)具有腐蚀性,从而降低了仪器的使用寿命。

发明内容

[0010] 本发明的主要目的是提供一种分析金属硫化物中的包裹体气相成分的方法,以解决现有技术中以上问题以及其他潜在问题。

[0011] 为了达到上述目的,本发明提出了一种分析金属硫化物中的包裹体气相成分的方法,所述方法包括:采用一种提取流体包裹体气体的真空研磨装置对样品(4)进行研磨以提取所述样品(4)中的流体包裹体气体,所述样品(4)中包括金属硫化物;以及采用四极质谱仪对提取出的所述流体包裹体气体进行分析以分析所述金属硫化物中的包裹体气相成分;其中,所述提取流体包裹体气体的真空研磨装置包括:底座(1),其内部具有腔体(2),所述腔体(2)在所述底座(1)的顶部(10)上具有开口(11);样品罐(3),其被设置为经所述开口(11)放入所述腔体(2)内,并用于将样品(4)容纳在所述样品罐(3)内;电机(5),其可拆卸地安装到所述底座(1)的顶部(10)上,并封闭所述开口(11)以将所述样品(4)封闭在所述腔体(2)内;以及研磨锤头(6),其经由联轴器(7)与所述电机(5)的输出轴相互连接;其中所述底座(1)的侧壁(12)上还设有与所述腔体(2)连通的侧壁开孔(13),所述侧壁开孔(13)上连接有真空阀门(8),所述真空阀门(8)被设置为使得所述腔体(2)能够被抽真空;其中所述研磨锤头(6)被设置为在所述电机(5)的驱动下并在所述联轴器(7)的带动下,对所述样品罐(3)内的所述样品(4)进行研磨以提取所述样品(4)中的流体包裹体气体。

[0012] 根据本公开的实施例,该提取流体包裹体气体的真空研磨装置还包括:压力调节旋钮(9),其具有适于旋转的第一端(91)和用于安装弹簧(90)的第二端(92),所述弹簧(90)抵接到所述样品罐(3)的底部(30),所述压力调节旋钮(9)被设置为用于调节所述弹簧(90)抵接所述样品罐(3)的底部(30)的支撑力。

[0013] 根据本公开的实施例,所述底座(1)的底部(14)上设有底部开孔(15),所述第二端(92)穿过所述底部开孔(15)并与所述弹簧(90)相连接。

[0014] 根据本公开的实施例,所述样品罐(3)的底部(30)上设有沉孔(31),所述弹簧(90)的一端抵接到所述沉孔(31)中,另一端与所述第二端(92)相连接。

[0015] 根据本公开的实施例,所述弹簧(90)的外围还设置有密封波纹管(93),所述压力调节旋钮(9)被设置为用于调节所述弹簧(90)在所述密封波纹管(93)中的行程,以调节所述弹簧(90)抵接所述样品罐(3)的底部(30)的支撑力。

[0016] 根据本公开的实施例,所述底座(1)的底部(14)上还设有加热板(40),所述加热板(40)通过热源固定法兰(50)安装到所述底座(1)的底部(14)上;所述热源固定法兰(50)的下部还设有内六角螺丝,所述内六角螺丝能够使得所述提取流体包裹体气体的真空研磨装置固定到实验台上。

[0017] 根据本公开的实施例,所述电机(5)与所述底座(1)的顶部(10)之间还设有用于对所述开口(11)进行密封的密封磁流体(60);所述腔体(2)的纵截面呈T形以使得所述底座(1)在内壁上具有台阶部(16),所述样品罐(3)通过其顶部的凸缘(32)固定在所述台阶部(16)上;所述电机包括调频步进电机;所述样品罐由高光洁度材料制作;所述底座(1)由高强度不锈钢材料制作。

[0018] 根据本公开的实施例,所述四极质谱仪包括以下结构:气体控制阀SV1、气体控制阀SV2、气体控制阀SV3、气体控制阀SV4、气体控制阀ISV、膜压力计DG、针阀VLV、真空电离计IG、四极质谱QMS、分子阀TMP、电磁阀TV1、电磁阀TV2、电磁阀FV、机械泵RP1、以及机械泵RP2;所述真空阀门(8)与所述气体控制阀SV3连接以使得所述腔体(2)能够被所述四极质谱仪抽真空。

[0019] 根据本公开的实施例,其中,所述采用一种提取流体包裹体气体的真空研磨装置对样品(4)进行研磨以提取所述样品(4)中的流体包裹体气体,包括:在将所述样品(4)放入所述样品罐(3)中之后,组装好所述提取流体包裹体气体的真空研磨装置,并将所述真空阀门(8)与所述气体控制阀SV3连接;打开所述真空阀门(8)和所述气体控制阀SV3以利用所述机械泵RP1和所述机械泵RP2对所述真空研磨装置抽真空,待真空度达 5×10^{-6} Pa后关闭所述真空阀门(8)和所述气体控制阀SV3;以及启动所述电机(5),将初始的研磨速率设定为1r/min,待所述研磨锤头(6)转动后再逐渐加大研磨速率,然后待所述样品(4)研磨到所需粒度时关断所述电机(5)以提取所述样品(4)中的流体包裹体气体;其中,根据所述样品(4)的不同来设定不同的研磨速率。

[0020] 根据本公开的实施例,其中,所述采用四极质谱仪对提取出的所述流体包裹体气体进行分析以分析所述金属硫化物中的包裹体气相成分,包括:打开所述真空阀门(8)和所述气体控制阀SV3以使得提取出的所述流体包裹体气体进入所述四极质谱仪;以及打开所述针阀VLV,使得所述提取出的所述流体包裹体气体由于压差而扩散到所述四极质谱QMS中,从而利用所述四极质谱QMS来检测所述金属硫化物中的包裹体气相成分及摩尔百分含量。

[0021] 与现有技术相比,本发明具有以下优点:本公开的分析金属硫化物中的包裹体气相成分的方法,由于采用了一种提取流体包裹体气体的真空研磨装置,因此可以对流体包裹体(其可以包括金属硫化物)内的全部气体组分(包含金属硫化物中的包裹体气相成分或稀有气体)进行测试,因此应用范围更广。而且,由于采用研磨方式,因此效率更高,速度更快;并且研磨后的粒度可以更细(例如达到150目至200目左右),所以能够使90%的流体包裹体被打开,这样就能减小样品量。此外,由于可以用自动取代手动,因此提高了自动化水平,效率更高。

附图说明

[0022] 为了更清楚的说明本发明的技术方案,下面将对实施例描述中所需要使用的附图作简单的介绍,显而易见的,下面描述中的附图仅仅是本发明的一些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其他的附图。

[0023] 图1为现有的四极质谱仪的结构示意图。

[0024] 图2为根据本公开实施例的提取流体包裹体气体的真空研磨装置的结构示意图。

[0025] 图3为根据本公开实施例的提取流体包裹体气体的真空研磨装置的结构示意图。

[0026] 图4为根据本公开实施例的提取流体包裹体气体的真空研磨装置用于分析金属硫化矿物中流体包裹体气相成分时的结构示意图。

具体实施方式

[0027] 下面将结合本发明实施例中的附图,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整的描述,显然所描述的实施例仅是本发明的一部分实施例,不是全部的实施例,基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有付出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0028] 本公开提供了一种分析金属硫化物中的包裹体气相成分的方法来解决现有技术(如图1所示)中以上问题以及其他潜在问题,该方法采用了一种提取流体包裹体气体的真空研磨装置来克服真空热爆裂法所带来的问题。

[0029] 具体来说,为了解决图1中现有的四极质谱仪中所存在的技术问题,本公开的各实施例提供了一种分析金属硫化物中的包裹体气相成分的方法,所述方法包括:采用一种提取流体包裹体气体的真空研磨装置对样品4进行研磨以提取所述样品4中的流体包裹体气体,所述样品4中包括金属硫化物;以及采用四极质谱仪对提取出的所述流体包裹体气体进行分析以分析所述金属硫化物中的包裹体气相成分。

[0030] 图2示出了根据本公开的实施例的提取流体包裹体气体的真空研磨装置的结构示意图。图3示出了本公开的真空研磨装置的示例尺寸(其数值的单位例如为毫米)。本公开的提取流体包裹体气体的真空研磨装置,包括底座1、样品罐3、电机5、以及研磨锤头6。

[0031] 如图2-图3所示,底座1的内部具有腔体2,所述腔体2在所述底座1的顶部10上具有开口11。样品罐3被设置为经所述开口11放入所述腔体2内,并用于将样品4容纳在所述样品罐3内。

[0032] 根据本公开的实施例,所述腔体2的纵截面呈T形以使得所述底座1在内壁上具有台阶部16,所述样品罐3通过其顶部的凸缘32固定在所述台阶部16上。

[0033] 例如,腔体2的纵截面呈T形,例如沿着底座1的中心轴的截面呈T形(比如,腔体2可以设置为上部呈直径较大的圆柱形,下部呈直径较小的圆柱形)。例如,通过本公开的台阶部16和凸缘32的相互配合,可以方便地将样品罐3通过开口11放入底座1的内部中的腔体2内。例如,样品罐3可以使用高光洁度材料制作,防止气体吸附。

[0034] 根据本公开的实施例,电机5可拆卸地安装到所述底座1的顶部10上,并封闭所述开口11以将所述样品4封闭在所述腔体2内。

[0035] 例如,电机5可以可拆卸地安装到所述底座1的顶部10上,并且封闭所述开口11以

将所述样品4封闭在所述腔体2内,这样可以使得在将样品罐3放入底座1的腔体2中之后,使其密封在底座1的腔体2中,方便后续抽真空以及研磨样品。

[0036] 根据本公开的实施例,所述底座1的底部14上还设有加热板40,所述加热板40通过热源固定法兰50安装到所述底座1的底部14上。

[0037] 例如,热源固定法兰通过配备加热板,可以对样品罐3中的样品进行加热,受热后腔体2内的气体不易吸附在样品上,容易被真空机械泵抽走,从而保持腔体2内的高真空环境。

[0038] 根据本公开的实施例,所述热源固定法兰50的下部还设有内六角螺丝,所述内六角螺丝能够使得所述提取流体包裹体气体的真空研磨装置固定到实验台上。

[0039] 例如,热源固定法兰50的下部有内六角螺丝,可以将本公开的真空研磨装置固定在实验台上。

[0040] 如图2-图3所示,根据本公开的实施例,研磨锤头6经由联轴器7与所述电机5的输出轴相互连接。所述底座1的侧壁12上还设有与所述腔体2连通的侧壁开孔13,所述侧壁开孔13上连接有真空阀门8,所述真空阀门8被设置为使得所述腔体2能够被抽真空;其中所述研磨锤头6被设置为在所述电机5的驱动下并在所述联轴器7的带动下,对所述样品罐3内的所述样品4进行研磨以提取所述样品4中的流体包裹体气体。

[0041] 例如,联轴器7用于连接电机5的输出轴与研磨锤头6,其作用是使研磨锤头6始终保持中心旋转,而不会发生偏转。例如,底座1可以由高强度不锈钢来制作,底座1的侧壁12上可以连接有真空阀门8。

[0042] 根据本公开的实施例,所述电机5与所述底座1的顶部10之间还设有用于对所述开口11进行密封的密封磁流体60(该密封磁流体60在现有的设备中并不存在,其密封性可以达到 5×10^{-12} Pa。密封磁流体60的上部还可以设置相应的密封法兰)。

[0043] 根据本公开的实施例,所述电机包括调频步进电机;所述真空阀门8与真空泵(例如四极质谱仪中的机械泵RP1、RP2)连接以使得所述腔体2能够被所述真空泵抽真空(例如与四极质谱仪中的气体控制阀SV3连接,以使得所述腔体2能够被所述四极质谱仪中的机械泵抽真空);所述样品罐由高光洁度材料制作;所述底座1由高强度不锈钢材料制作。

[0044] 例如,本公开的电机为调频步进电机,其采用无级变速,并且可以正转反转,能够做到实时调节转速并且转速参数可以实时显示在控制面板上。

[0045] 如图2-图3所示,本公开的提取流体包裹体气体的真空研磨装置还可以包括:压力调节旋钮9,其具有适于旋转的第一端91和用于安装弹簧90的第二端92,所述弹簧90抵接到所述样品罐3的底部30,所述压力调节旋钮9被设置为用于调节所述弹簧90抵接所述样品罐3的底部30的支撑力。

[0046] 例如,通过在压力调节旋钮9的第一端91进行旋转(其上设置有螺纹,方便例如用手指进行转动),可以调节第二端92上的弹簧90抵接所述样品罐3的底部30的支撑力,这样可以根据样品不同而使用不同的支撑力(即向上顶的力),从而调节样品罐与研磨锤头之间的研磨力度,以便适应不同的样品需要而设置不同的研磨力度。

[0047] 根据本公开的实施例,所述底座1的底部14上设有底部开孔15,所述第二端92穿过所述底部开孔15并与所述弹簧90相连接。

[0048] 例如,可以对所述底座1的底部14开孔,以便可以连上压力调节旋钮。压力调节旋

钮的上方放置弹簧90,弹簧的上部顶在样品罐的底部。

[0049] 根据本公开的实施例,所述样品罐3的底部30上设有沉孔31,所述弹簧90的一端抵接到所述沉孔31中,另一端与所述第二端92相连接。

[0050] 例如,样品罐3的底部30上可以设有沉孔31,从而使得弹簧90的一端抵接到所述沉孔31中,另一端与所述第二端92相连接,这样可以使得弹簧的上部顶在样品罐的底部。

[0051] 根据本公开的实施例,所述弹簧90的外围还设置有密封波纹管93,所述压力调节旋钮9被设置为用于调节所述弹簧90在所述密封波纹管93中的行程,以调节所述弹簧90抵接所述样品罐3的底部30的支撑力。

[0052] 例如,弹簧的外围可以用密封波纹管93包住,这样压力调节旋钮9在旋转时可以调节弹簧在密封波纹管93中的行程,从而在弹簧的行程发生改变时,其弹力也相应地改变,从而使得对样品罐的支撑力发生变化,以便适应不同的样品需要而设置不同的研磨力度。

[0053] 基于以上介绍,例如本公开的提取流体包裹体气体的真空研磨装置在工作时,可以采用步进电机转动来带动研磨锤头转动,联轴器能够实时保证研磨锤头进行中心转动而不偏转。步进电机可以实时调节转动速率,从1r/min可以连续调节到100r/min,从而带动研磨锤头来研磨样品。

[0054] 同时,由于本公开的提取流体包裹体气体的真空研磨装置中,在底座下方还设置有压力调节旋钮,该压力调节旋钮与弹簧相连,而弹簧抵住样品罐,因此可以根据不同的样品使用不同向上顶的力,从而可以实时调节样品罐与研磨锤头之间的研磨力度。

[0055] 使用本公开的提取流体包裹体气体的真空研磨装置之后,可以例如使样品最慢在0.5h内研磨完毕,而最快可以在5min内研磨完毕,因此节省了时间成本。而且由于研磨后的粒度可以更细(例如达到150目至200目左右),所以能够使90%的流体包裹体被打开,这样就能减小样品量。此外,由于可以用自动取代手动,因此提高了自动化水平,效率更高。

[0056] 根据本公开的实施例,在采用图2-图3中所示的提取流体包裹体气体的真空研磨装置研磨样品之后,可以采用四极质谱仪对提取出的所述流体包裹体气体进行分析以分析所述金属硫化物中的包裹体气相成分。

[0057] 作为示例,如图4所示,本公开中所采用的四极质谱仪包括以下结构:气体控制阀SV1、气体控制阀SV2、气体控制阀SV3、气体控制阀SV4、气体控制阀ISV、膜压力计DG、针阀VLV、真空电离计IG、四极质谱QMS、分子阀TMP、电磁阀TV1、电磁阀TV2、电磁阀FV、机械泵RP1、以及机械泵RP2;本公开中的提取流体包裹体气体的真空研磨装置中的真空阀门(8)与四极质谱仪中的气体控制阀SV3连接以使得所述腔体(2)能够被所述四极质谱仪抽真空。

[0058] 根据本公开的实施例,所述采用一种提取流体包裹体气体的真空研磨装置对样品(4)进行研磨以提取所述样品(4)中的流体包裹体气体,包括:在将所述样品(4)放入所述样品罐(3)中之后,组装好所述提取流体包裹体气体的真空研磨装置,并将所述真空阀门(8)与所述气体控制阀SV3连接;打开所述真空阀门(8)和所述气体控制阀SV3以利用所述机械泵RP1和所述机械泵RP2对所述真空研磨装置抽真空,待真空度达 5×10^{-6} Pa后关闭所述真空阀门(8)和所述气体控制阀SV3;以及启动所述电机(5),将初始的研磨速率设定为1r/min,待所述研磨锤头(6)转动后再逐渐加大研磨速率,然后待所述样品(4)研磨到所需粒度时关断所述电机(5)以提取所述样品(4)中的流体包裹体气体;其中,根据所述样品(4)的不同来设定不同的研磨速率。

[0059] 作为示例,本公开实施例提供的提取流体包裹体气体的真空研磨装置在应用时,可以采用以下步骤来操作:

1、将步进电机(其上带有密封磁流体60等结构)取下,将样品罐取出。

[0060] 2、将5g样品放入样品罐后将步进电机盖上并固定(例如拧紧螺丝)。

[0061] 3、接通电源,打开加热板,将温度设定在50℃,到达设定温度后,恒温10min。此时打开真空阀门,用真空机械泵(例如四极质谱仪中自带的真空机械泵RP1、RP2)抽真空。这样可以排除样品表面、本公开的真空研磨装置内壁吸附的气体,待本公开的真空研磨装置内真空度达 5×10^{-6} Pa后关闭真空阀门。

[0062] 4、启动步进电机,将初始速率设定为1r/min,确定研磨锤头转动后,再开始逐渐加大速率。可以根据不同样品来设定不同的研磨速率。研磨一段时间后,样品被磨碎到所需粒度,样品内的流体包裹体被打开,气体释放。

[0063] 5、打开真空阀门,使气体缓慢通过真空阀门进入外部质谱仪(例如四极质谱仪)中,从而测定不同气体的成分,以及不同气体成分的摩尔百分含量。

[0064] 根据本公开的实施例,所述采用四极质谱仪对提取出的所述流体包裹体气体进行分析以分析所述金属硫化物中的包裹体气相成分,包括:打开所述真空阀门(8)和所述气体控制阀SV3以使得提取出的所述流体包裹体气体进入所述四极质谱仪;以及打开所述针阀VLV,使得所述提取出的所述流体包裹体气体由于压差而扩散到所述四极质谱QMS中,从而利用所述四极质谱QMS来检测所述金属硫化物中的包裹体气相成分及摩尔百分含量。

[0065] 作为示例,如图4所示,本公开的提取流体包裹体气体的真空研磨装置,例如特别适用于分析金属硫化矿物中流体包裹体气相成分。这是因为,现有的四极质谱仪一般都采用真空热爆裂法提取流体包裹体气体,而如前所述,金属硫化矿物不能运用真空热爆裂法提取。因此,利用本公开的真空研磨装置可以规避真空热爆裂法提取流体包裹体气体的缺陷,从而特别适用于分析金属硫化矿物中流体包裹体气相成分,以克服现有的四极质谱仪的技术缺陷。

[0066] 例如,在高真空(例如 10^{-6} Pa)环境下,采用本公开的提取流体包裹体气体的真空研磨装置,可以以研磨的方式打开流体包裹体(例如金属硫化矿物中流体包裹体),从而能够直接开展对不透明的金属硫化矿物中流体包裹体气相成分的分析。具体操作时,可以采用以下步骤:

1. 称取约5g样品,放入本公开实施例中的提取流体包裹体气体的真空研磨装置中的样品罐中,组装好本公开的真空研磨装置,并将其通过真空阀门与质谱分析仪(例如四极质谱仪)相互连接(如图4所示,可以通过本公开的真空研磨装置的真空阀门与四极质谱仪的SV3相互连接);

2. 打开SV2,利用RP2初抽真空;然后关闭SV2,打开SV1,利用RP1进一步抽真空,待管路内真空度达到 10^{-5} Pa时打开SV3,以便去除样品上吸附的气体,然后关闭SV3;

3. 启动本公开实施例中的真空研磨装置,待一段时间后样品被研磨破碎,包裹体被打开,内部气体释放;

4. 此时再次打开SV3,关闭SV1,打开VLV,气体因为压差扩散到QMS,从而利用QMS来检测气体组分,例如可以获知包裹体内不同气相的成分及摩尔百分含量(例如摩尔百分比);

与现有技术相比,图4所示的利用本公开实施例中的真空研磨装置来分析金属硫化矿

物中流体包裹体气相成分的实施例,具有以下优点:

1、可以将适用于四极质谱分析技术的矿物种类由单一的石英、方解石等透明矿物扩大到大部分的金属硫化矿物(如黄铁矿、黄铜矿、方铅矿等)。

[0067] 2、在地质研究领域,能够提供成岩成矿流体性质及活动演化的直接证据(例如作为反应成矿流体特征直接证据的金属硫化矿物),从而消除间接证据带来的不准确性。

[0068] 通过以上的实施方式的描述,本领域的技术人员可以清楚地了解到本发明还可以通过其他结构来实现,本发明的特征并不局限于上述较佳的实施例。任何熟悉该项技术的人员在本发明的技术领域内,可轻易想到的变化或修饰,都应涵盖在本发明的专利保护范围之内。

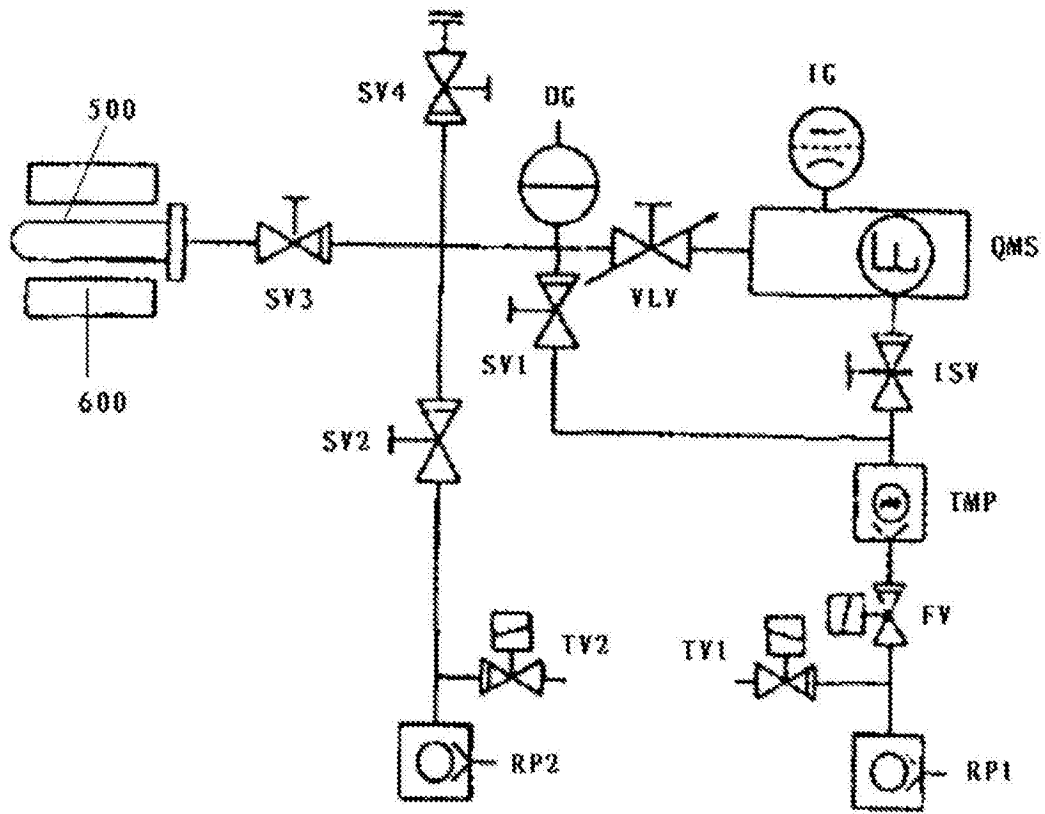


图1

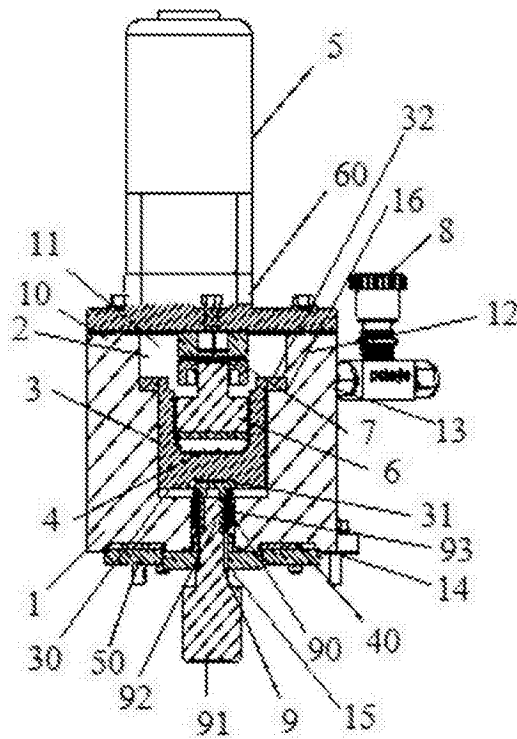


图2

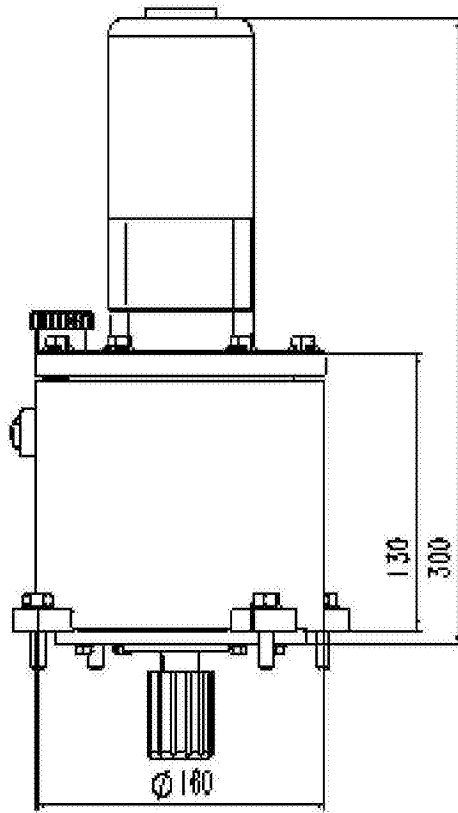


图3

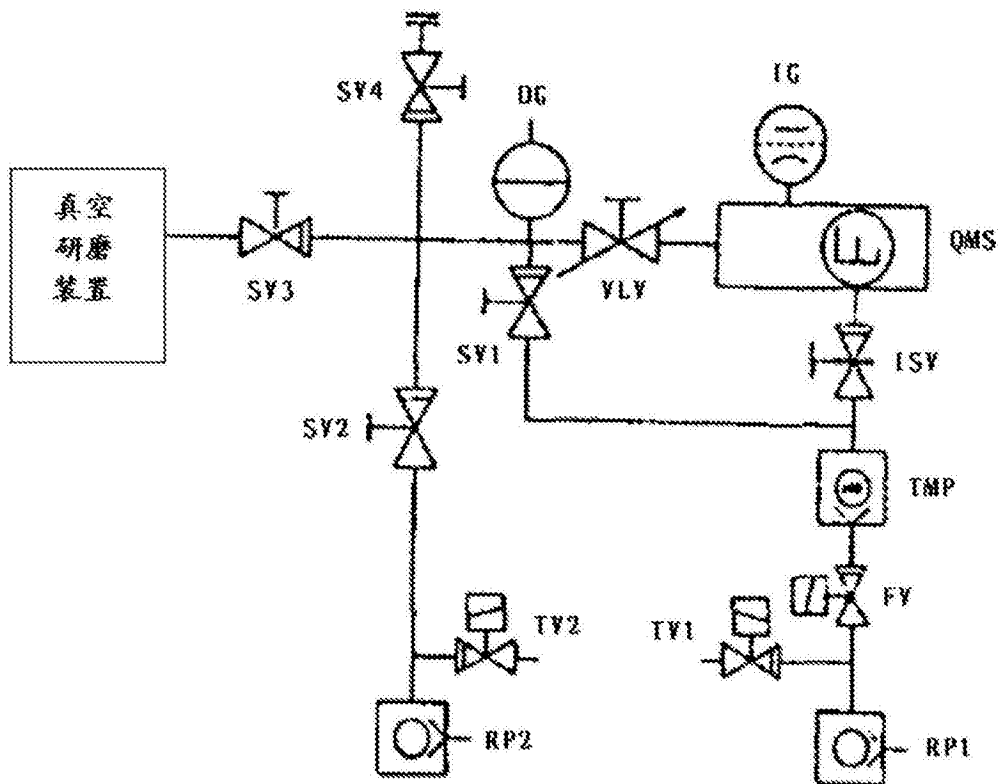


图4