

УДК 621.348.8+536.7

А. Г. Наливайко, И. А. Ратьковский, В. С. Шашкин,
А. И. Волков, О. Н. Комшилова, В. В. Суровцев

**МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ
И ТЕНЗИМЕТРИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ
ПРОЦЕССОВ ГАЗОВЫДЕЛЕНИЯ В СИСТЕМЕ
 $Me_xO_y—B_2O_3—SiO_2$**

При синтезе и эксплуатации в экстремальных условиях стеклообразующих систем $Me_xO_y—B_2O_3—SiO_2$ (Me_xO_y — оксиды щелочных и щелочноземельных металлов) в результате термической диссоциации карбонатов, нитратов и других соединений, входящих в состав шихт,

а также за счет процессов адсорбции происходит обогащение стекол различными газами (CO_2 , H_2O , N_2 и др.). Это в значительной степени может изменить физико-химические показатели стекла. Хроматографический метод анализа газов, образующихся в процессе термической обработки таких систем, не всегда дает желаемый результат.

В настоящем исследовании обсуждается методика использования комбинации масс-спектрометрического метода анализа паровой фазы и тензиметрического метода по определению общего давления газа с помощью кварцевого мембранного нуля-манометра на примере системы $\text{Me}_x\text{O}_y - \text{B}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$ (табл. 1). В работе использовался

Таблица 1

Интенсивности ионных токов, отн. ед., и рассчитанные давления, Па, газообразных компонентов системы $\text{Me}_x\text{O}_y - \text{B}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$

T, K	Масс-спектрометрический метод			Комбинация методов			
	H_2O^+	CO_2^+	N_2^+	$p_{\text{общ}}$	$p_{\text{H}_2\text{O}}$	p_{CO_2}	p_{N_2}
498	27	6	4	1498	1184	159	156
595	57	23	12	3572	2493	613	465
673	85	40	21	5613	3730	1057	824
773	88	47	23	5989	3846	1234	909
873	100	54	26	6804	4374	1416	1013
953	117	53	36	8716	5135	2177	1412
1048	147	129	54	11944	6444	3387	2113
1138	153	150	54	12718	6697	3908	2113

масс-спектрометр типа МИ-1201, снабженный специальной системой напуска анализируемых газов в ионный источник прибора.

Пересчет интенсивностей ионных токов на давление проводился по следующей формуле:

$$p'_{\text{общ}} = p''_{\text{общ}} \sum \frac{I'_i}{\sigma_i} / \sum \frac{I''_i}{\sigma_i},$$

где p — давление газа; I_i — интенсивность ионного тока i -го компонента; σ_i — сечение ионизации молекул, рассчитанное по правилу аддитивности исходя из атомных сечений ионизации.

Калибровочное значение $p_{\text{общ}}$ для пересчета давлений было взято из тензиметрических данных для $T = 700$ К, так как ход температурных зависимостей, построенных по тензиметрическим и масс-спектрометрическим данным в температурном интервале 650—1100 К, был практически одинаков.

Анализ температурных зависимостей для общего давления пара стекла, а также парциальных давлений H_2O , CO_2 и N_2 показал, что их можно разделить на три температурные зоны, соответствующие протеканию различных процессов: I — 490—630, II — 630—860, III — 860—1400 К, термодинамические характеристики которых представлены в табл. 2.

Т а б л и ц а 2

Термодинамические характеристики, кДж/моль, процессов газовой выделения системы $\text{Me}_x\text{O}_y - \text{B}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$

T, К	Масс-спектрометрия				Тензиметрия
	ΔH_T° (общ)	ΔH_T° (H_2O)	ΔH_T° (CO_2)	ΔH_T° (N_2)	ΔH_T° (общ)
490—630	21,2	17,3	31,9	27,2	20,9
630—860	5,0	2,9	7,1	6,0	6,0
860—1400	54,5	55,9	38,2	33,4	44,5

Таким образом, совокупность масс-спектрометрического и тензиметрического метода позволяет определить давление разложения, т. е. давление, создаваемое в системе при каждой конкретной температуре нагрева, характер протекающих процессов, определить состав газовой смеси и парциальные давления компонентов, рассчитать термодинамические характеристики процессов.