

Применение масс-спектрометрии для аттестации геологических образцов в качестве стандартов

Д. А. Тюрин, Г. М. Колесов

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

Получено 31 марта 2010; опубликовано 5 июня 2010.

Приведены результаты определения содержания ряда элементов, преимущественно благородных металлов, никеля, меди и кобальта в образцах, предназначенных для аттестации в качестве стандартных образцов состава ряда природных объектов и вторичного сырья масс-спектрометрическим методом.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: Масс-спектрометрия; благородные металлы; стандартные образцы

Ссылка: Тюрин Д. А. Г. М. Колесов (2010), Применение масс-спектрометрии для аттестации геологических образцов в качестве стандартов, *Вестник ОНЗ РАН*, 2, NZ6028, doi:10.2205/2010NZ000046, 2010

Введение

При определении состава геоматериалов и продуктов экспериментальных исследований (как и при анализе вещества в целом) обычно используются относительные - физические или ядерные методы анализа и содержание элемента/компонента, рассчитывается относительно его содержания в стандарте. Поэтому основное внимание в работе уделено анализу ряда геохимических образцов, выбранных в качестве претендентов на стандартные образцы состава.

Использован масс-спектрометрический метод [Ramendik et al., 1996], широко зарекомендовавший себя как эффективный метод определения элементного состава геохимических объектов и особенно зерен отдельных минералов и включений (табл. 1).

В сообщении приводятся результаты определения содержания некоторых элементов, преимущественно благородных металлов, никеля, меди и кобальта в образцах, предназначенных для аттестации в качестве стандартных образцов состава ряда природных объектов и вторичного сырья.

Таблица 1. Основные характеристики искровой и лазерной масс- спектрометрии

Параметры	Искровая масс-спектрометрия /SM-602 (ANS 2)/	Лазерная масс-спектрометрия /МС-3101/
Минимальная навеска, мг	5	10
Локальность, мм	1	0.3
Послойное разрешение, мкм	10	1
Определяемые элементы	Li – U	Li – U
Определяемые содержания, масс. %	$100 - 10^{-5}$	$100 - 10^{-4}$
Предел обнаружения, масс. %	10^{-6}	10^{-5}
Погрешность, %	10	5

Использовали искровой (SM-602:ANS 2) и лазерный (МС-3101) масс-спектрометры (см. Рис. 1). Разделение ионов по массам происходит в них в статическом масс - анализаторе с двойной фокусировкой. Ионы регистрировались на пленке УФ-4 (см. Рис. 2), измерение плотности «почернения» линий и расчет содержания элементов проводили с помощью автоматизированного измерителя спектров АИС (микроденситометр МД-100-интерфейс-компьютер).

Процедура анализа

Образцы растирали в лейкосапфировой ступке с добавлением этанола до частиц размером несколько мкм. Затем их взвешивали и добавляли внутренние стандарты в виде растворов. В качестве внутренних стандартов использовали Lu, Ir и Bi. Контроль правильности проводили по геологическому стандарту W-2, подготовленному аналогичным образом.

Для элементов платиновой группы нет надежных стандартов, поэтому готовили искусственные синтетические смеси (стандарты) добавлением растворов платиноидов в порошкообразный W-2. Добавляли также графит в качестве проводящей добавки, перемешивали смесь с этанолом, высушивали и прессовали в алюминиевом тигле в виде таблетки. Затем помещали ее в ионный источник.

В качестве противозэлектрода использовали танталовую или медную (для исключения наложения иона TaO⁺ на ¹⁹⁷Au) проволоку диаметром 0.3 мм. Дисперсия единичных измерений линий масс-спектра (S_r) составляла 0.05 – 0.2.

Некоторые результаты анализа различных руд приведены в табл. 2.



Рис. 1. Общий вид масс-спектрометра.

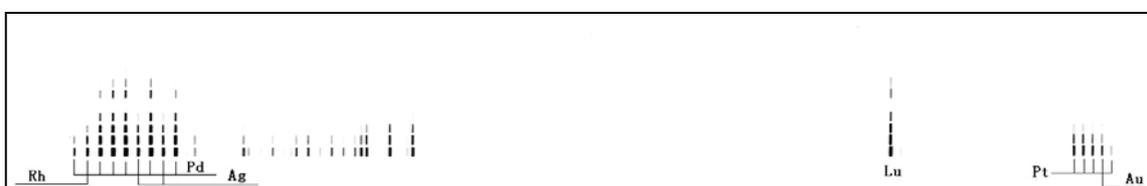


Рис. 2. Спектр масс платиносодержащего образца (по оси ординат – интенсивность, по оси абсцисс – отношение массы к заряду).

Таблица 2. Содержание матричных (Ni, Cu, Co - %) и некоторых микроэлементов (10⁻⁴ %) в сульфидных рудах.

Эл-т	Руда сульфидная медно-никелевая			Смесь пирротиновых руд		
	МС	НАА	Аттест.	МС	НАА	Аттест.
Pt	2.3	2.20	2.1±0.1	2.14	2.16	2.1±0.1
Pd	6.9	-	7.5±0.3	9.08	-	9.4±0.3
Rh	0.07	-	0.069±0.002	0.46	-	0.40±0.03
Ir	<0.03	0.0090	0.0077±0.0014	<0.03	0.051	0.047±0.003
Ru	0.02	0.019	0.019±0.03	0.15	0.152	0.14±0.01
Au	0.44	0.433	0.45±0.08	0.61	0.61	0.65±0.05
Ag	8.6	8.50	8.6±0.4	10.3	10.1	10.4±0.8
Ni	0.80	0.80	0.78±0.02	2.4	2.40	2.42±0.03
Cu	2.4	-	2.36±0.03	3.9	-	3.88±0.03
Co	0.019	0.0191	0.0199±0.0008	0.12	0.111	0.111±0.005
Se	18	18	17 ± 2	38	39	38 ± 4

ТЮРИН И КОЛЕСОВ: ПРИМЕНЕНИЕ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ

Сравнение с данными нейтронно-активационного анализа [Колесов, 1994] и с аттестованными значениями свидетельствует о хорошей сходимости результатов и о перспективности применения масс-спектрометрического метода в исследовании состава разнообразных геологических объектов.

Выводы

Показана возможность применения искровой масс-спектрометрии для проведения аттестации геологических образцов в качестве стандартов на примере сульфидной медно-никелевой и пирротиновых руд.

Литература

Ramendik G. I., I. V. Kinayeva, D. A. Tyurin (1996), Quantitative mass spectrometric element analysis without reference materials using several internal standards, *Journal of Analytical Chemistry*, 354, 150-158.

Колесов Г. М. (1994), Определение микроэлементов. Нейтронно-активационный анализ в геохимии и космохимии, *Журн. аналит. химии*, 49, № 1, 56.

Д. А. ТЮРИН, Г. М. КОЛЕСОВ Учреждение Российской академии наук Институт геохимии и аналитической химии им. В. И. Вернадского РАН, ул. Косыгина 19, 119991 Москва, Россия,
e-mail: dimal991@mail.ru