

# **Определение микроэлементного состава стандартного образца дальневосточного меймечита методом МС-ИСП, используя разные способы пробоподготовки**

*н.с. Жилкина Арина Владимировна*

*Лаборатория методов исследования и анализа веществ и материалов*

Основополагающими в фундаментальных и прикладных исследованиях в области наук о Земле являются экспериментальные данные по геохимии и изотопному составу редких и др. элементов. Качество получаемых экспериментальных данных определяется состоянием лабораторий и использованием методик для анализа геологических объектов. На сегодняшний день большинство геохимических исследований основано на использовании метода масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (МС-ИСП). Ключевыми факторами, часто определяющими точность результатов анализа, являются методика подготовки проб и выбор стандартных образцов (СО) с высокими метрологическими характеристиками, близких по генетическим признакам к исследуемому объекту.

В связи с развитием высокоточных аналитических методов, разработкой и усовершенствованием методик, информация по содержаниям микроэлементов в СО различной природы периодически обновляется, но это касается только СО марок известных производителей. Так СО дальневосточного меймечита (ДВМ) (ГСО 4317–88), который утвержден и допущен к выпуску и применению на территории РФ, был аттестован всего на 38 элементов. Большое количество элементов в сертификате указано с относительной погрешностью определения больше 20%, из редкоземельных элементов (РЗЭ) определен только La, а по Ce даны ориентировочные значения [1]. Отметим, что в 2015 году в работе [2] была опубликована методика пробоподготовки СО ДВМ, и уточнены содержания РЗЭ, Y, Zr, Nb, Hf, Ta и Th. Эта информация стала вспомогательной для определения микроэлементного состава СО ДВМ.

Целью данной работы является создание методик, обеспечивающих получение метрологически обоснованной информации по содержанию микроэлементов в СО ДВМ методом квадрупольной масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (МС-ИСП).

Пробоподготовку осуществляли методами кислотного разложения с использованием кислотной минерализации проб в открытой системе [3] (методика А), и в автоклавном комплексе [4] (методика Б), также использовали разложение с бифторидом аммония в муфельной печи с последующими химическими операциями, проводимыми в открытой системе (методика В). По каждой методике было выполнено 4 параллельных определения. Анализ был выполнен на квадрупольном масс-спектрометре X Series II (Thermo Scientific), обработку данных, проводили с помощью программы iPlasmaProQuad [5].

Качество пробоподготовки и анализа оценивали с помощью международных СО горных пород базальта BCR-2 и диабаз W-2 (USGS, США); серпентинита UB-N (ANTR, Франция) [6,7]. Результаты определения микроэлементов по СО горных пород BCR-2, W-2 сравнивали с данными международной базы данных GeoReM [6].

Разработанные подходы были использованы для определения РЗЭ и др. в СО ДВМ. Сопоставление результатов определения микроэлементов при разных способах пробоподготовки с сертификатом СО ДВМ приведено на рис.1, с литературными данными – на рис.2.

Как видно из рис.1 и рис.2 в большинстве случаев, при использовании методик А, Б,В удалось повысить точность и воспроизводимость определения исследуемых элементов. Анализ результатов определения РЗЭ при разных способах пробоподготовки показал сопоставимость данных между собой и с литературными данными. Кроме результатов

определения La, сравнение которых показало значимое отличие, вероятно связанное с тем, что относительная погрешность в сертификате по La составляет 40%.

Полученные содержания РЗЭ и др. элементов могут быть использованы в качестве промежуточных для переаттестации СО ДВМ в серии ДВ.

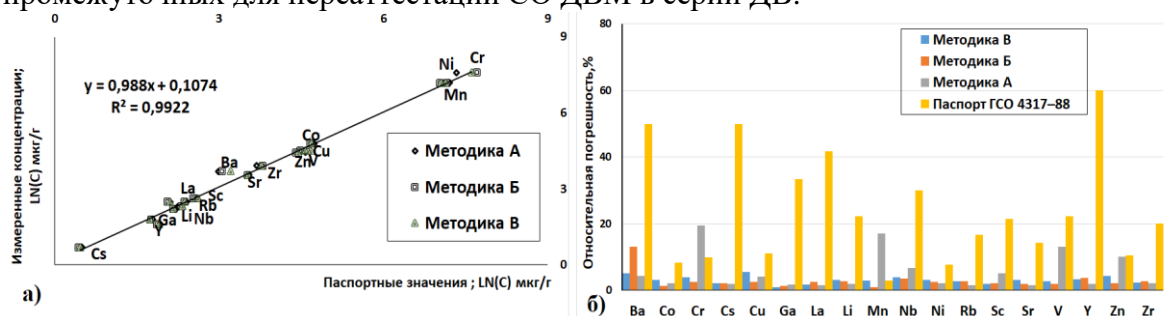


Рис 1. Сопоставление результатов определения микроэлементов в СО ДВМ при разных способах пробоподготовки с сертификатом [1]. а) - график иллюстрирующий близость измеренных концентраций, полученных по методикам А, Б, В к сертификату. б) – сравнение относительных погрешностей (%) методик А, Б, В с сертификатом.

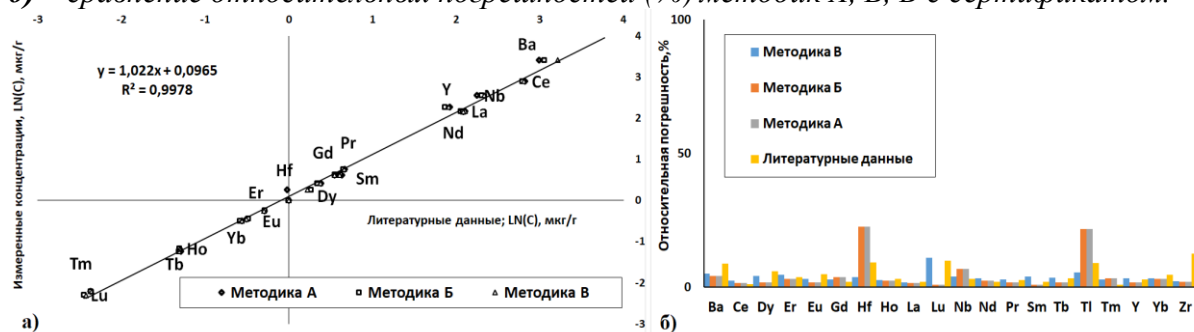


Рис 2. Сопоставление результатов определения микроэлементов в СО ДВМ при разных способах пробоподготовки с литературными данными [2]. а) - график иллюстрирующий близость измеренных концентраций, полученных по методикам А, Б, В к литературным данным. б) – сравнение относительных погрешностей (%) методик А, Б, В с литературными данными.

## Литература:

- [1] Арнаутов Н.В. Стандартные образцы химического состава природных минеральных веществ. Издание второе, испр. и дополненное: Метод. Рекомендации /Арнаутов Н.В.-АН СССР, Сиб. отделение, Институт геологии и геофизики. Новосибирск 1990. 220 с.
- [2] Ясыгина Т.А. и др. Определение РЗЭ, Y, Zr, Nb, Ta, Th в стандартных образцах серии ДВ методом МС-ИСП// Зав. лаборатория диагностика материалов Т81. №2.2015. С.10-20
- [3] В. П. Колотов и др. Новый подход к минерализации образцов в открытой системе для анализа геологических образцов методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой с улучшенными метрологическими характеристиками//Журн. аналит. химии. 2020. Т.75. №5. С.394-407.
- [4] В.К. Карандашев и др. Использование высокообогащенных стабильных изотопов в массовом анализе образцов горных пород, грунтов, почв и донных отложений методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. №7. Т.82. 2016. С.6-15.
- [5] Kolotov V.P. et al. iPlasmaProQuad: A Computer System Based on a Relational DBMS for Processing and Monitoring the Results of Routine Analysis by the ICP-MS Method. // Advances in Geochemistry, Analytical Chemistry, and Planetary Sciences: Special Publication commemorating the 75th Anniversary of the Vernadsky Institute of Geochemistry and Analytical Chemistry of the RAS, Springer, 2022, //Kolotov V.P., Bezaeva N.S. (eds)
- [6] <http://georem.mpch-mainz.gwdg.de/>
- [7] <http://helium.crpq.cnrs-nancy.fr/SARM/pages/geo-standard>