

Определение размера частиц получаемых фосфатов стронция проведено с помощью лазерного гранулометрического анализатора ANALYSETTE 22 NanoTec plus с использованием приставки Wet Dispersion Unit. Измерения проводили с использованием ультразвуковой обработки образцов.

Пример влияния мольного отношения (осадитель : Sr^{2+}) на распределение частиц по размерам приведён на рисунке 1.

Идентификацию образовавшихся фосфатов РЗЭ проводили методом рентгенофазового анализа на дифрактометре X'Pert PRO ($\text{CuK}\alpha$ излучение с β -фильтром (Ni) на вторичном пучке). Расшифровку дифрактограмм осуществляли с использованием программы полнопрофильного анализа Ритвельда и картотеки PDF-2.

К ВОПРОСУ ОБ ОЦЕНКЕ $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ В ХРОМШПИНЕЛИ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ЗОНДОВОГО МИКРОАНАЛИЗА ПО КОЭФФИЦИЕНТАМ ПОГЛОЩЕНИЯ L_{α} -ЛИНИИ Fe

Даниленко И. А.^{1,2}, Замятин Д.А.^{1,2}, Чащухин И.С.², Вотяков С.Л.²

¹⁾ Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург, Россия

²⁾ Институт геологии и геохимии им А.Н.Заварицкого УрО РАН, г. Екатеринбург, РФ
E-mail: ira.dnl2014@gmail.com

EVALUATION OF $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ IONS IN CHROMSPINEL BY ELECTRON PROBE MICROANALYSIS USING ABSORPTION COEFFICIENTS OF Fe L_{α} LINE

Danilenko I. A.^{1,2}, Zamyatin D.A.^{1,2}, Chashchukhin I.S.², Votyakov S.L.²

¹⁾ Ural Federal University, Yekaterinburg, Russia

²⁾ Zavaritsky Institute of Geology and Geochemistry, Ural Branch, Russian Academy of Science, Yekaterinburg, Russia

In this paper, the concentrations of iron ions of Fe^{2+} , Fe^{3+} are evaluated in chromspinel using absorption coefficients of $\text{Fe}L_{\alpha}$ line by electron probe microanalysis. The results of $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ are compared with data of Mossbauer spectroscopy.

Оценка отношения $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ в минералах с использованием электронно-зондового микроанализа (ЭЗМА), обычно, основана на эффекте самопоглощения рентгеновских эмиссионных $\text{Fe}L_{\alpha,\beta}$ -линий [1]. В работе [2] были рассмотрены различные подходы к анализу и обработке экспериментальных данных, в частности, для хромшпинелей, было показано, что на корректность оценки значения $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ в минералах сложного состава значительное влияние оказывают матричные эффекты – состав минерала, его флуоресценция и самопоглощение эмиссионных линий. Анализ влияния этих факторов на форму $\text{Fe}L_{\alpha,\beta}$ -линий требует широкого набора эталонов различных минеральных фаз и получения

соответствующих градировок; только на их основе возможна количественная оценка отношения Fe^{2+}/Fe^{3+} . Более универсальный подход, основанный на аддитивности вкладов различных атомов в коэффициент поглощения и заключающийся в определении содержания разно-валентных состояний по коэффициентам поглощения L_{α} – линии атома краем его L_{III} -линии, предложен в работе [3].

Цель настоящей работы – реализация данного подхода для определения содержания Fe^{3+} , Fe^{2+} и его апробация для хромшпинели сложного переменного состава из уральских ультрамафитовых массивов [4].

Анализ общего содержания Fe проводился по K_{α} -линии (микроанализатор Camеsa SX100; кристалл-анализатор LiF; $U=15$ кВ, $I=20$ нА); регистрация спектров осуществлялась с использованием кристалл-анализатора ТАР ($U=5, 10$ и 15 кВ, $I=100$ нА); образцы сравнения – гематит и металлическое железо. По данным месбауэровской спектроскопии значение $Fe^{3+}/Fe_{общ}$ в пробах хромшпинелей составляет 8-32 %.

В основе методики лежит аддитивность вклада атомов Fe^{2+} и Fe^{3+} в коэффициент поглощения Fe и корреляционная зависимость коэффициента поглощения Fe с относительной интенсивностью FeL_{α} при двух ускоряющих напряжениях, которая строится с использованием ZAF-коррекции матричных эффектов. Определение содержания Fe^{2+}/Fe^{3+} производится путем определения коэффициентов поглощения L_{α} -линии атома Fe его L_{III} – краем [3] с использованием этой зависимости, которая практически не зависит от химического состава минерала и определяется коэффициентами поглощения. Преимущество метода заключается в учете матричных эффектов поглощения, отсутствии необходимости регистрации всего спектра и использования наборов стандартов, близких к исследуемому минералу. Для применения метода необходимо определение химического состава минерала, измерение интенсивности в максимуме FeL_{α} и в положении, свободном от поглощения его L_{III} -краем при двух ускоряющих напряжениях.

В настоящей работе использована методика авторов [3] для определения Fe^{2+}/Fe^{3+} в серии хромитов. Результаты ее применения сопоставлены с ранее полученными данными другими методами – по анализу формы линии $FeL_{\alpha\beta}$, стехиометрии состава и месбауэровской спектроскопии [2].

Работа выполнена в ЦКП УрО РАН «Геоаналитик» в рамках темы № АААА-А19-119071090011-6 государственного задания ИГГ УрО РАН.

2. Albee A.L., Chodos A.A. American Mineralogist. V. 55, № ¾, P. 103-107 (1970)
3. Даниленко И. А., Замятин Д. А., Чашухин И. С., Вотяков С.Л., Ежегодник -2018, Тр. ИГГ УрО РАН, 166, 179-188 (2019)
4. Куликова И.М., Баринский Р.Л., ЗВМО №2, С.115-119
5. Чашухин И.С., Вотяков С.Л., Щапова Ю.В. Кристаллохимия хромшпинели и окситермобарометрия ультрамафитов складчатых областей. Монография. Екатеринбург. (2007)