

ОПРЕДЕЛЕНИЕ Rb, Sr, Cs, Ba, Pb В КАЛИЕВЫХ ПОЛЕВЫХ ШПАТАХ ИЗ МАЛЫХ НАВЕСОК МЕТОДОМ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА С ПОЛНЫМ ВНЕШНИМ ОТРАЖЕНИЕМ

Т.Ю. Черкашина¹, С.В. Пантеева¹, А.Л. Финкельштейн², В.М. Макагон²

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт земной коры
Сибирского отделения Российской академии наук
664033, г. Иркутск, Лермонтова, 128
tcherk@crust.irk.ru

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт геохимии им.
А.П. Виноградова Сибирского отделения РАН
664033, г. Иркутск, Фаворского, 1А

Дата поступления рукописи статьи в редакцию: 22 мая 2012 г.

Приведены результаты определения Rb, Sr, Cs, Ba и Pb в полевых шпатах из малых навесок массой 50 мг методом рентгенофлуоресцентного анализа с полным внешним отражением (РФА ПВО). Содержания элементов оценили способом внутреннего стандарта. В качестве внутреннего стандарта использовали введенный в пробу стандартный раствор Se, либо элемент Rb, содержания которого в пробе предварительно определены или известны. Правильность определения элементов оценили сопоставлением с содержанием в стандартных образцах гранитоидов и образцах калиевых полевых шпатов.

Ключевые слова: рентгенофлуоресцентный анализ с полным внешним отражением, РФА ПВО, суспензия, калиевые полевые шпаты.

Черкашина Татьяна Юрьевна – кандидат геолого-минералогических наук, младший научный сотрудник Аналитического центра Института земной коры СО РАН.

Область научных интересов – рентгенофлуоресцентный анализ природных объектов, геохимические исследования осадочных горных пород.

Автор 38 научных публикаций.

Пантеева Светлана Владимировна – младший научный сотрудник Аналитического центра Института земной коры СО РАН.

Область научных интересов – масс-спектрометрический с индуктивно связанной плазмой анализ природных материалов, геохимия редкоземельных элементов, рентгенофлуоресцентный анализ природных объектов.

Автор 25 научных публикаций.

Финкельштейн Александр Львович – доктор технических наук, заведующий лабораторией рентгеновских методов анализа Института геохимии СО РАН.

Область научных интересов – рентгеноспектральный анализ, рентгенофлуоресцентный анализ, анализ вещества в геохимии, анализ объектов окружающей среды.

Автор более 100 публикаций.

Макагон Владимир Митрофанович – кандидат геолого-минералогических наук, ведущий научный сотрудник лаборатории геохимии процессов пегматитообразования Института геохимии СО РАН.

Область научных интересов – геохимия и петрология гранитов и гранитных пегматитов.

Автор более 200 научных публикаций.

ВВЕДЕНИЕ

При изучении геологических процессов образования горных пород для определения условий их формирования необходима информация о составе калиевых полевых шпатов (КПШ). Поскольку

КПШ имеют широкое распространение в породах, особенно в гранитоидах и пегматитах, то их состав и структурные особенности часто используются для геохимической характеристики определенных типов этих пород [1-3]. Типоморфными при геохимических исследованиях КПШ являются Rb, Sr, Cs,

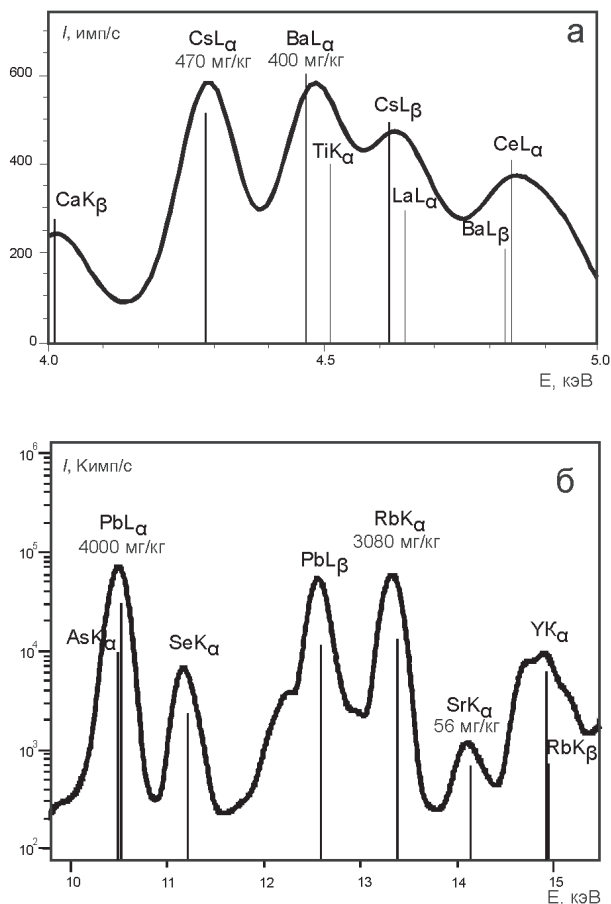


Рис. 1. Рентгеновский спектр в диапазонах энергий: а) 4-5 кэВ, б) 10-15 кэВ вблизи аналитических линий определяемых элементов для образца КПШ К-19/2

Ва, Pb. Так, барий является показателем глубины образования магматических пород. Отношения Rb/Cs и Ва/Rb в КПШ важны при поисково-разведочных работах для определения специализации и оценки редкометальной рудоносности пегматитов [3, 4], то есть являются геохимическими индикаторами специализации и промышленной ценности пегматитов. Для изучения упомянутых элементов в горных породах широко используется метод рентгенофлуоресцентного анализа (РФА), позволяющий определять содержание элементов в образцах массой более 0.5-1 г [5, 6]. Выделение из породы мономинеральной фракции КПШ является достаточно трудоемким процессом и требует специальных навыков. Поэтому перспективным для определения рассеянных элементов в КПШ представляется использование варианта РФА с полным внешним отражением (РФА ПВО), обеспечивающего многоэлементный анализ малых количеств вещества массой порядка 0.05 г при сравнительно низких пределах обнаружения [7-9]. Целью настоящей работы является исследование возможности определения Rb, Sr, Cs, Ва и Pb в образцах калиевых полевых шпатов из малых навесок методом РФА ПВО.

Для подготовки образцов гранатов массой 10-20 мг к РФА ПВО в работе [7] предложен способ,

закрывающийся в сплавлении пробы с метаборатом лития с последующим переводением стекловидного плава в раствор и нанесением раствора на кварцевый отражатель. В работе [8] готовили суспензии порошка горной породы с последующим нанесением их на отражатель и высушиванием. Последний способ приготовления проб к РФА ПВО менее трудоемкий и, поэтому, представляется предпочтительным.

При РФА ПВО содержания элементов определяют, как правило, способом внутреннего стандарта. Внутренний стандарт позволяет снизить влияние неоднородности распределения исследуемого материала на отражателе. В качестве элемента сравнения выбирают элемент, содержание которого в пробе мало и его характеристические линии рентгеновского спектра не мешают определению других элементов пробы [9, 10]. В настоящей работе для оценки концентраций Rb, Sr, Cs, Ва и Pb в образцах КПШ в качестве внутреннего стандарта использовали Se, поскольку содержание этого элемента в горных породах меньше 1 мг/кг.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Аппаратура и условия измерения

Измерения выполнены на спектрометре S2 PICOFOX с геометрией ПВО фирмы Bruker Nano GmbH (Германия). Спектрометр оснащен металло-керамической рентгеновской трубкой с Мо-анодом и воздушным охлаждением, плоским многослойным монохроматором (Ni/C) и кремний-дрейфовым детектором (SDD) площадью 10 мм² с энергетическим разрешением 135 эВ на MnK_α-линии [11].

Эксперимент проводили при следующих условиях: напряжение на рентгеновской трубке 50 кВ, сила тока 750 мкА, общее время измерения для всех элементов составило 1000 с. Обработка рентгеновских спектров и учет наложения отдельных пиков флуоресценции выполнены с помощью программного обеспечения SPECTRA 5.3, поставляемого со спектрометром [12].

В качестве аналитических линий Rb, Sr и элемента сравнения Se использовали K_α-линии. В качестве аналитических линий Cs, Ва и Pb – L_α-линии.

На рис. 1 приведены фрагменты рентгеновского спектра в диапазонах энергий 4-5 и 10-15 кэВ вблизи аналитических линий определяемых элементов для образца КПШ К-19/2. На рисунке даны уровни содержаний определяемых элементов. Видно наложение TiK_α - (4.510 кэВ), CsL_α - (4.286 кэВ), CsL_β - (4.620 кэВ) и LaL_α - (4.651 кэВ) линий на BaL_α-линию (4.467 кэВ). На PbL_α-линию (10.549 кэВ) налагается AsK_α-линия (10.543 кэВ). Диапазоны содержаний Ti, Cs, La и Ва в гранитах и гранитоидах составляют (в мг/кг): 1000-5000, 1-100, 10-200, 10-2000, соответственно. Содержание As в гранитоидах, как правило, менее 2 мг/кг, а содержание Pb достигает 30 мг/кг [13].

Подготовка проб к анализу

Для выполнения РФА ПВО готовили суспензии стандартных образцов (СО) и образцов КПШ. СО представляют собой порошки с размером частиц менее 63 мкм (остаток на сите 230 меш менее 1 % мас.). Образцы КПШ истирали в агатовой ступке вручную с добавлением спирта. Размеры частиц образцов КПШ изучены на электронно-зондовом микроанализаторе Superprobe JXA-8200 (JEOL, Япония). Изображение в обратно рассеянных электронах фрагмента порошка КПШ, нанесенного на проводящий скотч, приведено на рис. 2. Основную массу образца полевого шпата составляют частицы размером 5-10 мкм. Наблюдаются также агрегаты частиц размером менее 5 мкм и несколько частиц, размер которых достигает приблизительно 50 мкм.

Массу порошка пробы 0.05 г смешивали с 2.5 мл 1 % водного раствора Triton X-100 [11]. Добавка поверхностно-активного вещества Triton X-100 способствует приготовлению гомогенной взвеси. В полученную суспензию добавляли 100 мкл стандартного раствора Se с концентрацией 100 мг/л (CertiPUR, Merck). Для получения гидрофобной поверхности предварительно на кварцевые отражатели наносили 10 мкл раствора силикона в изопропанол (Serva). После тщательного перемешивания 10 мкл суспензий наносили микропипеткой на отражатели и высушивали под настольной лампой. Количество сухого вещества, нанесенного на отражатель, составило 200 мкг.

На рис. 3 приведено изображение суспензии СО G-2, нанесенной на кварцевый отражатель, полученное с помощью оптического микроскопа (увеличение $\times 40$). Размер пятна суспензии на кварцевой подложке составляет 3 мм. Частицы порошка равномерно распределены в объеме суспензии. Темные включения на поверхности суспензии представляют собой сравнительно крупные частицы (~50 мкм) темноцветных минералов гранита.

Поверхностная плотность приготовленных суспензий на кварцевом отражателе составила величину приблизительно 3 мг/см². Поверхностная плотность, соответствующая критерию «тонкого» слоя [10], составляет величину $3 \cdot 10^{-3}$ мг/см². Таким образом, образцы суспензии не удовлетворяют критерию «тонкого» слоя и не обеспечивают полное внешнее отражение рентгеновского излучения. Несмотря на отсутствие эффекта полного внешнего отражения для образца суспензии контрастность спектра (см. рис. 1) вполне достаточна для определения рассматриваемых элементов.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Для исследования выбрали СО горных пород с высоким содержанием полевых шпатов: СО гранитов (MGT-1, OShBO-1, G-2, GA), гранодиоритов (JG-1, JG-2, МК-1, МК-2) и риолита RGM-1, а также

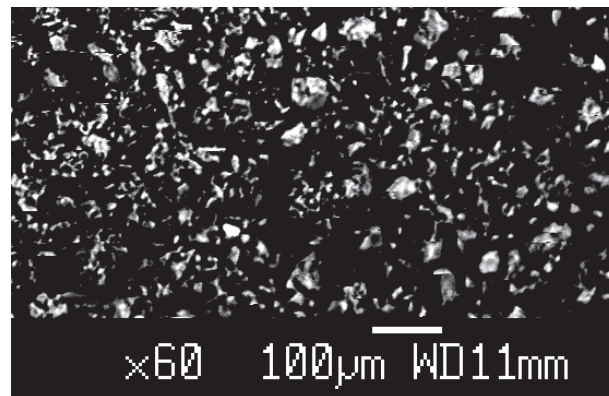


Рис. 2. Изображение в обратно рассеянных электронах фрагмента порошка КПШ, полученное на электронно-зондовом микроанализаторе Superprobe JXA-8200

образцы КПШ с неизвестным содержанием Rb, Sr, Cs, Ba и Pb.

Рассмотрели два варианта использования внутреннего стандарта. В первом в качестве внутреннего стандарта использовали введенный в пробу стандартный раствор Se, во втором – элемент Rb. Мы рассмотрели возможность использования Rb в качестве элемента сравнения, поскольку группа щелочных элементов в КПШ и гранитоидах почти всегда определяется методом пламенной фотометрии (ПФ). Использование в качестве внутреннего стандарта известных содержаний Rb позволяет существенно упростить процедуру анализа и не вводить дополнительно в пробу внутренний стандарт.

Для оценки составляющих погрешности определения элементов планировали эксперимент по схеме однофакторного дисперсионного анализа. Из материала СО и образцов КПШ брали по 2 навески массой 50 мг и готовили суспензии; в приготовленные суспензии вводили стандартный раствор Se, затем аликвоту объемом 10 мкл наносили на

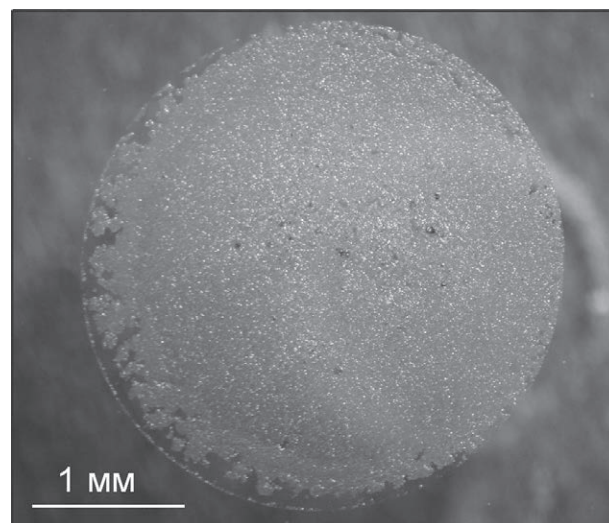


Рис. 3. Изображение суспензии СО G-2, нанесенной на кварцевый отражатель, полученное с помощью оптического микроскопа

Таблица 1

Результаты дисперсионного анализа погрешности, %

Аналит	Диапазон, %	Внутренний стандарт Rb			Внутренний стандарт Se			$\sigma_{д.г}$, %
		V_B	$V_{пп}$	V_{Σ}	V_B	$V_{пп}$	V_{Σ}	
Sr	0.002-0.05	6	н/з	6	7	н/з	7	30-17
Rb	0.012-0.2	–	–	–	12	н/з	12	30-14
Pb	0.002-0.6	10	н/з	10	9	н/з	9	30-9
Ba	0.005-0.2	7	н/з	7	9	н/з	9	30-19
Cs	0.002-0.3	11	н/з	11	8	н/з	8	30-14

Примечание: н/з – погрешность незначима, $\sigma_{д.г}$ – допустимое среднее квадратическое относительное отклонение [11].

две кварцевых подложки, от которых по три раза регистрировали интенсивности аналитических линий определяемых элементов при независимой установке образца в спектрометр. Спланированный по такой схеме эксперимент позволяет разложить суммарную погрешность (коэффициент вариации V_{Σ}) на составляющие:

$$V_{\Sigma}^2 = V_B^2 + V_{III}^2,$$

где V_B – коэффициент вариации, характеризующий воспроизводимость измерения аналитического сигнала от одного излучателя; $V_{пп}$ – коэффициент вариации, характеризующий стабильность условий приготовления излучателей из одной и той же пробы, включая операцию введения внутреннего стандарта. Результаты дисперсионного анализа погрешности представлены в табл. 1. В табл. 1 приведены оценки погрешности с использованием в качестве внутреннего стандарта элемента Se, введенного в пробу, и элемента Rb, содержания которого в пробах известны. Диапазоны изменения суммарных погрешностей V_{Σ} для проб с внутренним стандартом Se и Rb примерно одинаковы и находятся в пределах от 6 до 12 %. Погрешности приготовления излучателей $V_{пп}$ незначимы на фоне погрешностей V_B измерения для всех определяемых элементов. Незначимая погрешность приготовления излучателей свидетельствует в пользу достаточно равномерного распределения порошка суспензии, показанного на рис. 3. Значения суммарных погрешностей V_{Σ} не превышают значений допустимых средних квадратических относительных отклонений $\sigma_{д.г}$, регламентируемых отраслевым стандартом НСАМ «ВИМС» [14].

Пределы обнаружения C_{min} элементов для суспензий СО гранитов и гранодиоритов оценили по формуле $C_{min} = 3\sigma_{хол}(C_i/I_i)$, где C_i и I_i – содержание и интенсивность флуоресценции аналита в СО; $\sigma_{хол}$ – стандартное отклонение, характеризующее разброс результатов определения интенсивности фона от холостой пробы. Величину $\sigma_{хол}$ оценивали по результатам измерений интенсивности фона от 20 излучателей, полученных путём нанесения суспензии диоксида кремния. Значения C_{min} для Rb, Sr, Cs, Ba и Pb составили (мг/кг): 1, 1, 15, 7 и 1.

В табл. 2 приведено сопоставление результатов определения элементов в СО горных пород методом РФА ПВО с аттестованными значениями содержаний этих элементов из базы данных [15]. Для Sr, Cs, Ba и Pb приведены результаты РФА ПВО, полученные с использованием в качестве внутреннего стандарта элемента Se, введенного в пробу, и элемента Rb, содержания которого в СО известны. Относительное расхождение результатов анализа, полученных с использованием элемента сравнения Rb, для Sr и Ba составило от 0.8 до 15 %, для Pb и Cs – от 2 до 27 %. Значения относительного расхождения результатов определения Rb, Sr и Ba с использованием внутреннего стандарта Se находятся в диапазоне от 1 до 23 %, для Pb и Cs – от 3 до 20 %. Таким образом, величина относительного расхождения результатов РФА ПВО не превышает 30 %, что является допустимым для результатов анализа геологических проб при определении концентраций элементов в диапазоне 0.0001–0.2 % [14]. При определении Pb с помощью элементов сравнения Se и Rb наблюдается систематическое занижение результатов (1-20 % отн.). Оценка значимости расхождений результатов определения Pb с аттестованными значениями в СО с помощью критерия Стьюдента показала их статистическую значимость, так как $t_{расч}$ изменяется в диапазоне 2-12, и больше $t_{табл} = 2.16$ [16]. По нашему мнению, систематическое отклонение результатов определений Pb обусловлено недостаточно точным разделением пиков в спектре при помощи программного обеспечения спектрометра.

В табл. 3 приведены результаты определения Rb, Sr, Ba и Pb в СО полевых шпатов JF-1 и JF-2 [15]. В образцах JF-1 и JF-2 аттестованные значения для Cs ниже предела обнаружения 15 мг/кг. Как следует из табл. 3, относительные расхождения между результатами определения элементов и аттестованными значениями составили менее 10 %.

В табл. 4 приведены результаты определения Rb, Sr, Cs, Ba методом РФА ПВО, ПФ и атомно-эмиссионного спектрального (АЭС) анализа в образцах КПШ. Содержания Rb и Cs определяли методом ПФ в Институте геохимии СО РАН (аналитик Хмелевская И.М.). Навеску массой 0.25 г разлагали

Таблица 2

Сопоставление результатов определения элементов в СО горных пород методом РФА ПВО с аттестованными значениями содержания, мг/кг

СО	Rb		Sr		Ba		Pb		Cs	
	C ^{Se} ± Δ	C _{атт}	C ^{Se} ± Δ	C ^{Rb} ± Δ	C ^{Se} ± Δ	C ^{Rb} ± Δ	C ^{Se} ± Δ	C ^{Rb} ± Δ	C ^{Se} ± Δ	C ^{Rb} ± Δ
JG-1a	162 ± 19	180	158 ± 14	180 ± 9	470 ± 35	458 ± 25	27 ± 2	25 ± 2	<15	<15
JG-2	260 ± 25	297	15 ± 1	18 ± 1	61 ± 5	69 ± 4	67	30 ± 2	<15	<15
MGT-1	176 ± 18	149	105 ± 10	122 ± 6	355 ± 26	346 ± 19	344	19 ± 2	<15	<15
G-2	155 ± 14	170	435 ± 39	485 ± 24	1630 ± 113	1990 ± 93	1882	26 ± 2	<15	<15
RGM-1	136 ± 13	149	98 ± 9	113 ± 6	778 ± 57	780 ± 38	807	20 ± 2	20 ± 1	22 ± 1
GA	158 ± 14	175	280 ± 27	295 ± 14	800 ± 59	837 ± 40	840	29 ± 2	<15	<15
OShBO-1	2000 ± 190	2380	16 ± 1	14 ± 1	16 ± 1	15 ± 1	13	50 ± 4	60 ± 7	68 ± 7
MK-1	148 ± 14	160	450 ± 43	455 ± 22	1300 ± 93	1340 ± 66	1400	144 ± 12	<15	<15
MK-2	110 ± 10	121	487 ± 47	504 ± 25	940 ± 62	955 ± 45	970	15 ± 1	17 ± 1	23 ± 1

Примечание: C^{Se} и C^{Rb} – среднее значение содержания элемента с использованием внутреннего стандарта Se или Rb. Доверительный интервал расчитан при доверительной вероятности P = 0.95 и числе измерений n = 6; н.а. – содержание элемента в СО не аттестовано.

Таблица 3

Результаты определения элементов в СО полевых шпатов JF-1 и JF-2, мг/кг

Образец	Rb		Sr		Ba		Pb	
	C ^{Se} ± Δ	C _{атт}	C ^{Se} ± Δ	C ^{Rb} ± Δ	C ^{Se} ± Δ	C ^{Rb} ± Δ	C _{атт}	C ^{Se} ± Δ
JF-1	238 ± 23	264	152 ± 15	156 ± 8	1645 ± 121	1695 ± 93	1680	36 ± 3
JF-2	198 ± 19	218	175 ± 17	194 ± 10	313 ± 23	345 ± 19	320	51 ± 4

Таблица 4

Сопоставление результатов анализа проб КПШ методом РФА ПВО с данными методов ПФ и АЭС, мг/кг

Образец	Rb		Cs				Sr				Ba					
	РФА ПВО		ПФ		РФА ПВО		ПФ		РФА ПВО		АЭС		РФА ПВО		АЭС	
	C ^{Se} ± Δ	C _{атт}	C ^{Se} ± Δ	C ^{Rb} ± Δ	C ^{Se} ± Δ	C ^{Rb} ± Δ	C ^{Se} ± Δ	C ^{Rb} ± Δ	C ^{Se} ± Δ	C ^{Rb} ± Δ	C ^{Se} ± Δ	C ^{Rb} ± Δ	C ^{Se} ± Δ	C ^{Rb} ± Δ	C ^{Se} ± Δ	C ^{Rb} ± Δ
K-19/2	3080 ± 244	4300	4300	470 ± 48	485	46 ± 2	56 ± 4	<50	380 ± 18	400 ± 18	<50	380 ± 18	400 ± 18	460	460	
K-6/1	1230 ± 81	1650	1650	340 ± 38	314	15 ± 1	20 ± 1	<50	340 ± 19	390 ± 19	<50	340 ± 19	370	370		
K-13/4	20 ± 2	<2	<2	<15	<2	11 ± 1	11 ± 1	<50	20 ± 1	25 ± 1	<50	20 ± 1	<50	<50	<50	
B-3168	3630 ± 242	4800	4800	125 ± 12	160	43 ± 3	52 ± 3	<50	400 ± 23	480 ± 24	<50	400 ± 23	430	430		
T-2359	16500 ± 1600	17300	17300	1450 ± 96	1750	200 ± 10	180 ± 18	170	<7	<7	<50	<7	<50	<50		
M-2411	23450 ± 2200	24300	24300	1940 ± 207	2750	180 ± 9	190 ± 9	220	18 ± 1	19 ± 1	<50	18 ± 1	<50	<50		
X-2	1100 ± 104	1160	1160	<15	6	23 ± 1	25 ± 1	<50	600 ± 26	660 ± 26	<50	600 ± 26	705	705		
6358	230 ± 22	260	260	<15	<2	970 ± 48	1180 ± 59	1100	19180 ± 895	24130 ± 1188	1100	19180 ± 895	26500	26500		

Примечание: C^{Se} и C^{Rb} – среднее значение содержания элемента с использованием внутреннего стандарта Se или Rb. Доверительный интервал расчитан при доверительной вероятности P = 0.95 и числе измерений n = 6.

смесью хлорной и плавиковой кислот. Измерения выполнены на дифракционном спектрометре ДФС-12 (ЛОМО, Россия) с использованием пламени пропан-воздух. Содержания Ва и Sr определяли методом АЭС анализа в Институте земной коры СО РАН (аналитик Щербань В.В.). Измерения выполнены на дифракционном спектрографе ДФС-13 с испарением пробы в графитовом электроде в дуге постоянного тока с принудительным воздушным охлаждением в горелке Сталлвуда при силе тока 18 А.

Из табл. 4 видно общее удовлетворительное согласие между результатами определений элементов методом РФА ПВО и методов ПФ и АЭС. Относительное расхождение результатов определений Rb, Sr и Ва меньше $1.6 \cdot \sigma_{д,р}$, что соответствует III категории точности анализа минерального сырья [14]. Использование в качестве внутреннего стандарта Rb для определения Sr и Ва обеспечивает меньшее относительное расхождение результатов анализа, чем при использовании элемента сравнения Se. При определении Rb и Cs с использованием внутреннего стандарта Se наблюдается систематическое занижение результатов РФА ПВО, что, вероятно, обусловлено недостаточно полным учетом матричных эффектов. Так, значение относительного расхождения результатов определения Cs достигает 48 % для образца К-19/2. Использование элемента сравнения Rb обеспечивает относительное расхождение между результатами меньше допустимого $\sigma_{д,р}$ – 18-30 % для диапазона содержаний 0.19-0.02 %.

ВЫВОДЫ

Таким образом, метод РФА ПВО позволяет определить Rb, Sr, Cs, Ва и Pb в полевых шпатах из навесок массой 50 мг в диапазоне содержаний от 0.002 до первых процентов. Коэффициент вариации, характеризующий воспроизводимость измерения, составляет величину 6-12 %. Рассчитанные значения пределов обнаружения определяемых элементов для спектрометра S2 PICOFOX составили 1-15 мг/кг.

Рассмотрены два варианта использования внутреннего стандарта: введение в пробу стандартного раствора Se с концентрацией 100 мг/л, либо элемента Rb, содержания которого в образцах предварительно определены методом пламенной фотометрии. Сопоставление результатов определений Rb, Sr, Cs, Ва и Pb в СО и образцах КПШ методом РФА ПВО с данными методов АЭС и ПФ показало, что относительное расхождение результатов РФА ПВО составило 1.0-30 % в зависимости от уровня содержаний определяемых элементов.

Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант № 10-07-00051-а

ЛИТЕРАТУРА

1. Антипин В.С., Петрова З.И., Кузьмин М.И. Щелочные полевые шпаты гранитоидов различного генезиса // Геохимия. 1975, № 9. С. 1317-1328.
2. Загорский В.Е., Макагон В.М., Шмакин Б.М. Редкометалльные пегматиты. Гранитные пегматиты, Т. 2. Новосибирск: Наука, Сиб. предприятие РАН. 1997. 285 с.
3. Шмакин Б.М., Загорский В.Е., Макагон В.М. Редкоземельные пегматиты. Пегматиты необычного состава. Гранитные пегматиты, Т. 4. Новосибирск: Наука. 2007. 432 с.
4. Макагон В.М., Шмакин Б.М. Геохимия главных формаций гранитных пегматитов. Новосибирск: Наука. 1988. 210 с.
5. Revenko A.G. X-ray fluorescence analysis of rocks, soils and sediments // X-Ray Spectrometry. 2002. V. 31, № 3. P. 264-273.
6. Ревенко А.Г. Рентгенофлуоресцентный анализ горных пород, почв и донных отложений // Аналитика и контроль. 2002. Т. 6, № 3. С. 231-246.
7. Total-reflection X-ray fluorescence analysis of geological microsamples / M. Ebert et al. // Spectrochim. Acta. Part B. 2000. V. 55. P. 205-212.
8. Оценка возможности применения рентгеновского спектрометра с полным внешним отражением S2 PICOFOX для анализа горных пород / С.В. Пантеева и [др.] // Аналитика и контроль. 2011. Т. 15, № 3. С. 344-352.
9. Алов Н.В. Рентгенофлуоресцентный анализ с полным внешним отражением: физические основы и аналитическое применение (Обзор) // Завод. лаборатория. Диагностика материалов. 2010. Т. 76, № 1. С. 4-14.
10. Klockenkamper R. Total-reflection X-ray fluorescence analysis. New York: J. Wiley & Sons. 1997. 140 p.
11. TRFA-спектрометр для элементного анализа. Руководство по эксплуатации. Berlin: Bruker AXS Microanalysis GmbH, 2007. 127 с.
12. SPECTRA 5.3. Berlin: Bruker AXS Microanalysis GmbH, 2007.
13. Интерпретация геохимических данных / [Под ред. Е.В. Склярова]. М.: Интермет Инжиниринг, 2001. 288 с.
14. ОСТ 41-08-212-04. Стандарт отрасли. Управление качеством аналитических работ. Нормы погрешности при определении химического состава минерального сырья и классификация методик лабораторного анализа по точности результатов. Москва, 2004. 23 с.
15. Govindaraju K. Compilation of working values and sample description for 383 geostandards // Geostand. Newslett. Spec. Iss. 1994. 18. P. 1-158.
16. Смагунова А.Н., Карпукова О.М. Методы математической статистики в аналитической химии: учебное пособие. Иркутск: Изд-во Иркут. гос. ун-та, 2008. 339 с.

DETERMINATION OF Rb, Sr, Cs, Ba, AND Pb IN K-FELDSPARS IN SMALL SAMPLE PORTIONS BY TOTAL REFLECTION X-RAY FLUORESCENCE

T.Yu. Cherkashina¹, S.V. Panteeva¹, A.L. Finkelshtein², V.M. Makagon²

*¹Institute of the Earth's Crust, SB RAS
128 Lermontov St., Irkutsk, 664033, Russia
tcherk@crust.irk.ru*

*²A.P. Vinogradov Institute of Geochemistry
SB RAS, 1A Favorsky St., Irkutsk, 664033, Russia*

The results of the determination of Rb, Sr, Cs, Ba, and Pb in K-feldspars in 50 mg sample obtained by total reflection X-ray fluorescence analysis (TXRF) are given. The contents of the elements were evaluated using the internal standard method. As the internal standard the Se solution added in a sample or Rb element the content of which is preliminary determined or known were used. The accuracy of the element determinations was estimated by comparison with the contents in the granitoid Certified Reference Materials, and the K-feldspar samples.

Key words: total reflection X-ray fluorescence analysis, TXRF, suspension, K-feldspars.