

дику основывали на применении спектрометра Optima 2100 DV. Выбраны операционные условия измерений, аналитическая линия циркония, определена оптимальная концентрация анализируемых растворов, изучено влияние матрицы и примесей на результаты измерений. Выбран оптимальный способ перевода СО в раствор. Установлено, что относительная погрешность определения циркония не превышает 1,3 %.

Для определения примесей предложено использовать метод масс-спектрометрии с ИСП, который был реализован на спектрометре Elan 9000. Обоснован выбор аналитических изотопов, рабочей концентрации раствора ФЦК, которая составила 1 г/дм³, исследовано влияние матрицы на интенсивность ионных токов изотопов. Установлены пределы обнаружения элементов в ФЦК, которые составили $3 \cdot 10^{-4}\%$ для Fe и $n \cdot 10^{-5}\%$ (при $n = 1 \div 5$) для остальных элементов. Относительные погрешности определений устанавливали методом добавления – разбавления, полученные значения составили 5 – 8 %, что на заданном уровне концентрации примесей полностью отвечает потребностям характеристики материалов СО..

Изучена возможность определения железа и кальция в ФЦК методом атомно-эмиссионной спектрометрии с ИСП. Исследовано влияние основных операционных параметров на интенсивность атомных и ионных линий элементов, рекомендованы условия, обеспечивающие минимальные пределы обнаружения.

ОПТИМИЗАЦИЯ ПРОБОПОДГОТОВКИ БАЗАЛЬТОВЫХ ПОРОД ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ИЗОТОПНЫХ ОТНОШЕНИЙ Sm И Nd МЕТОДОМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ

Шелюг А.С.⁽¹⁾, Васильева Н.Л.⁽¹⁾, Солошенко Н.Г.⁽²⁾, Стрелецкая М.В.⁽²⁾

⁽¹⁾ Уральский федеральный университет

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

⁽²⁾ Институт геологии и геохимии УрО РАН

620075, г. Екатеринбург, Почтовый пер., д. 7

Оптимизация стадии пробоподготовки в методе Sm-Nd датирования при определении возраста горных пород (базальты) является весьма актуальной задачей, поскольку именно эта стадия вносит до 50 % погрешности в конечный результат. Пробоподготовка к изотопному анализу включает две стадии: вскрытие пробы и хроматографическое выделение фракций элементов, изотопные отношения которых требуется измерить.

Для снижения погрешности и улучшения правильности определений изотопных отношений применяли введения трассера, вещества с заведомо известным, искусственно обогащенным содержанием изотопа одного или двух элементов. Стабильность и правильность измерений изотопных отношений в большой степени определяется установлением термодинамического равновесия между образцом и трассером. В результате эксперимента было установлено, что термодинамическое равновесие устанавливается по истечении трех суток выдержки навески породы с изотопной добавкой в автоклаве в сушильном шкафу. Критерием установления равновесия считали малые значения стандартного отклонения определения изотопных отношений по $^{147}\text{Sm}/^{144}\text{Nd}$, измеренных методом ТИМС на приборе Triton Plus,

Процедура хроматографического получения фракций Sm и Nd состоит из двух этапов: отделение группы РЗЭ от маточного раствора на колонке и выделение фракций Nd и Sm из группы РЗЭ на другой колонке. Была оптимизирована стадия отделения группы РЗЭ, где вместо ранее используемой колонки 20см×0.8см со смолой AG50W-8X 200-400 меш (BioRad Dowex) была предложена и успешно внедрена колонка размерами 1.2см×0.9см со смолой того же вида, что сократило время элюирования в три раза и снизило значение поправки холостого опыта, направляемую связанной с объемом используемых реактивов.

Для оптимизации стадии выделения фракций Sm и Nd была изучена возможность использования синтезированной смолы с активным агентом HDEHP на носителе Kel-F в качестве аналога промышленной смолы Ln-спес (Eichrom Tec.). Эксперимент показал идентичность сорбционных свойств смол. Синтез смолы занимает значительное время, поэтому принято решение об использовании промышленной смолы.

При сопоставлении ранее применяемой и оптимизированной методик пробоподготовки использовали стандартные природные образцы НТВ-1 и ВНВО-2 и проводили все процедуры пробоподготовки в соответствии с найденными оптимальными условиями. После пробоподготовки данные изотопные отношения в образцах измеряли на масс-спектрометрах Neptune и Triton Plus (Thermo Scientific). Результаты, полученные при использовании обеих методик пробоподготовки НТВ-1, были сопоставимы между собой, а результаты измерений ВНВО-2 входили в область допустимых значений изотопных отношений, указанных в паспорте на данный стандарт.