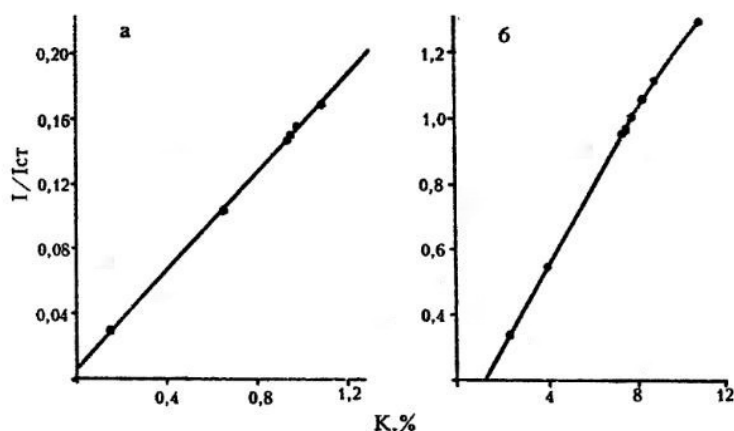


Б.А. Калеганов

МЕТОДИКА РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЛИЯ ДЛЯ ЦЕЛЕЙ К-Аг ДАТИРОВАНИЯ

Предлагаемая методика определения содержания калия в геохронологических образцах аналогична применяемой в ИГиГ УрО РАН для анализа валовых проб на рентгеновском спектрометре СРМ-18; отличие состоит в значительно меньшей аналитической навеске (≈ 150 мг), а также в аналитическом графике.

Уменьшение аналитической навески достигнуто применением ограничительного кольца с внутренним диаметром 16 мм и высотой 2 мм, в которое помещается истертый в пудру образец. Последующее прессование производится, как обычно, с борной кислотой, без ее перемешивания с образцом. Ограниченный кольцом образец имеет площадь 2 см^2 , массу ≈ 150 мг и поверхностную плотность (75 мг/см^2 , что удовлетворяет модели рентгенонасыщенного слоя. Таким же образом готовится и внешний стандарт, в качестве которого взят биотит МСА-11 ($K=7,68 \pm 0,18\%$ согласно ОСО 129-88).



Градуировочные графики: а - низкокалийевый, б - высококалийевый

Спектрометр СРМ-18 используется в следующем режиме: рентгеновская трубка БХВ-13 с Pd-анодом при напряжении 22 кВ и токе 60 мА, кристалл-анализатор NaF. Интенсивности рентгеновского излучения от образца (J) и стандарта (J_{ст}) измеряются на аналитической линии калия (0,3744 нм) в вакуумных условиях методом отсчета импульсов за постоянное время экспозиции (20 с.).

Для построения аналитического графика привлечены К-Аг стандарты: микролин, биотит и мусковит "Черная Салма", мусковит МСА-12, биотит 70А, эффузив "Азия 1/65", а также стандарт габбро СГД-1. Из-за отсутствия низкокалийевых К-Аг стандартов вместо них использованы внутрилабораторные сверочные образцы амфиболов, где калий неоднократно определялся химическим методом ПФМ.

Полученный аналитический график для удобства пользования разделен на две части - низкокалийевую (а) и высококалийевую (б). График в основном получился линейным, за исключением участка с K>8% (б). Последнее можно объяснить просчетом импульсов при регистрации больших интенсивностей проточно-пропорциональным счетчиком (при K>8% мы получали J>10⁴ имп/с.). Отметим, что при K=0 J/J_{ст}≠0 (а), так как в регистрируемом излучении есть фоновая составляющая.

Воспроизводимость многократных определений калия в различных образцах характеризуется в нашей методике следующими значениями коэффициента вариации W=σ/K:

K, %	7,7	4,0	1,1	0,55
W, %	1,7	2,4	3,1	4,6

Порог обнаружения калия - около 0,01 %. Производительность анализов в расчете на одного оператора - до 50 образцов в неделю; измерения при этом занимают не более 20 % времени, а остальное приходится на пробоподготовку.