

АНАЛИТИКА КАК ОСНОВА РАЗВИТИЯ НАУК О ЗЕМЛЕ: О ЛАБОРАТОРИИ ФИЗИЧЕСКИХ И ХИМИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ИССЛЕДОВАНИЯ ИНСТИТУТА ГЕОЛОГИИ И ГЕОХИМИИ УРО РАН**С.Л. Вотяков, Е.С. Шагалов**

Геологические образцы – одни из самых трудных с точки зрения аналитики. В науках о Земле, в том числе в лабораториях, обслуживающих геологоразведочную и горно-добывающую промышленность, востребованы практически все аналитические материаловедческие методики исследования: методики элементного анализа, включая масс-спектрометрический анализ изотопного состава элементов и локальный микроанализ с наиболее низкими пределами обнаружения; методики структурного анализа с использованием рентгеновского, синхротронного и нейтронного излучения; спектроскопические методики: радио-, оптическая, люминесцентная, мессбауэровская, инфракрасная спектроскопия; электронная, ионная, лазерная, атомная силовая микроскопия.

Реалии сегодняшнего дня.

Сокращение числа работающих материаловедческих лабораторий в Уральском регионе; физическое и моральное старение оборудования; необходимость новых подходов к деятельности оставшихся аналитических лабораторий. Пришло время формирования работающих (не «бумажных») центров коллективного пользования, использующих оборудование нового поколения с высокой производительностью анализа, быстрой самокупаемостью, но и быстрым моральным старением; время его эффективного использования и экспресс-замены.

Кадровая проблема: старение, разрыв поколений, моральный и физический износ лабораторной базы многих уральских вузов диктуют необходимость обеспечения преемственности поколений, организации новых учебно-методических центров, центров презентации новых методик, центров переподготовки аналитиков и студентов.

Проблема создания стандартных образцов и отработки новых аналитических методик.

Институт геологии и геохимии им. акад. А.Н. Заварицкого Уральского отделения Российской Академии наук многие десятилетия является ведущим академическим заведением на Среднем Урале в области наук о Земле. Ус-

пехи сотрудников Института были бы невозможны без большого объема разнообразных аналитических исследований. Практически все аналитические методики сосредоточены в лаборатории физических и химических методов исследования. В лаборатории работает 25 сотрудников, в их числе – член-корреспондент РАН и 4 кандидата наук; в структуре лаборатории 6 групп, специализирующихся на различных методах анализа (табл. 1).

Профиль лаборатории. Комплексное изучение структуры, химического состава, свойств, физико-химических особенностей и характеристик широкого круга материалов, природных и синтетических объектов – минералов и пород, индивидуальных веществ и разнообразных химических соединений, техно- и биогенных объектов.

Возможности лаборатории. Лаборатория оснащена рядом современных приборов исследовательского класса мировых производителей сложного аналитического оборудования – фирм PerkinElmer, Cetac, Shimadzu и др. Совокупность методов исследований, представленных в лаборатории, позволяет комплексно изучать сложные объекты, решать разнообразные научные, учебно-методические и производственные задачи.

Основные задачи, решаемые сотрудниками лаборатории: сохранение в работоспособном состоянии, восстановление и расширение числа аналитических методик; выполнение производственных анализов; оригинальные минералогические исследования в рамках ряда программ РАН, грантов РФФИ и госбюджетной темы.

В лаборатории работают высококвалифицированные специалисты.

На базе лаборатории открыта специализация «Физика и химия минералов» для студентов физического факультета УрГУ, сотрудниками лаборатории ведется педагогическая работа со студентами УПИ-УГТУ, УГГГА.

В группе физики и спектроскопии минералов работы ведутся на оригинальных установках, созданных на базе оптических спектрометров СДЛ-1, Specord UV-VIS и ЭПР-спектрометров РЭ-1306, РЭ-1308. ИК-Фурье спек-

Структура лаборатории физических и химических методов исследований

Группа	Руководитель	Методы анализа
Физики и спектроскопии минералов	Вотяков С.Л.	Радио-, оптическая, люминесцентная, мессбауэровская, инфракрасная спектроскопия минералов, ICP-MS-анализ
Химического микроанализа редких и рассеянных элементов (совместно с лабораторией радиогеологии)	Чередниченко Н.В.	Химические методы микроанализа
Рентгеноспектрального электронно-зондового микроанализа	Шагалов Е.С.	Рентгеноспектральный электроннозондовый микроанализ
Спектрального анализа	Горбунова Н.П.	Рентгенофлюоресцентный спектральный анализ, атомно-эмиссионный анализ
Химико-спектрального анализа благородных металлов	Неустроева И.И.	Классические химические методы анализа, оптическая фотометрия
Рентгеноструктурного и термического анализа	Гуляева Т.Я.	Рентгеноструктурный и термический анализ
Химического анализа	Ятлук Г.М.	Классические химические методы анализа, пламенная фотометрия

тросметр Spektrum One (фирмы PerkinElmer) позволяет проводить исследования поглощения минералов в инфракрасном диапазоне ($400-7000 \text{ см}^{-1}$). Оригинальный прибор «КлавиР» (изготовитель ИЭ УрО РАН) позволяет проводить исследования импульсной катодолюминесценции пород, минералов и техногенных объектов в видимой и ближней ИК-области спектра ($350-800 \text{ нм}$) при воздействии короткого пучка электронов высокой плотности длительностью несколько наносекунд; при этом для анализа требуется $10-100 \text{ мг}$ вещества. Совместно с лабораторией физики минералов ИМ УрО РАН и УГТУ-УПИ проводятся работы по мессбауэровской спектроскопии железа в минералах. Совместно с Уральским центром коллективного пользования «Сканирующая зондовая микроскопия» (УрГУ им. А.М.Горького) проводятся работы на атомно-силовом микроскопе Explorer™ (производства фирмы ThermoMicroscopes, США). В группе ведутся исследования по генетической кристаллохимии и спектроскопии минералов, основанные на применении спектроскопических методов, включающие: интерпретацию природы, изучение свойств точечных дефектов в силикатных, карбонатных, фосфатных и оксидных минералах (природных и синтетических), в том числе био-, фито- и техногенных; исследование новых для минеральных объектов физических явлений и процессов; развитие концепции динамических спектроскопических характеристик минералов

как отклика на внешние термобарохимические и радиационные воздействия; поиск и обоснование новых спектроскопических признаков, типоморфных для природных минералов определенного генезиса (генетических спектроскопических индикаторов); интерпретация полученных результатов путем сопоставления с синтетическими аналогами и с результатами модельных лабораторных воздействий на природные минералы.

В 2005 г. в лаборатории запущен в эксплуатацию новый прибор – масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS) ELAN-9000 (фирма PerkinElmer). Прибор оснащен приставкой для лазерной абляции проб LSX-500 (фирмы Cetac), которая дает возможность исследовать микроэлементный состав твердых образцов размером 10 г 10 г 10 мкм . Пробоподготовка и измерения проб на масс-спектрометре осуществляется в специальном комплексе чистых помещений (класс чистоты С). В лаборатории отработаны методики СВЧ-вскрытия (перевода в раствор) различных геологических, экологических и технологических проб с последующим анализом растворов на микроэлементный состав на приборе ELAN9000. Параметры прибора делают его незаменимым в контроле окружающей среды, геологии и геохимии, нефтепереработке, металлургии, полупроводниковой промышленности. На приборе можно проводить определение микроэлементного состава горных пород и минералов, образцов живот-

МЕТОДОЛОГИЯ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

ного и растительного мира, продуктов промышленного производства, экологических проб воды, почвы и газов.

Группа спектральных методов в настоящее время обладает 5 приборами рентгенофлюоресцентного спектрального анализа:

VRA-30 (фирма Analytik Jena AG), CPM-18 (12-ти каналный) и CPM-25 (18-ти каналный) производства ОрёлНаучПрибор, а также новейший энергодисперсионный анализатор EDX-900HS (фирмы Shimadzu) (рис. 1). Данные приборы используются для определения химичес-



Рис. 1. Некоторые приборы, используемые при выполнении аналитических работ в лаборатории ФХМИ ИГГ УрО РАН.

1 – CPM-25 (фирма ОрёлНаучПрибор); 2 – «КлавиР» (изготовитель ИЭ УрО РАН); 3 – Spektrum One (фирмы PerkinElmer); 4 – Specord UV-VIS (фирма Analytik Jena AG); 5 – ELAN-9000 (фирма PerkinElmer) с приставкой LSX-500 (фирмы Cetac); 6 – EDX-900HS (фирмы Shimadzu).

**Нижние пределы обнаружения для некоторых приборов и методик,
применяемых в лаборатории ФХМИ ИГГ УрО РАН**

Элемент и его поряд. номер	EDX -900, ppm	ELAN-9000, ppb	ДФС -13, ppm	СРМ, VRA, %	Элемент и его поряд. номер	EDX -900, ppm	ELAN-9000, Ppb	ДФС -13, ppm	СРМ-18, VRA-20, %
Li	3	-	0,0002		Pd	46	10	0,003	0,02
Be	4	-	0,003	1	Ag	47	10	0,0001	
B	5	-	0,08		Cd	48	12	0,003	
C	6	-	150		In	49	15	0,0003	
N	7	-	-		Sn	50	18	0,002	
O	8	-	-		Sb	51	20	0,001	
F	9	-	10000		Te	52	22	0,01	
Ne	10	-	-		I	53	25	0,008	
Na	11	3000	0,003		Cs	55	25	0,0005	
Mg	12	1000	0,007		Ba	56	14	0,0005	0,005
Al	13	500	0,006		La	57	14	0,0005	13
Si	14	200	0,7		Ce	58	14	0,003	41
P	15	60	0,3		Pr	59	13	0,0004	
S	16	30	70		Nd	60	13	0,002	
Cl	17	100	10		Sm	62	12	0,001	
Ar	18	30	-		Eu	63	12	0,0007	
K	19	20	0,01		Gd	64	12	0,002	
Ca	20	15	0,05		Tb	65	11	0,0005	
Sc	21	10	0,03	0,38	Dy	66	11	0,001	
Ti	22	8	0,006	42	Ho	67	11	0,0005	
V	23	7	0,002	3	Er	68	10	0,0006	
Cr	24	5	0,02	4	Tm	69	10	0,0003	
Mn	25	4	0,002	50	Yb	70	10	0,001	0,39
Fe	26	3	0,005		Lu	71	9	0,0005	
Co	27	2,5	0,0002	3	Hf	72	9	0,0006	
Ni	28	2	0,005	3	Ta	73	9	0,0006	
Cu	29	1,5	0,003		W	74	8	0,001	
Zn	30	1,2	0,003		Re	75	8	0,0006	
Ga	31	1,2	0,001		Os	76	8	0,0005	0,000001
Ge	32	1,4	0,003		Ir	77	7	0,0006	0,02
As	33	1,6	0,006		Pt	78	7	0,002	0,02
Se	34	2	0,06		Au	79	7	0,001	0,03
Br	35	2,5	0,2		Hg	80	8	0,004	
Kr	36	3	-		Tl	81	9	0,0003	
Rb	37	4	0,003		Pb	82	10	0,001	
Sr	38	5	0,0008		Bi	83	11	0,0005	
Y	39	6	0,0009	7	Po	84	12	-	
Zr	40	7	0,004	6	At	85	13	-	
Nb	41	8	0,0009	3	Fr	87	15	-	
Mo	42	10	0,003		Ra	88	16	-	
Tc	43	11	0,0003		Th	90	18	0,0003	
Ru	44	12	0,002		Pa	91	19	-	
Rh	45	13	0,0005	0,01	U	92	20	0,0001	

кого состава пород, руд, минералов, металлов и их сплавов, керамики и стекла, возможен анализ жидкостей. Анализ производится с поверх-

ностей диаметром от 3 мм до 10-15 см с эффективным отбором 0,3-2 см как в пудре, так и в монолитном образце; определяются элемен-

ты от Na до U с пределом обнаружения от 0,3 (Na) до 0,000n % (табл. 2).

Атомно-эмиссионный спектральный анализ проводится на спектрографе ДФС-13 с фиксацией спектров на ПЗС-линейке с последующей компьютерной обработкой цифровых спектров. Высокое спектральное разрешение спектрографа ДФС-13 (2 А/мм) позволяет определять весь спектр элементов от Li до U. В лаборатории отработаны методики определения благородных и тугоплавких металлов (см. табл. 2) после их специального концентрирования химическими методами.

Группа рентгеноспектрального электронно-зондового микроанализа, одна из старейших в институтах геологического профиля в России, выполняет химический анализ минералов в полированных шлифах, аншлифах и отдельных зернах на микроанализаторе JXA-5. Диаметр зонда 1-15 мкм, предел обнаружения 0,0n%. В качестве стандартов используется набор чистых металлов, искусственных соединений и природных минералов.

Группа рентгеноструктурного и термического анализа располагает двумя рентгеновскими дифрактометрами ДРОН-3 и двумя приборами ДТА (производство Венгрии); в ближайшее время предполагается приобретение прибора последнего поколения Diamond TG-DTA. В группе проводятся аналитические работы по определению фазового состава, включая группу тонкодисперсных, коллоидных и метамиктных минералов, выполняется определе-

ние формы нахождения рассеянного органического вещества в породах и др. Проводятся исследования Al-Si-упорядоченности щелочных полевых шпатах, определяется модификация слюд, степень совершенства кристаллической структуры минералов, формульное содержание K и Fe в глинистых слюдах и хлоритах, определяются параметры элементарной ячейки и др. Для анализа необходимо 50-200 мг вещества, в зависимости от его сложности.

Группа анализа благородных металлов занимается выделением, концентрированием и определением содержания элементов платиновой группы, золота и серебра. Определение осмия и рутения проводится на спектрофотометрах СФ-26 и СФ-46.

Сотрудники **группы химического анализа** определяют содержание FeO, Na₂O и потерь при прокаливании для общего силикатного анализа пород, выполняемого в группе спектральных методов; кроме того, поставлены методики для определения других элементов. В работе используются традиционные методы аналитической химии.

Наше предложение – организовать на базе лаборатории физических и химических методов исследования Института геологии и геохимии УрО РАН учебно-методический аналитический центр коллективного пользования «Минеральное вещество», центр презентации новых методик, центр переподготовки аналитиков и студентов вузов города: УПИ-УГТУ, УРГУ, УГГГА.