

## МЕЖЛАБОРАТОРНЫЙ КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ЛА-ИСП-МС МИКРОАНАЛИЗА В РАМКАХ ПРОГРАММЫ ТЕСТИРОВАНИЯ ГЕОАНАЛИТИЧЕСКИХ ЛАБОРАТОРИЙ G-PROBE

© 2012 г. Н. Н. Адамович, Д. В. Киселева

Метод масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой и лазерной абляцией (ЛА-ИСП-МС) позволяет проводить анализ разнообразных пород, минералов, металлов, стекол и других твердофазных веществ, в том числе и порошкообразных, в виде таблеток со связующим реагентом с чувствительностью до  $10^{-9}$ – $10^{-12}$ . Метод минимизирует загрязнения из-за отсутствия стадии разложения (растворения), снижает по сравнению с растворами полиатомные спектральные наложения, дает возможность локальных исследований малых “пятен”, включений, дефектов на поверхности, элементного картирования и глубинного профилирования пленок, покрытий и напылений. Однако при этом задача “преобразования” масс-спектра в концентрации элементов сталкивается со значительными трудностями, в первую очередь, из-за ограниченного числа стандартных образцов (СО) в виде соответствующей сертифицированной микрогомогенной матрицы. В ряде случаев, когда стандарты для калибровки с подходящей матрицей недоступны, для увеличения правильности и точности анализа в ЛА-ИСП-МС-методике используется внутренняя стандартизация, состоящая в нахождении соотношения между измеренными и известными содержаниями элемента сравнения и “внутреннего стандарта” [3]. Таким образом, несмотря на более чем 25-летнюю историю развития методики и до настоящего времени сохраняет актуальность решение проблемы подбора СО микрогомогенного состава, соответствующих по матрице природным пробам разнообразного состава и свойств. Расширение базы микрогомогенных СО с подходящим матричным и микроэлементным составом, разработка альтернативных подходов с градуировкой масс-спектрометра по стандартным водным растворам – актуальные научно-прикладные задачи [1]. ЛА-ИСП-МС-метод в приложении к разным группам минералов требует детальной проработки и начальной стадии анализа – испарения пробы и формирования аэрозоля частиц для плазменной горелки с минимизацией эффектов элементного фракционирования пробы.

С 2005 г. лаборатория физических и химических методов исследования минерального вещества ИГГ УрО РАН принимает участие в Международной программе круговых лабораторных испытаний (proficiency testing) GeoPT, организованной Международной ассоциацией геоаналитиков (IAG) [3]. С 2008 г. в рамках GeoPT действует программа G-probe, которая включает контроль качества микроаналитических методов (масс-спектрометрия

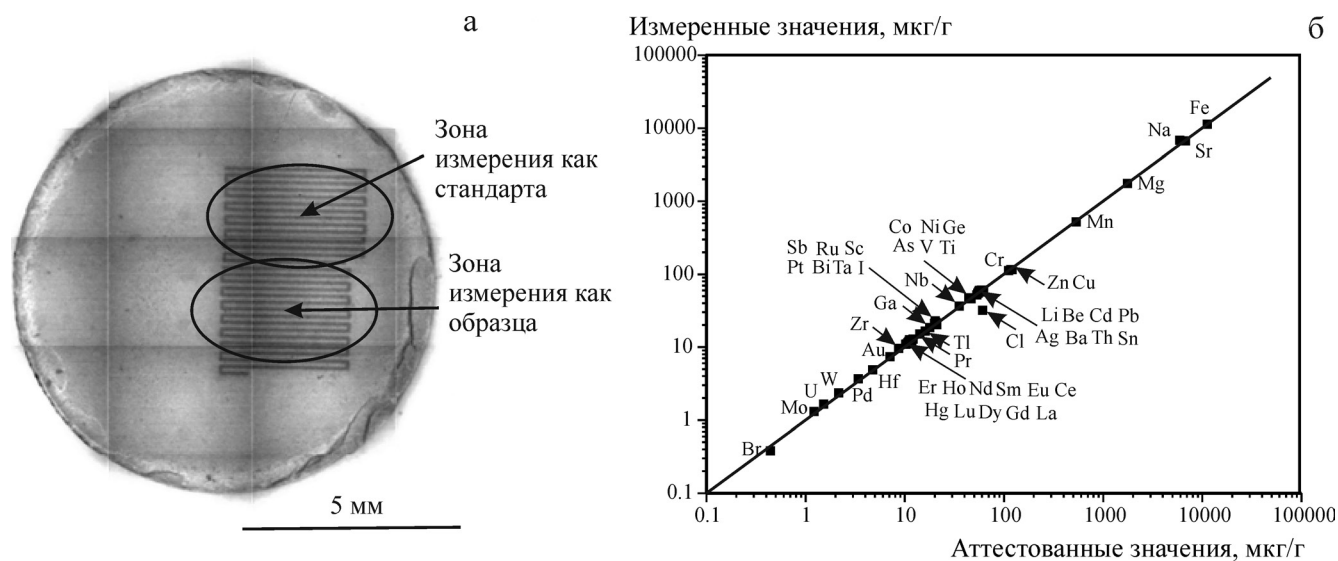


Рис. 1. Изображение таблетированного карбонатного образца MACS-3 со схемой сканирования пучка лазера в двух его зонах (а) и результаты ЛА-ИСП-МС-анализа в сопоставлении с аттестованными значениями концентраций элементов (б).



**Рис. 2.** Результаты ЛА-ИСП-МС-анализа в сопоставлении с аттестованными значениями концентраций элементов для силикатного образца BVM-1G (а), SL-1G (б), BNV-1G (в).

с лазерной абляцией, электронно-зондовый микроанализ, сканирующая электронная микроскопия с энергодисперсионным или волнодисперсионным определением элементов, и некоторых других). В заинтересованные лаборатории рассылаются “шифрованные” образцы самого разнообразного состава. Они включают традиционные природные и синтетические геологические стекла, а также спрессованные порошковые образцы полиметаллических сульфидов, оксидов, кораллов, костей и органических материалов.

В лаборатории ФХМИ в рамках программы **G-probe методом ЛА-ИСП-МС были проанализированы 4 образца:** MACS-3 – прессованный карбонат кальция, BNV-1G – базальтовое стекло, BVM-1G – базальтовое стекло, SL-1G – известково-натровое стекло.

Лазерное испарение минералов проводилось на приставке LSX-500 (лазер на основе алюмоиттриевого граната YAG:Nd, длина волны излучения 266 нм, энергия в импульсе 0.25–0.9 мДж, частота повторения импульсов 1–20 Гц, количество импульсов 50–200, диаметр пятна абляции 50 мкм, длительность импульса до 10 нс), совмещенной с ИСП-масс-спектрометром квадрупольного типа ELAN 9000. Для градуировки использовались твердые силикатные и карбонатные стандарты: NIST-612 (**National Institute of Standards and Technology**), MACS 3 (Microanalytical Carbonate Standard).

Графические результаты сопоставления найденных величин концентраций с аттестованными для четырех исследованных образцов приведены на рис. 1 и 2.

В целом полученные результаты являются удовлетворительными, и, следовательно, в методиках ЛА-ИСП-МС, применяемых в лаборатории ФХМИ ИГГ УрО РАН, не выявлено источников систематических погрешностей, а случайный разброс результатов не выходит за приемлемые границы погрешности методов.

*Работа выполнена при поддержке проекта ориентированных фундаментальных исследований УрО РАН № 11-5-11-УТМК, гранта для молодых ученых УрО РАН № 11-5-НП-478.*

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Вотьяков С.Л., Адамович Н.Н.* О процессах лазерного испарения и использовании водных стандартов при ЛА-ИСП-МС-анализе ряда минералов // Литосфера. 2011. № 4. С. 56–69.
2. *Hager J.W.* Laser Sampling ICP-MS: Quantitation Without Matrix Matched Standards // PE SCIEX. 9P. 1990.
3. *Киселева Д.В., Дерюгина Л.К., Горбунова Н.П., Хиллер В.В.* Межлабораторный контроль качества анализа в рамках программы тестирования геоаналитических лабораторий GeoPT // Ежегодник-2006. Екатеринбург: ИГГ УрО РАН, 2006. С. 302–305.