

## ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПРОГРАММНОГО КОМПЛЕКСА SIROQUANT ДЛЯ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ФАЗОВОГО РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА: РЕЗУЛЬТАТЫ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ ИСПЫТАНИЙ ФГБУ “ВИМС”

© 2017 г. Т. Я. Гуляева, А. Д. Рянская, О. Л. Галахова

Метод рентгеновской дифракции является одним из основных способов исследования состава горных пород, в ряде случаев представленных сложным природным поликомпонентным минеральным веществом. Существует ряд классических методик количественного рентгенофазового анализа: метод внутреннего (внешнего) стандарта, метод добавок, метод разбавления и др. [Зевин и др., 1974; Рентгенографический..., 1984]. Однако количественный анализ сложных природных минеральных смесей сопровождается рядом проблем, обусловленных низкой степенью кристалличности некоторых фаз, высокой дисперсностью, наличием смешаннослойных образований в смеси и т. д., а также отсутствием стандартов, соответствующих компонентам смеси. Все эти факторы приводят к неоднозначности количественной интерпретации рентгенографических данных.

В последнее время появление нового поколения дифрактометров, оснащенных мощным программным обеспечением, расширило возможности рентгенографии: количественный полнопрофильный рентгенофазовый анализ порошковых проб методом Ритвельда является наиболее точным и про-

стым способом, не требующим, что немаловажно, применения стандартных образцов. Для его реализации разработано множество программных продуктов. Один из наиболее перспективных и удобных в использовании – программный комплекс SIROQUANT (Sietronics, Австралия). Программа включает собственную базу данных, в которой хранятся сведения о порядка 1500 кристаллических структур – их геохимическом составе, параметрах элементарной ячейки, пространственной группе и др. В лаборатории ФХМИ ИГГ УрО РАН на рентгеновском дифрактометре XRD-7000 (SHIMADZU) реализован метод полнопрофильного рентгенодифракционного количественного анализа пород и минералов методом Ритвельда с помощью программы SIROQUANT V4 [Рянская и др., 2015].

В январе-феврале 2017 г. ФГБУ “ВИМС” впервые организованы межлабораторные сравнительные испытания по рентгенографическому количественному фазовому анализу, имеющие цель оценить качество результатов, сравнить данные, полученные разными лабораториями с применением разного оборудования и разных расчетных методов. Всего в испытаниях приняли участие семь лабораторий из разных городов страны, в том числе лаборатория ФХМИ. Контрольный образец был представлен искусственной смесью минералов – кварца, кальцита, каолинита, пирита с незначительной примесью доломита и гидрослюда.

В лаборатории ФХМИ исследования проводили дважды с интервалом в несколько дней, как это было рекомендовано программой МСИ, на дифрактометре XRD-7000 в фильтрованном медном излучении в области брэгговских углов  $2\Theta = 3-70^\circ$ , скорость съемки составляла 0.5 град/мин [Горные..., 2011]. Воспроизводимость результатов измерений (коэффициент вариации) рассчитывалась по формуле  $CV = (S/X_{cp}) \times 100\%$ , где  $S$  – дисперсия,  $X_{cp}$  – среднее арифметическое результатов двух измерений межплоскостных расстояний  $d$  для всех определяемых фаз. В среднем воспроизводимость составила 0.4%. Количественные определения содержания минеральных фаз осуществляли методом Ритвельда с применением программного продукта SIROQUANT V4 [Рянская и др., 2015].

**Таблица 1.** Содержание минералов в контрольном образце ФГБУ “ВИМС” по данным разных лабораторий

Лаборатория, метод расчета	Минерал							
	Кварц		Кальцит		Каолинит		Пирит	
	C	Z	C	Z	C	Z	C	Z
1, S	82.4	0.24	10.3	0.70	4.8	0.34	1.9	0.36
2, МВС	83.8	0.32	8.5	0.88	5.4	0.63	2.3	1.07
3, МВС	78.5	1.81	11.0	1.32	5.0	0.44	2.2	0.71
4, S	83.2	0.08	10.6	0.96	3.1	0.49	1.3	2.50
5, МВС	84.0	0.40	9.3	0.18	4.3	0.10	1.8	0.71
6, МП	83.5	0.20	10.4	0.79	2.9	0.59	0.8	4.29
7, ФХМИ, S	84.0	0.40	9.0	0.44	3.0	0.54	1.0	3.57
Аттест. знач., мас. %	83.0 ± 0.3		9.5 ± 0.1		4.1 ± 0.2		2.0 ± 0.1	

Примечание. S, МВС, МП – расчет содержания методом Ритвельда с помощью программного продукта SIROQUANT V4, с использованием метода внутреннего стандарта, с применением методики предприятия соответственно; C – содержание, %; Z – количественный показатель, рассчитанный ВИМС [Оценка..., 2014].

В целом результаты расчета всех лабораторий-участниц, в том числе лаборатории ФХМИ (табл. 1), признаны удовлетворительными, что подтверждено официальными свидетельствами участника испытаний.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Горные породы и минералы. Идентификация фазового состава с использованием дифрактометра XRD-7000 фирмы Shimadzu. МИ № 88-16360-119-01.00076–2011. Екатеринбург: ИГГ УрО РАН, 2011. 9 с.  
*Зевин Л.С., Завьялова Л.Л.* Количественный рентгенографический фазовый анализ. М.: Недра, 1974. 183 с.
- Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации: ГОСТ ISO/IEC 17043–2013. М.: Стандартинформ, 2014. 39 с.
- Рентгенографический количественный фазовый анализ (РКФА) с использованием метода внутреннего стандарта. МУ № 21. М.: ВИМС, 1984. 22 с.
- Рянская А.Д., Щапова Ю.В., Гуляева Т.Я., Галахова О.Л., Петрищева В.Г., Горбунова Н.П., Татарина Л.А.* Полнопрофильный рентгенодифракционный анализ фазово-минерального состава пород-коллекторов нефти и газа с использованием программы SIROQUANT (на примере искусственных смесей) // Ежегодник-2014. Тр. ИГГ УрО РАН. Вып. 162. 2015. С. 267–275.