

*Метод масс-спектрометрии с
индуктивно-связанно плазмой
применительно к геологическим
объектам:*

ОСНОВЫ МЕТОДА, ВОЗМОЖНОСТИ И ОГРАНИЧЕНИЯ,
ПРАВИЛЬНОСТЬ, КОНТРОЛЬ И ОБРАБОТКА
ПОЛУЧЕННЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ.

ИСП-МС с лазерной абляцией как локальный
метод исследования вещества

Ионизация вещества

Источники:

- **Твердофазный**
- **С индуктивно-связанной плазмой
в аэрозоле
с лазерной абляцией**

И др.

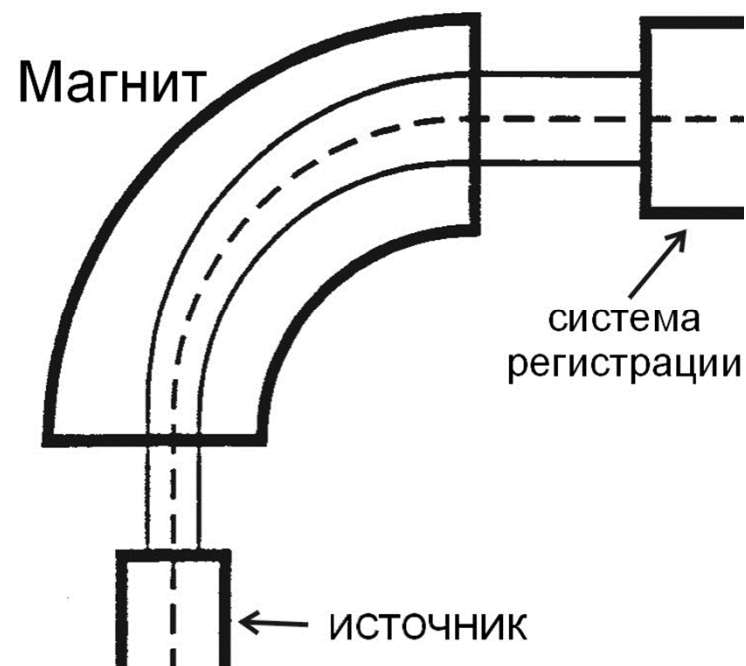
**Основные задачи, решаемые с помощью
масс-спектрометров в геологии:**

- **исследование изотопного состава**
- **определение элементных концентраций**

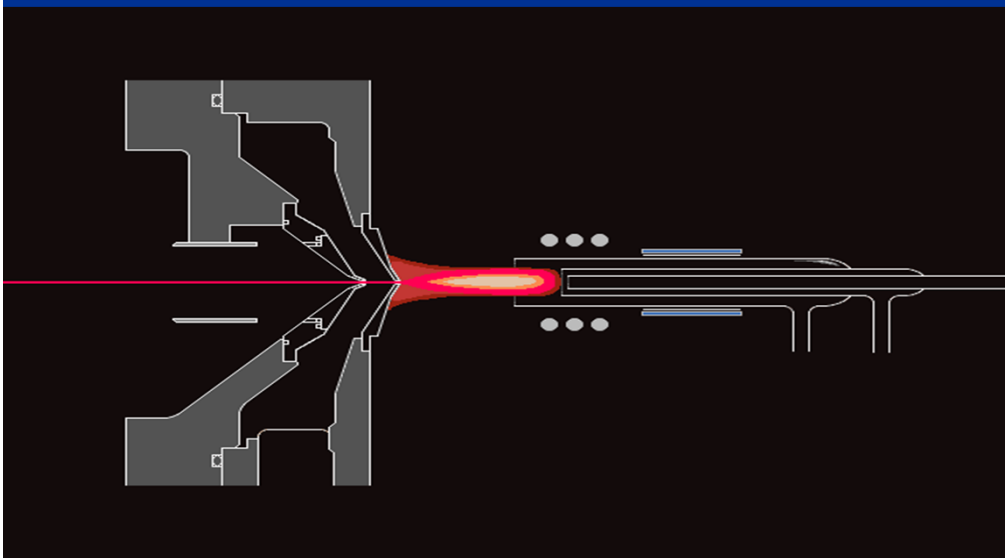
Анализаторы



квадрупольный



Экстракция ионов

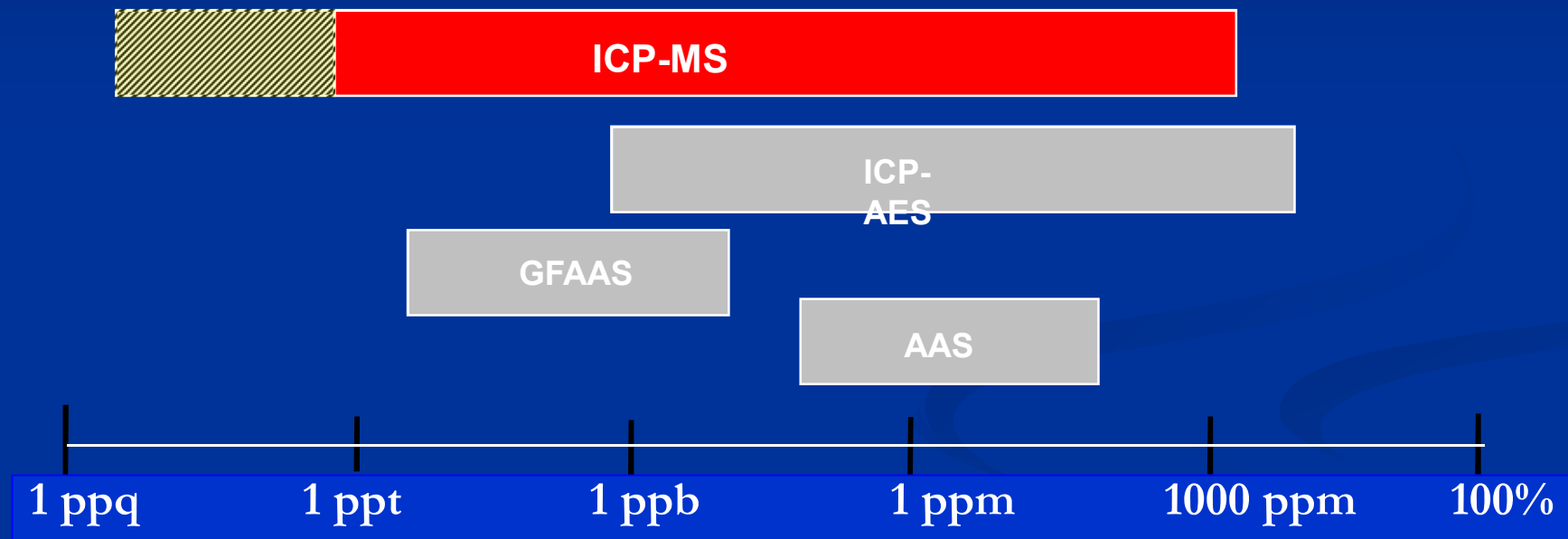


Как умножается электрический сигнал

Вторично-электронный умножитель



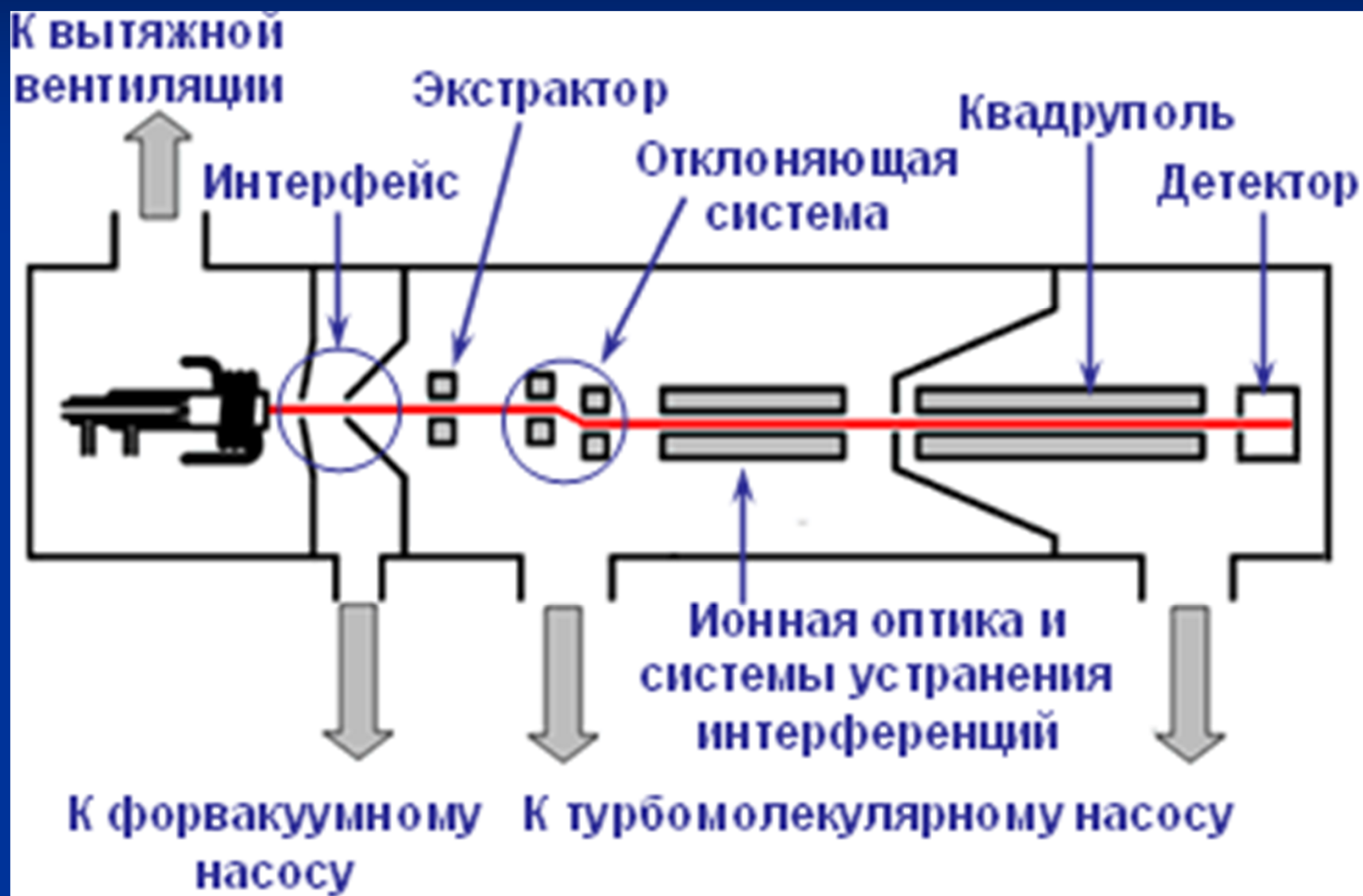
Аналитические характеристики ИСП-МС



Квадрупольный масс-спектрометр (X-Series 2, 7)

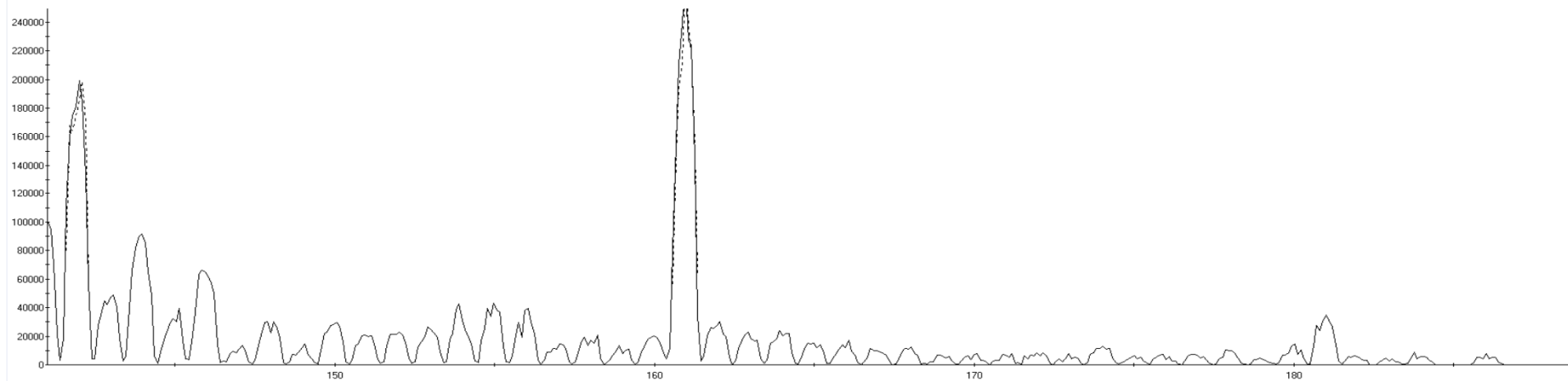


Как устроен квадрупольный масс-спектрометр (X-Series 2, 7)

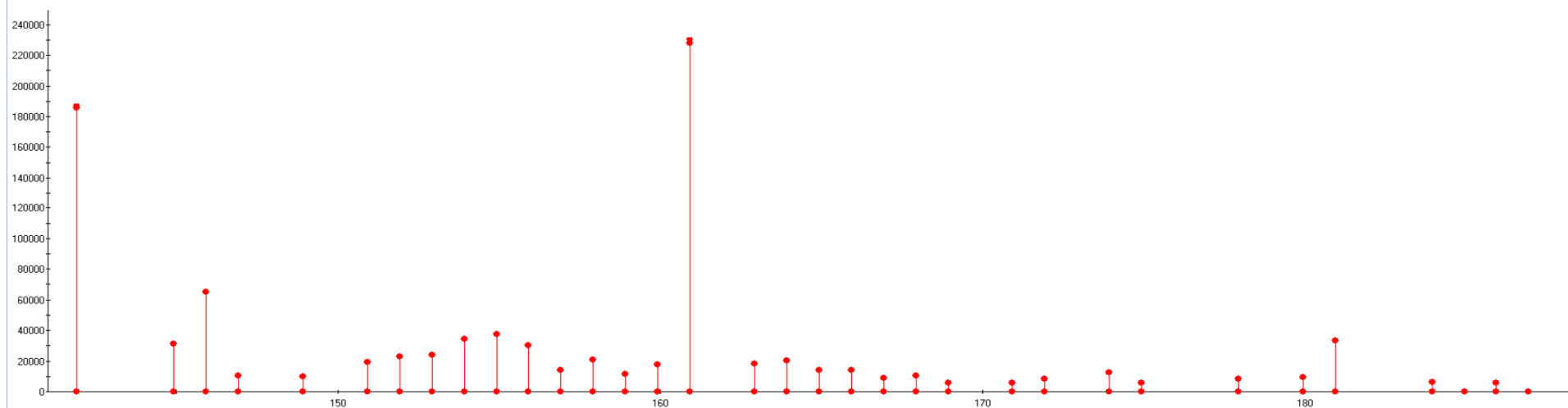


Сканирование

Масс-спектры



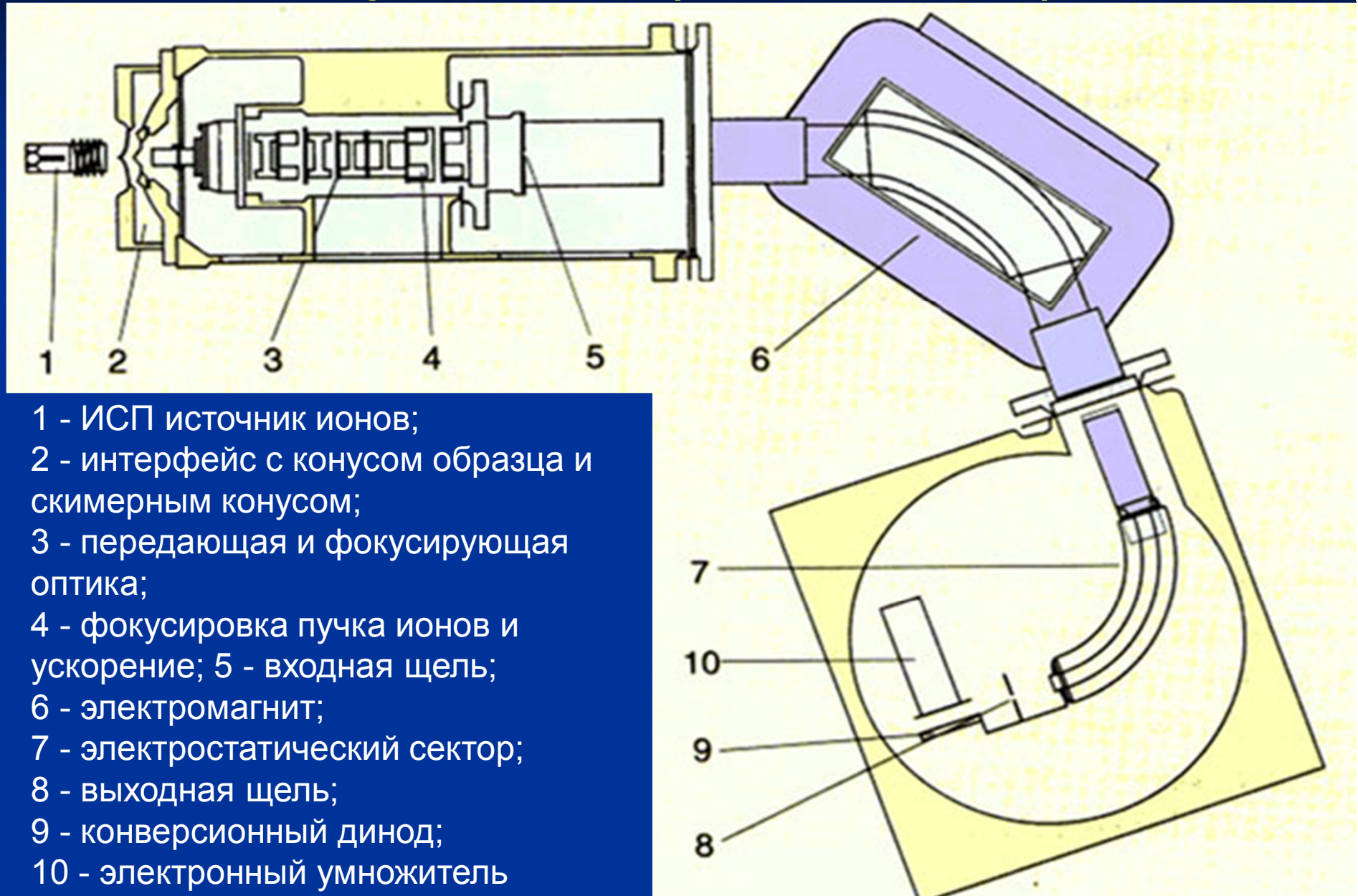
Peak jumping



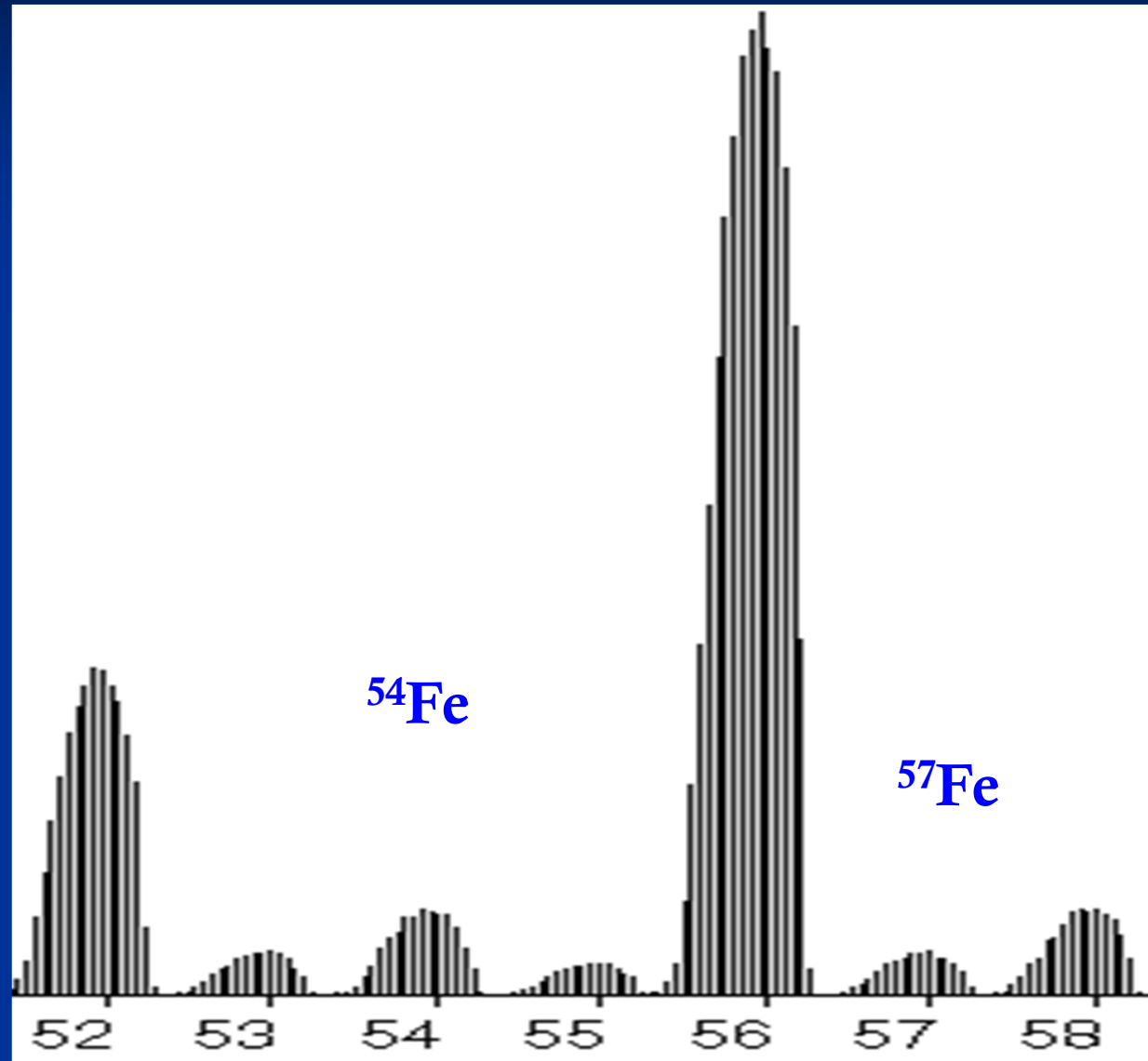
Масс-спектрометр с двойной фокусировкой (Element 2, XR)



Как устроен масс-спектрометр с двойной фокусировкой (Element 2, XR)



^{56}Fe



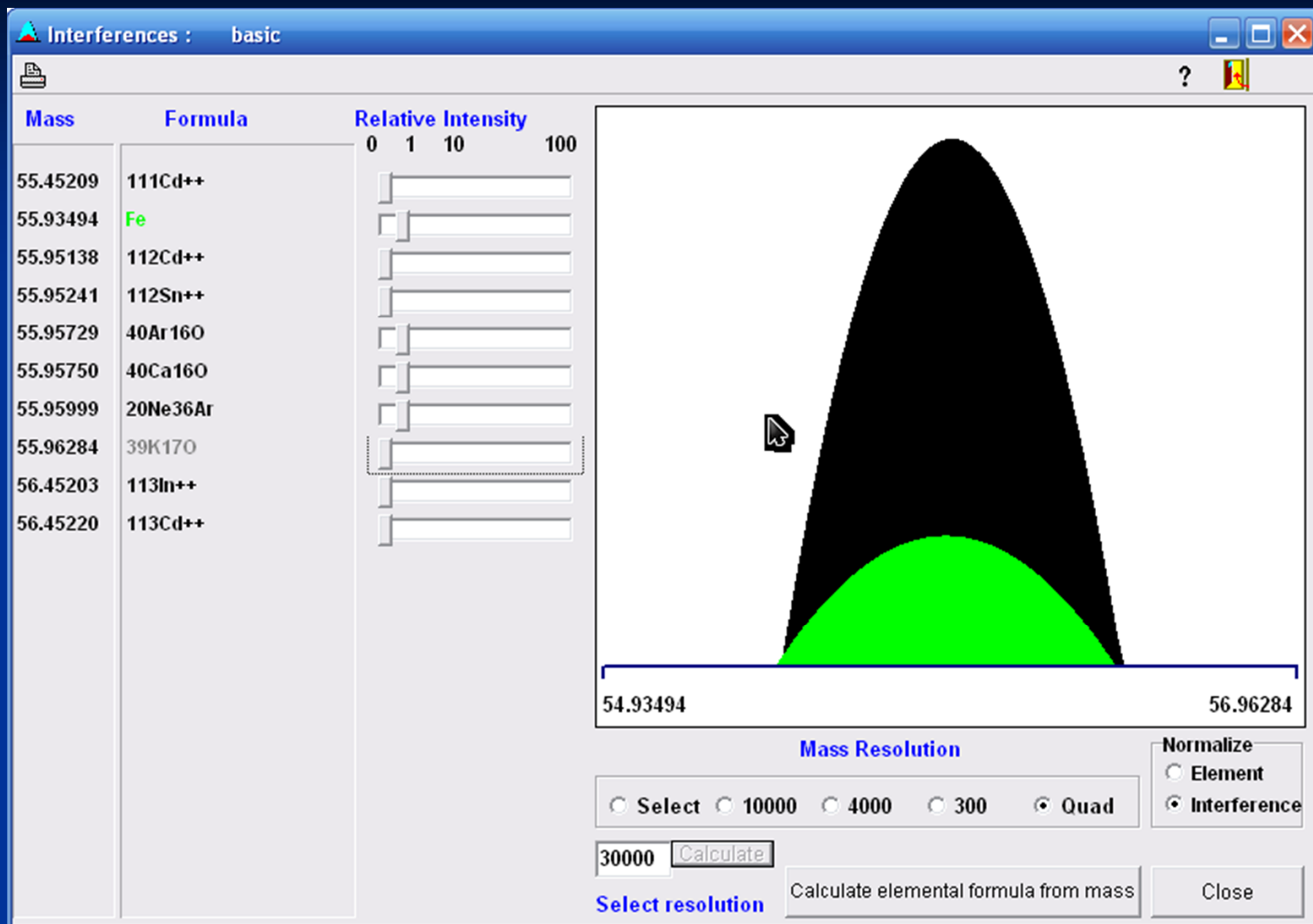
Limits of Detection under Hot and Cold Plasma Conditions

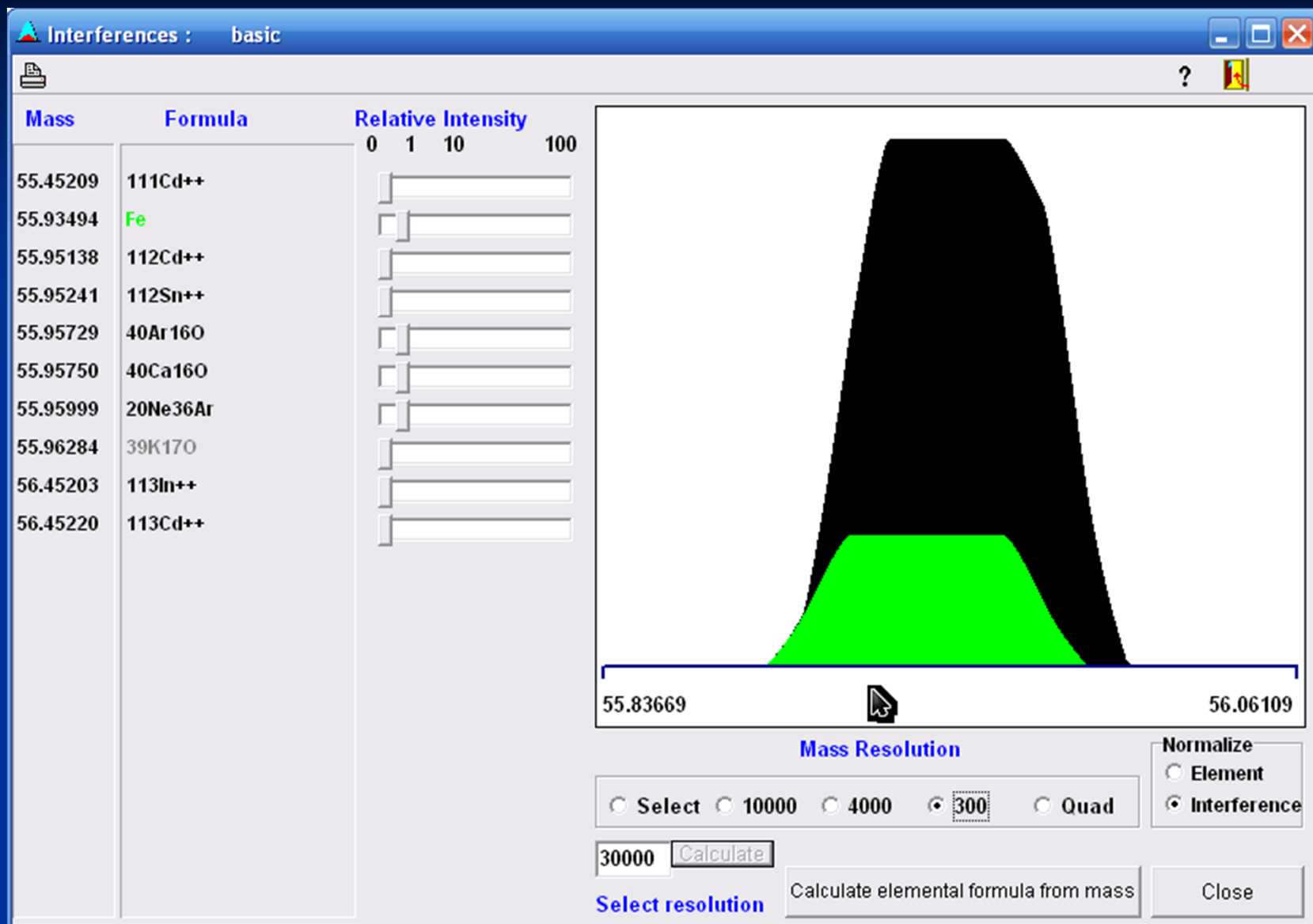
LODs are typically limited by blank

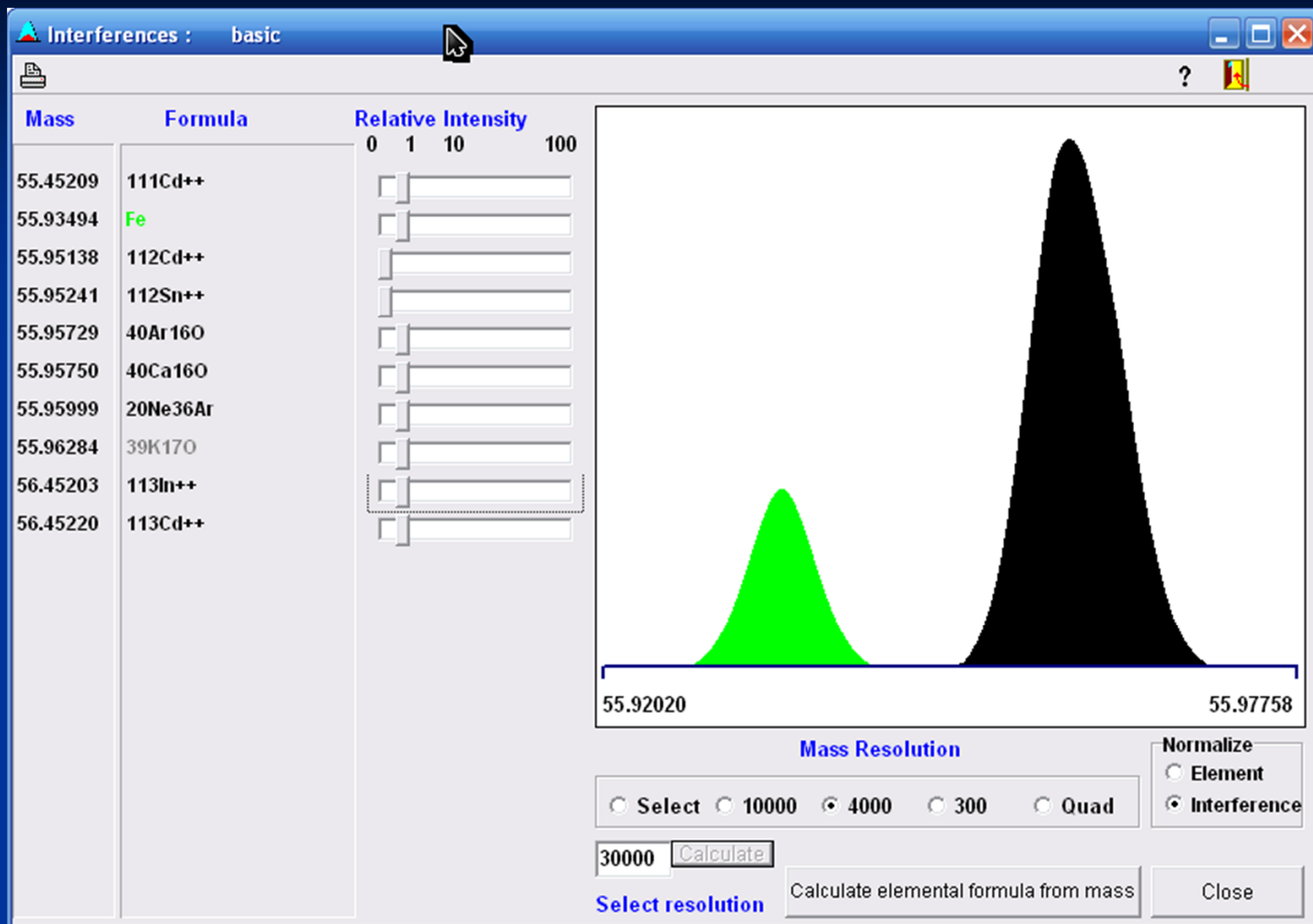
Detection Limits																Plasma											
< 1 ppq < 10 ppq < 100 ppq < 500 ppq < 1 ppt < 5 ppt < 10 ppt < 50 ppt																HOT COLD											
H																		He									
Li	Be																	B	C	N	O	F	Ne				
Na	Mg																	Al	Si	P	S	Cl	Ar				
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr										
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe										
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn										
Fr	Ra	Ac																									
			Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu											
			Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr											

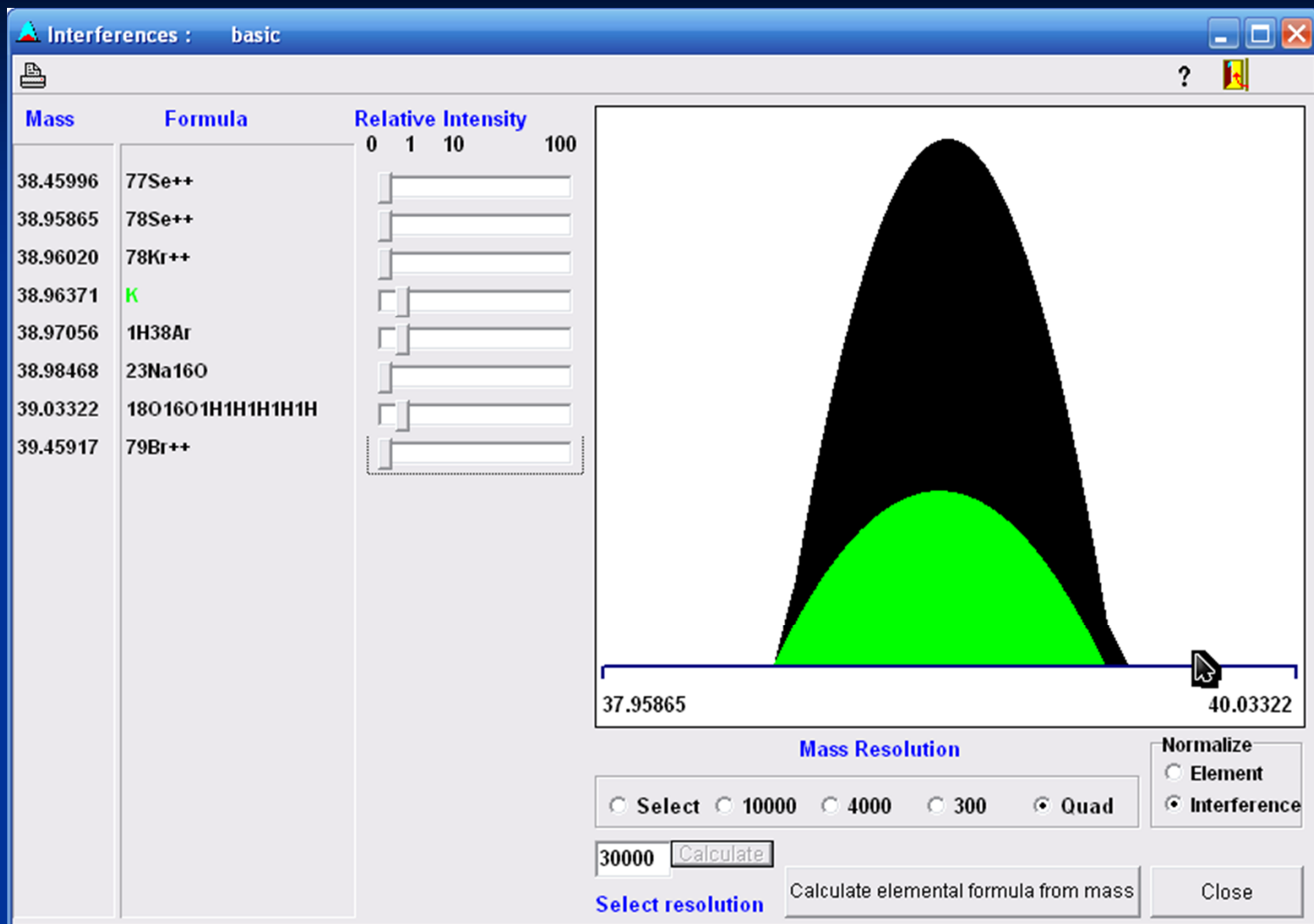
Проблемы метода (проблемы, возникающие при измерении)

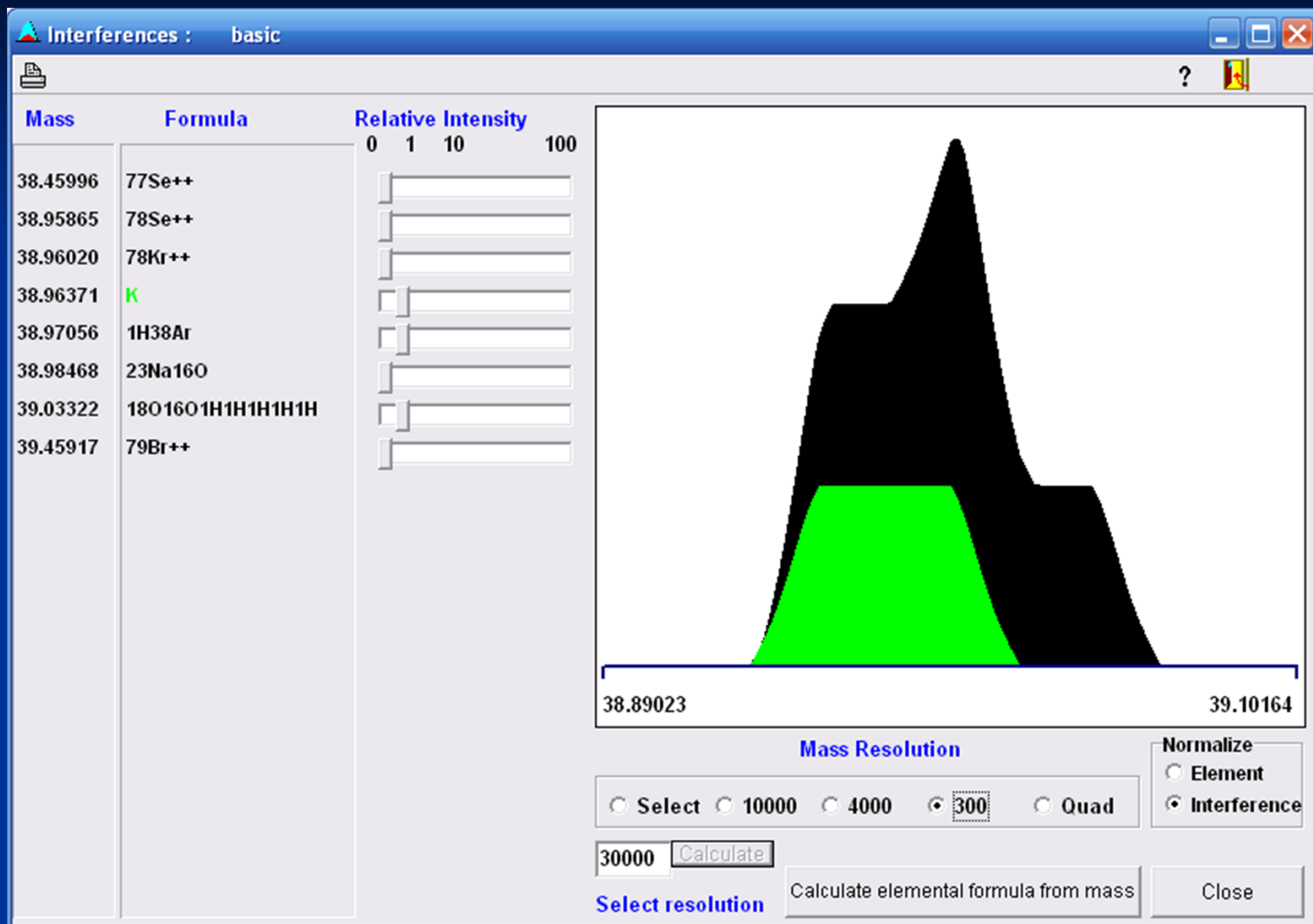
- Различная энергия ионизации для разных элементов
- Интерференции (наложения)
- Фоновый сигнал
- Настрочные флуктуации

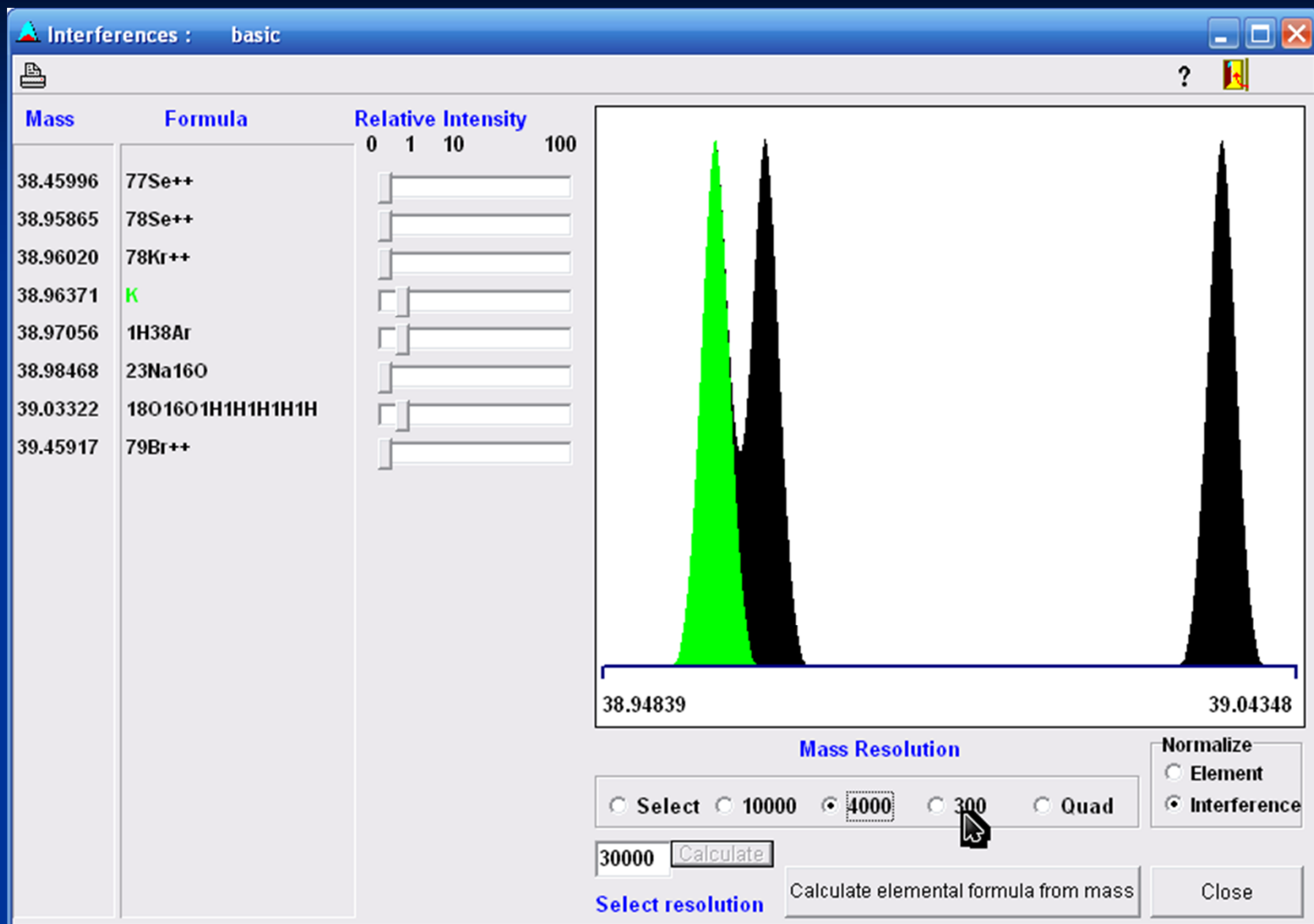


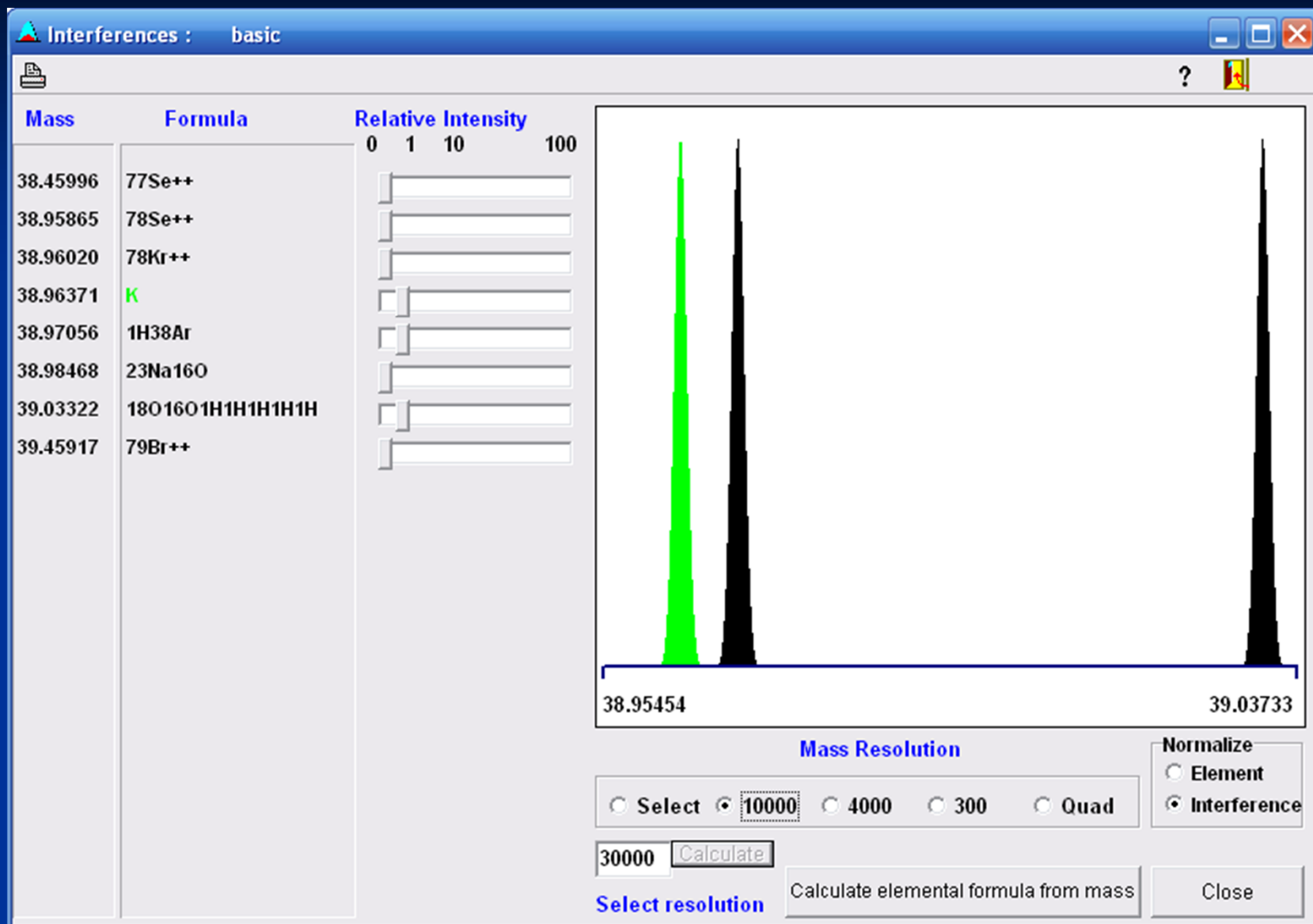










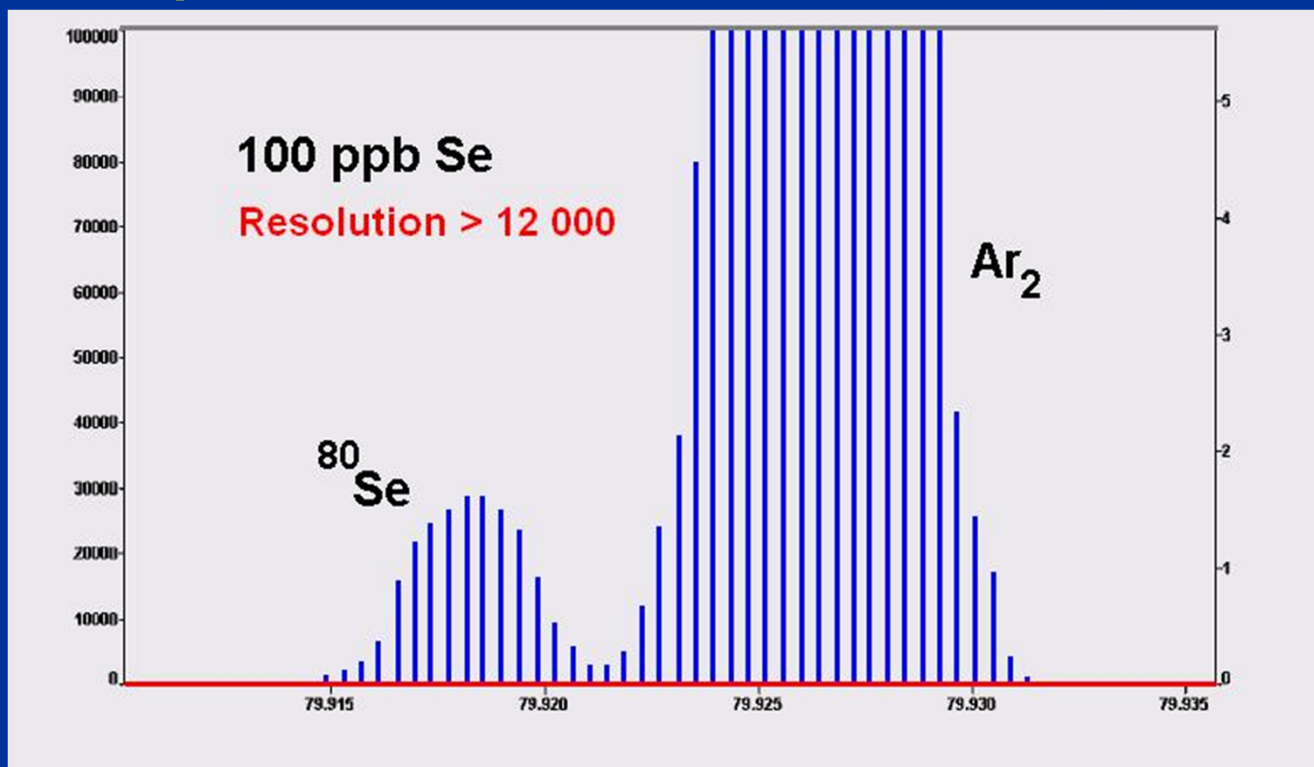


Какие элементы мы не можем
мерить на квадрупольном масс-
спектрометре

N, F, Cl, I, Hg

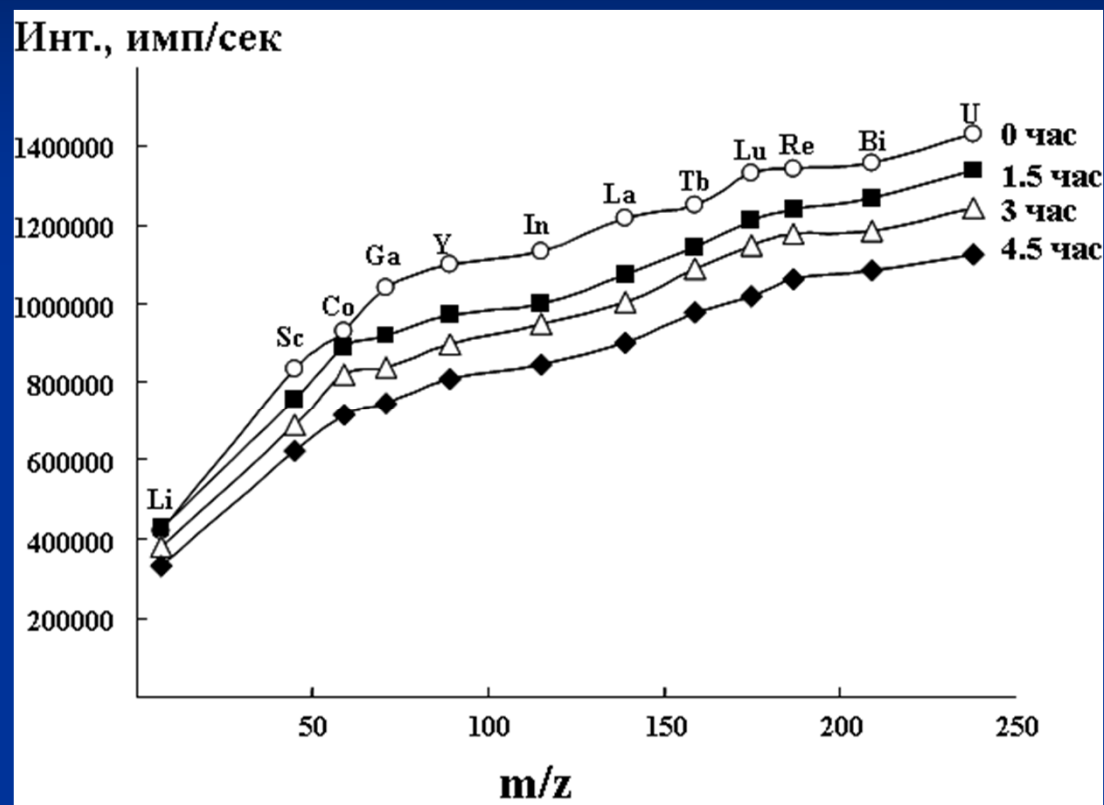
K → (ArH), As → (ClAr, KAr), Br → (ArArH)

$^{80}\text{Se} \rightarrow (^{40}\text{Ar } ^{40}\text{Ar})$



Матричные эффекты

- Источник
- Свойства различных матриц



Кривая
чувствительности
масс-спектрометра

Пути устранения матричного эффекта

- Контроль за содержанием матричных элементов
- Использование нескольких внутренних стандартов
- Отделение матричных элементов

Методы подготовки горных пород к измерению

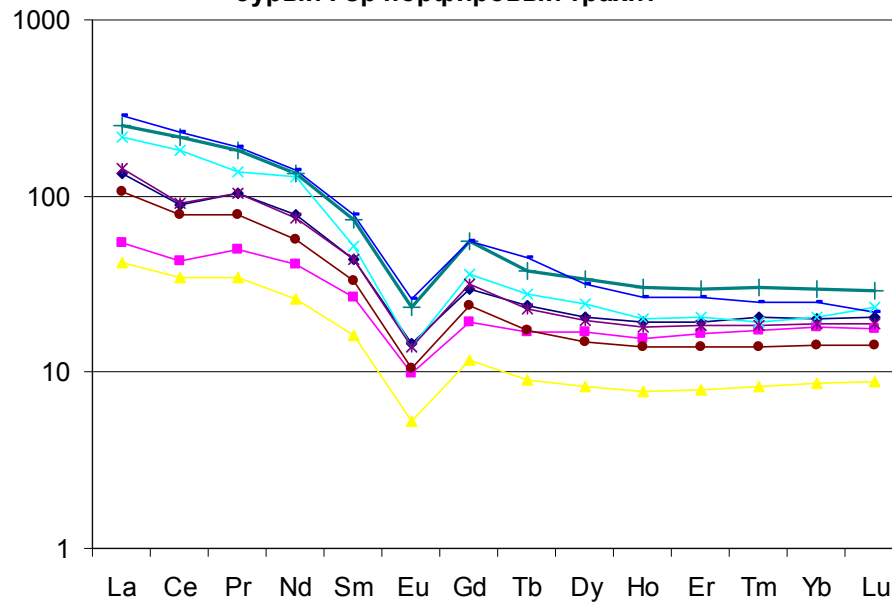
- - Сплавление (недостаточная чистота реактивов, избыток в растворе Li и B)
- - Спекание (недостаточная чистота реактивов)
- - Кислотное разложение с использованием микроволновой печи (при необходимости с последующим удалением матрицы и концентрированием)

Требования к исследуемым образцам

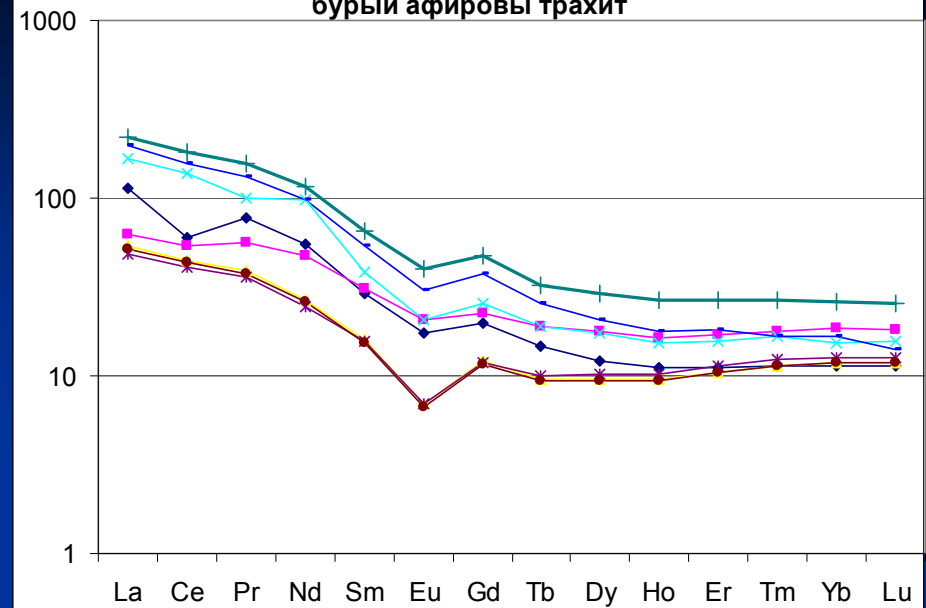
- - с указанием макросостава (или названия породы) – *возможность учета и контроля матричных эффектов*
- - тщательно перетертые и гомогенизированные – *в этом успех качественного разложения*
- - список измеряемых элементов и, по возможности, их ожидаемые концентрации – *возможность правильного разбавления пробы, что удлиняет жизнь прибора и повышает качество анализа*

Что бывает, когда представленный материал негомогенен

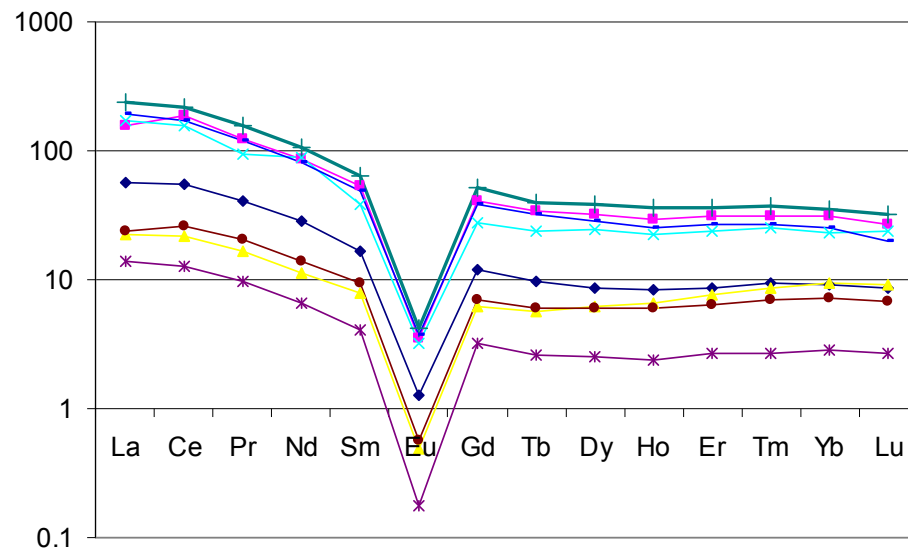
бурый Fsp порфировый трахит



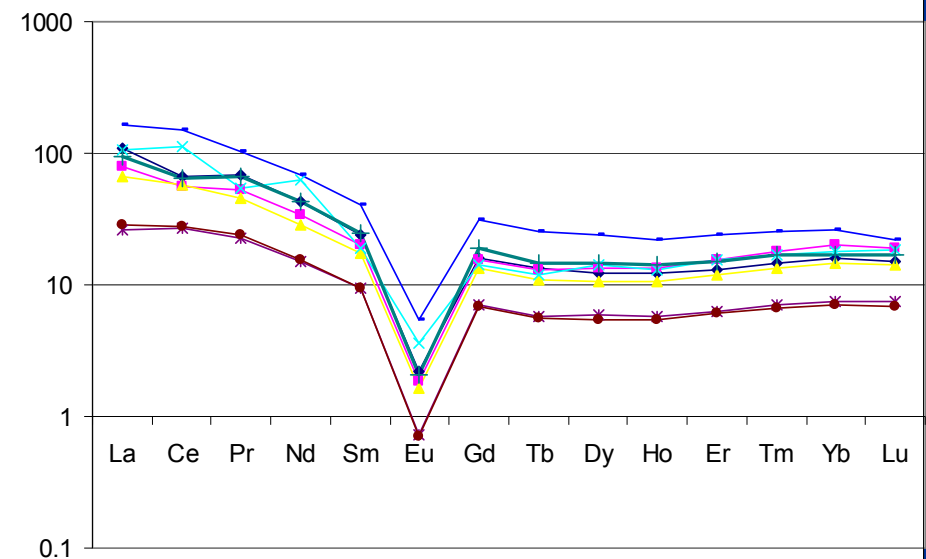
бурый афировый трахит



флюидный Q-Fsp порфировый буроватый
трахириолит



красный щелочной гранит с Amf



Диапазон оптимальных для измерения концентраций в измеряемом растворе

- Соответствует калибровочной серии стандартных растворов —————>

0.05(0.1)-10 ppb —————> (*X-Series кадрупольный*)

0.001(0.005)-10 ppb (*Element 2, XR с двойной фокусировкой*)

- Предел обнаружения – для каждого элемента в каждой серии индивидуальный.

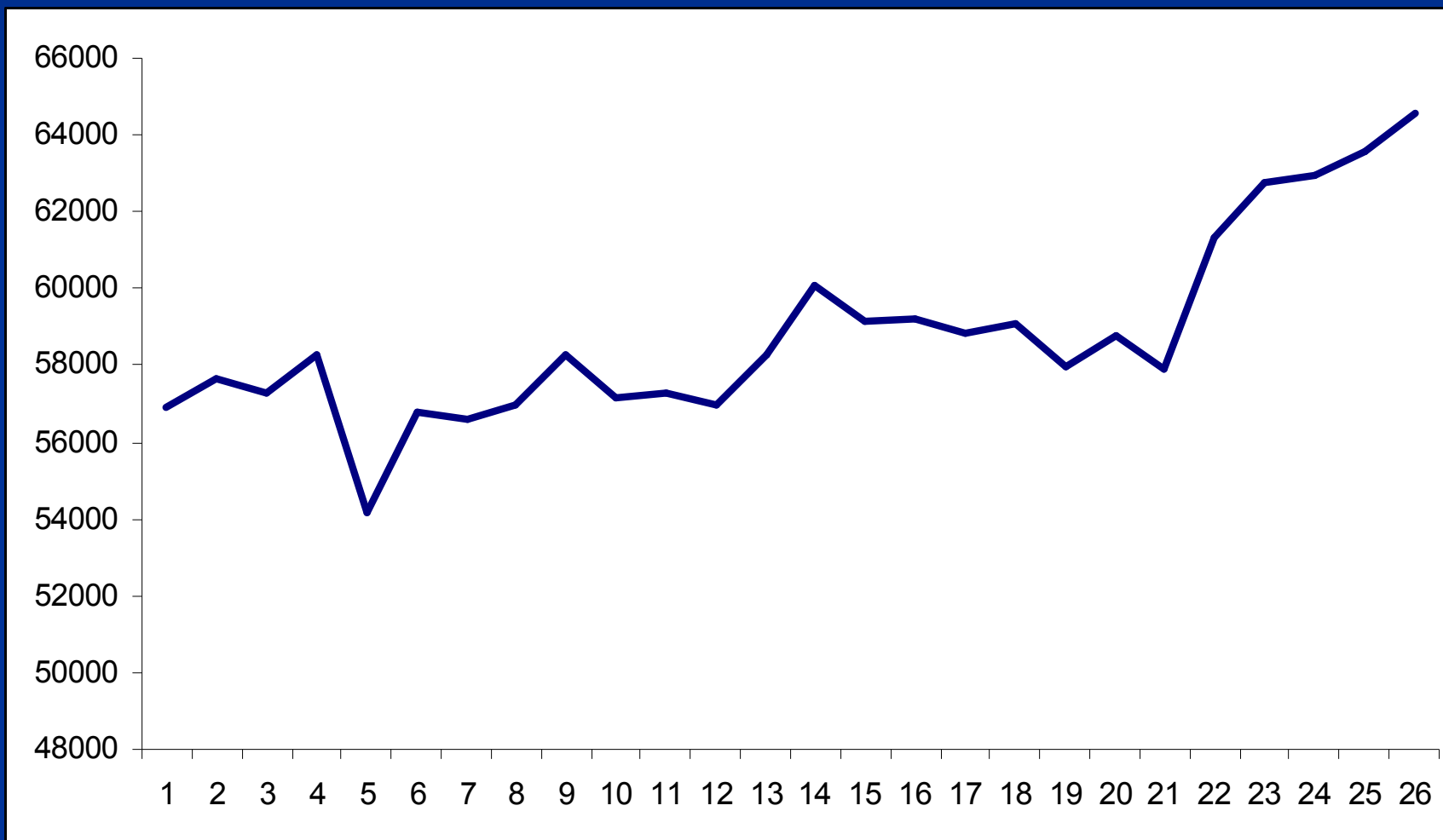
Зависит от

- *чувствительности прибора*
- *чистоты реактивов*
- *чистоты посуды и прибора*
- *качества выполнения пробоподготовки*

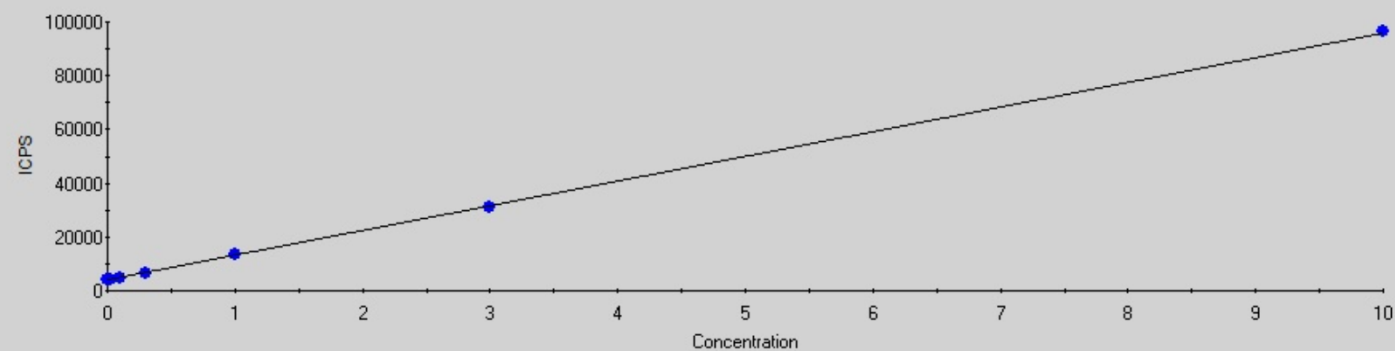
Контроль измерений

- - использование внутреннего стандарта
- - ПРАВИЛЬНОСТЬ - использование международных аттестованных стандартных образцов (BCR-2, BHVO-2 и др. в соответствии с составом проб)
- - КОНТРОЛЬ - повторные измерения

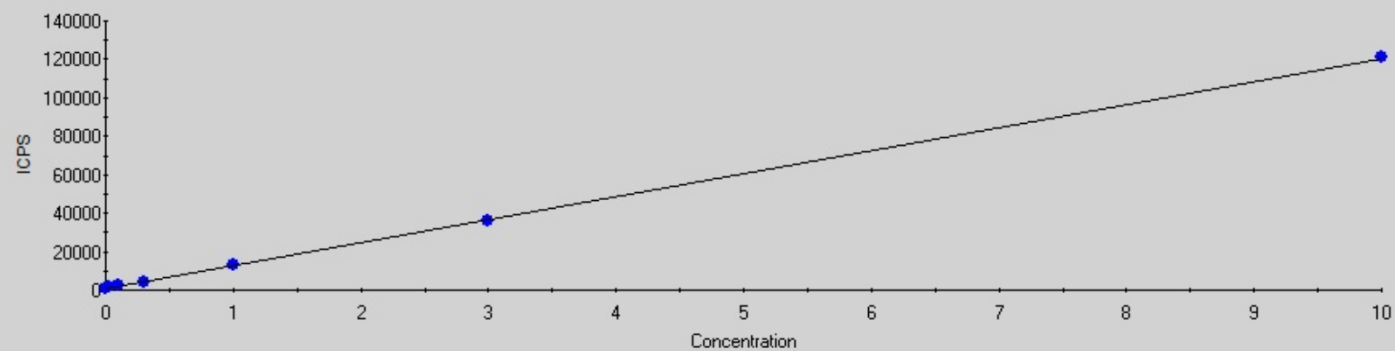
Изменение соотношения интенсивность/концентрация для внутреннего стандарта Re во времени (3 часа измерений)



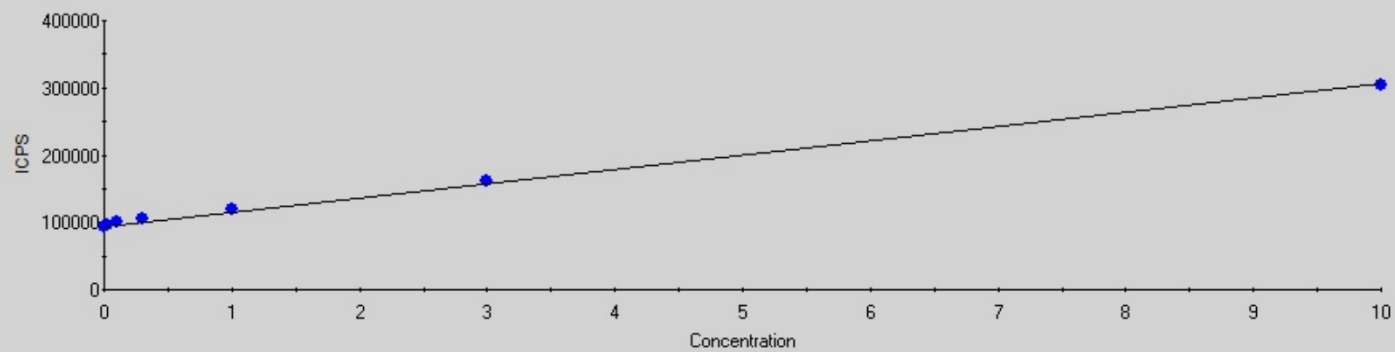
137Ba FQ Block 1



7Li FQ Block 1

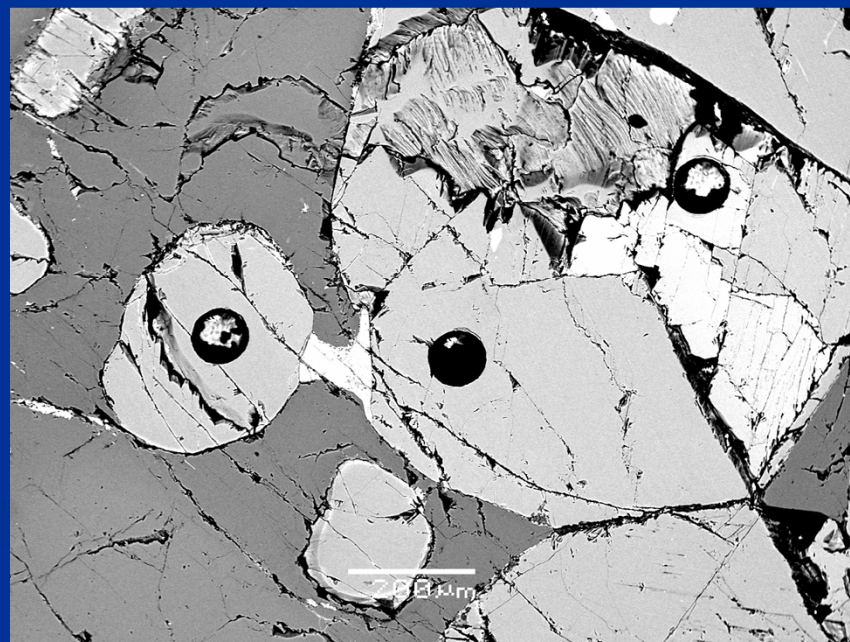
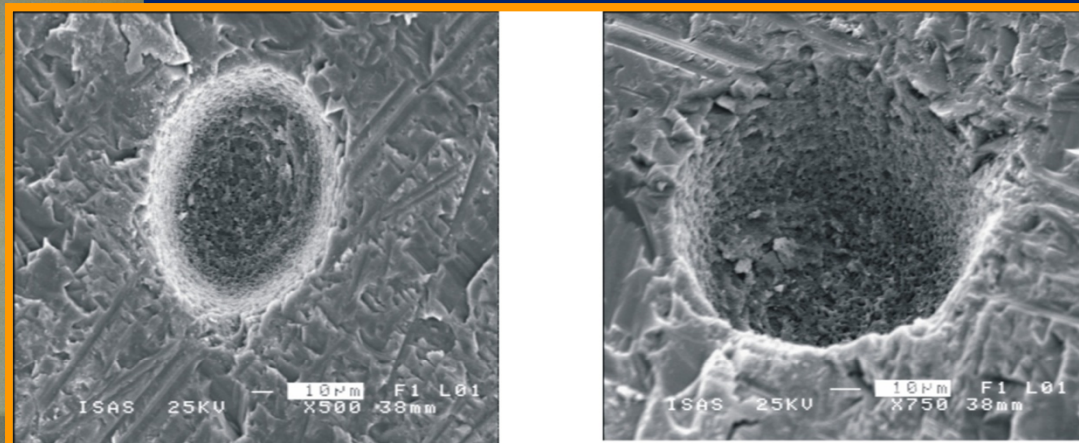
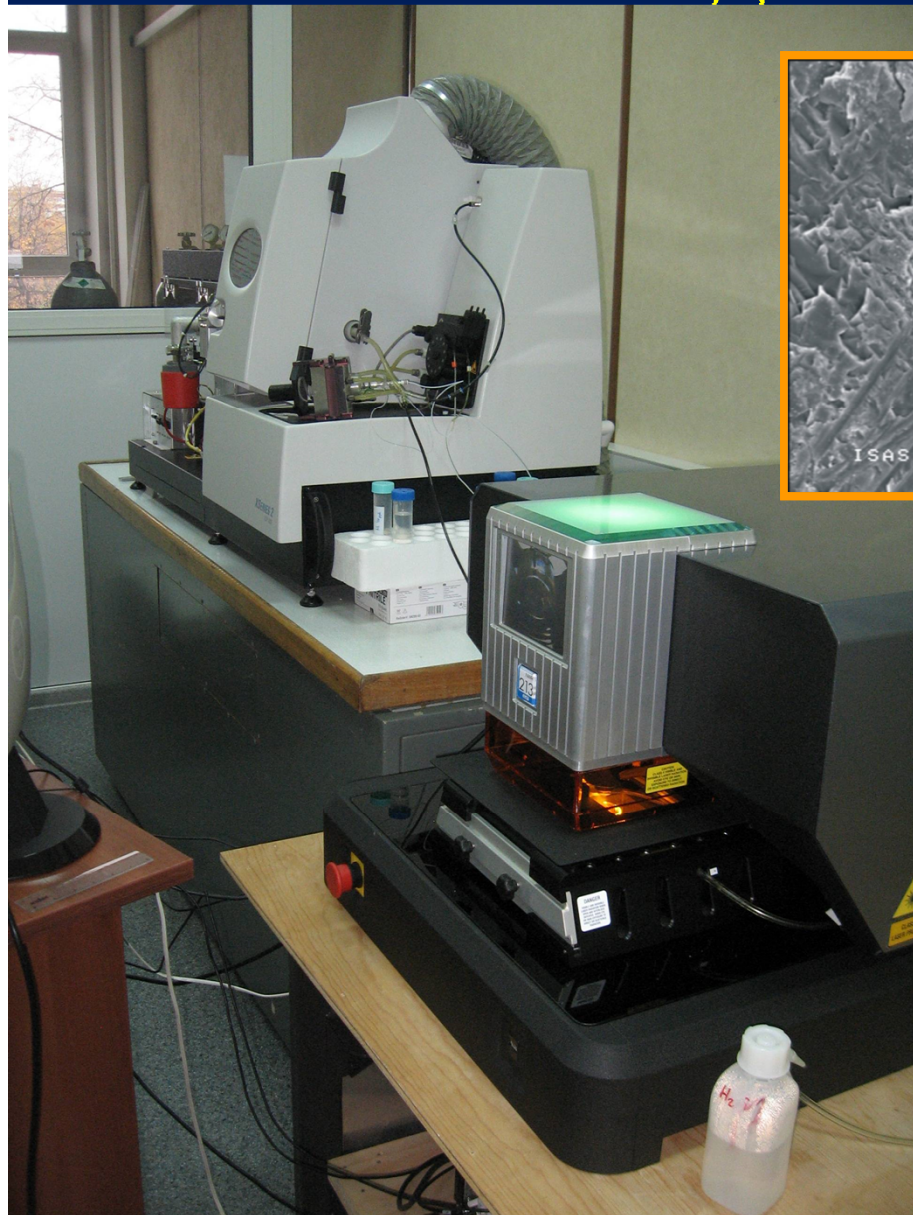


11B FQ Block 1



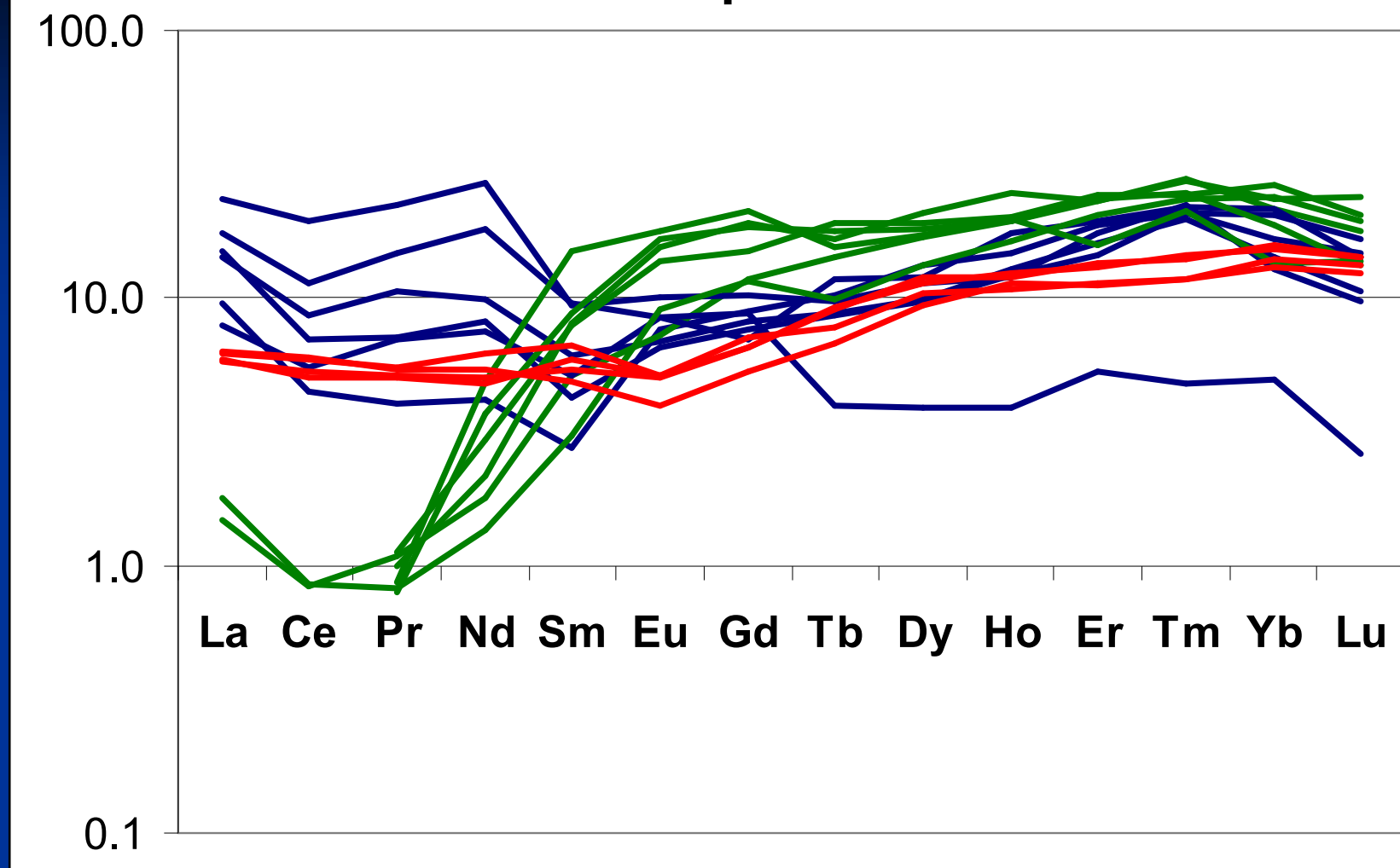
Intercept CPS=93463.154254 Intercept Conc=4.385797
Sensitivity=21310.415864 Correlation Coeff=0.999575

Лазерная абляция – локальный метод исследований





РЗЭ в гранате



- Монофракция граната (раздробленный мегакрист)
- Кристалл граната
- Краевые зоны кристалла