



Московский государственный университет
имени М.В. Ломоносова
Геологический факультет
Кафедра геохимии



ПРИМЕНЕНИЕ ПОЛЕВОГО РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА ПРИ ПОИСКАХ ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКОГО ОРУДЕНЕНИЯ

Балыкова И.В. (асп. 3 г/о), Николаев Ю.Н. (науч. рук., доц. к.г.-м.н.), Лубкова Т.Н. (ст. науч. сотр., к.г.-м.н.)

Москва, 2022 г

Цели и задачи работы

Цель:

Оценка возможности рентгено-флуоресцентного анализа с использованием портативных спектрометров при поисках полиметаллического оруденения.

Задачи:

- Анализ метрологических характеристик метода применительно к объектам и задачам исследования,
- Сравнение с прецизионным методом анализа образцов (мультикислотное разложение с ИСП-МС окончанием),
- Тестирование процедуры полевого анализа образцов рыхлых отложений без пробоподготовки (влажных непросеянных проб) с целью оперативного получения данных.

Технические характеристики: спектрометра Niton XL3t 950



- *Материал анода трубки – Ag, мощность 2 Вт;*
- *Подаваемое напряжение до 45 кВ;*
- *Кремниевый дрейфовый детектор SDD с площадью поверхности 25 мм² и разрешением 140 эВ;*
- *Высокая скорость счета – до 200 000 импульсов в секунду;*
- *4 фильтра на разные группы элементов;*
- *Анализ широкого круга элементов – от Mg до U;*
- *Экспрессный метод – анализ одной пробы в течение 2 минут.*

Схема анализа литохимических проб

Образцы воздушно-сухого рыхлого материала
фракция 1 мм, в zip пакете (толщина пленки 60 мкм)



Внутренняя калибровка прибора
System Check



Анализ стандартных образцов
Контроль правильности



Анализ проб без специальной пробоподготовки

До плотного контакта с пробой, для защиты носовой части анализатора использовалась майларовая пленка (толщина 6 мкм.), протиралась спиртом после каждого измерения, заменялась каждые 15 измерений

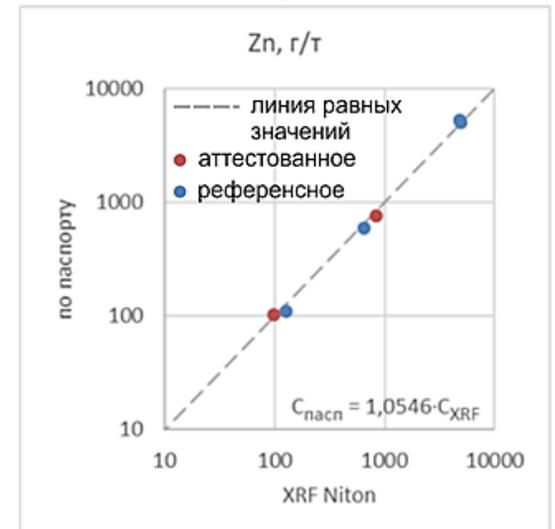
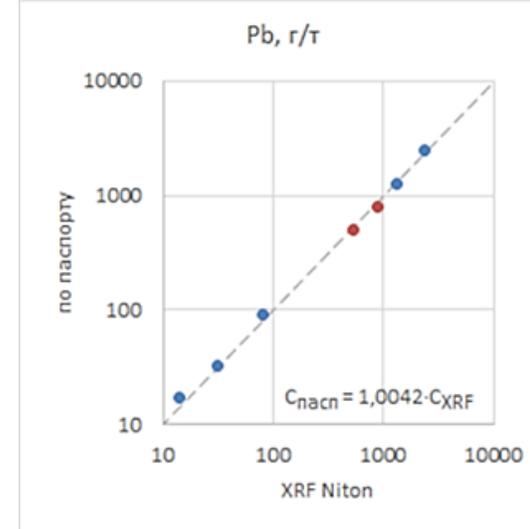
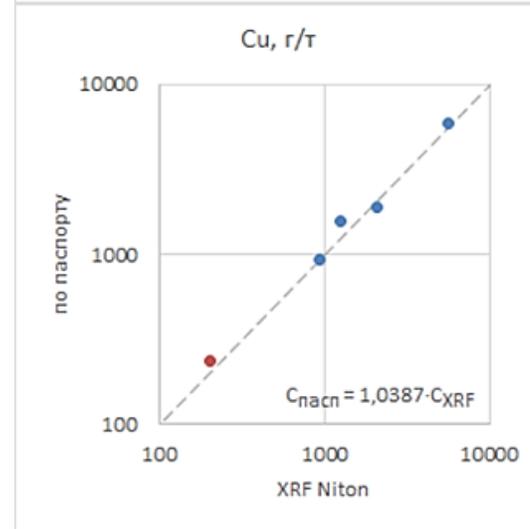
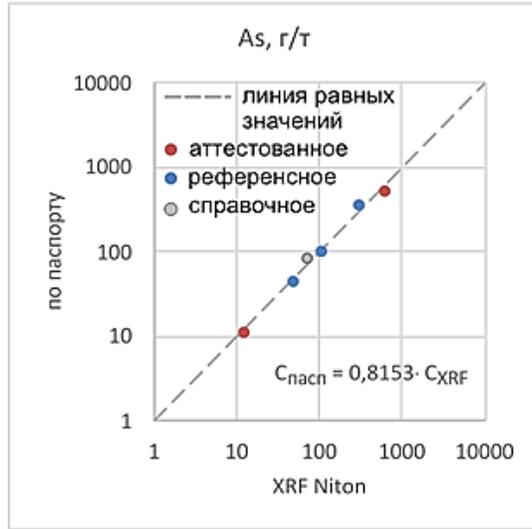
*Анализ в режиме
Mining*

*4 фильтра, по 30 сек.
каждый*

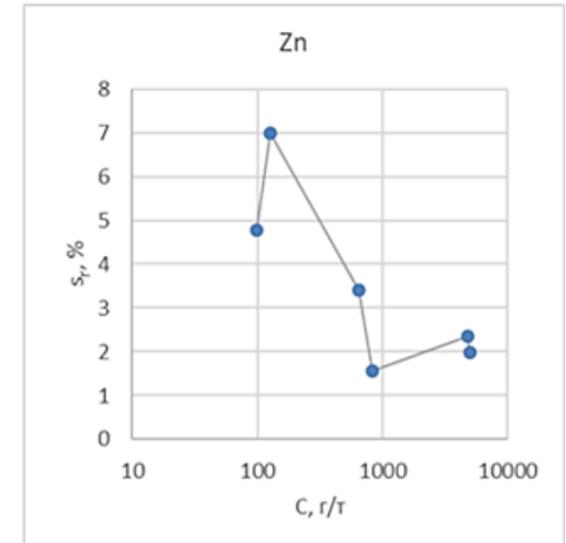
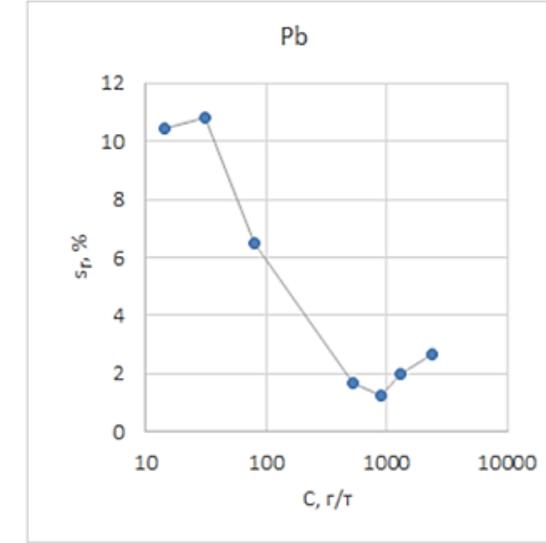
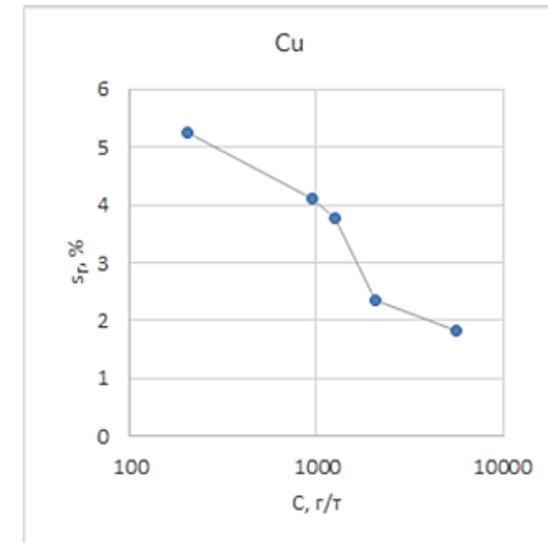
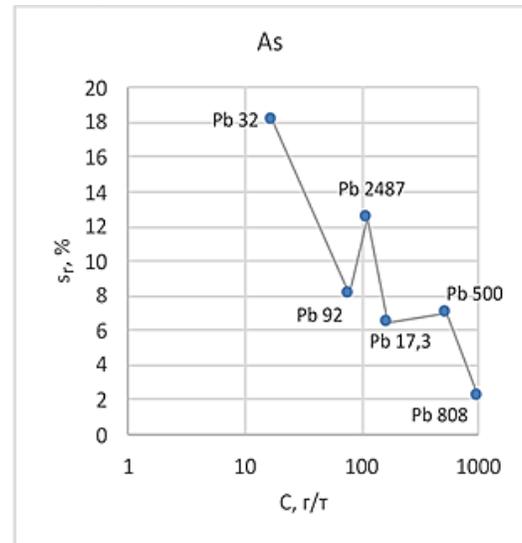
Правильность и повторяемость результатов РФА анализа

Используемые стандартные образцы: SiO_2 , RCRA2709a, SdAR-M2, GBM308-3, GBM309-1, GBM906-10, GBM915-7.

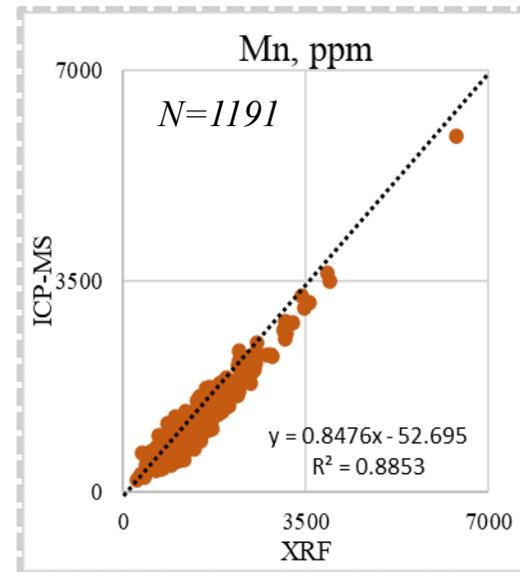
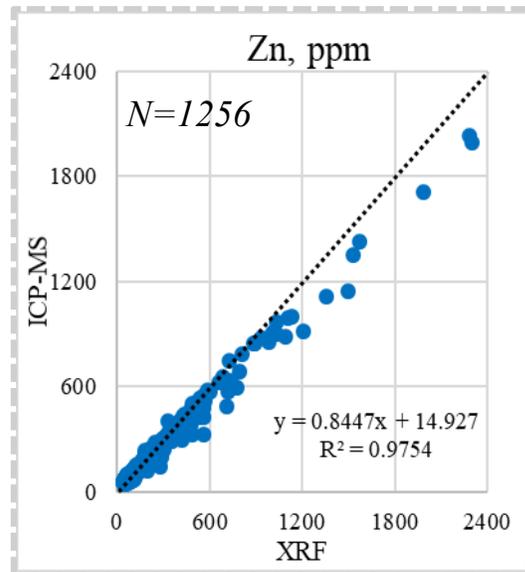
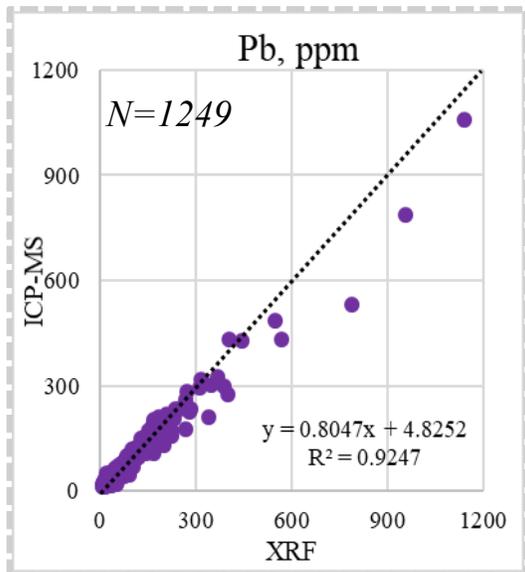
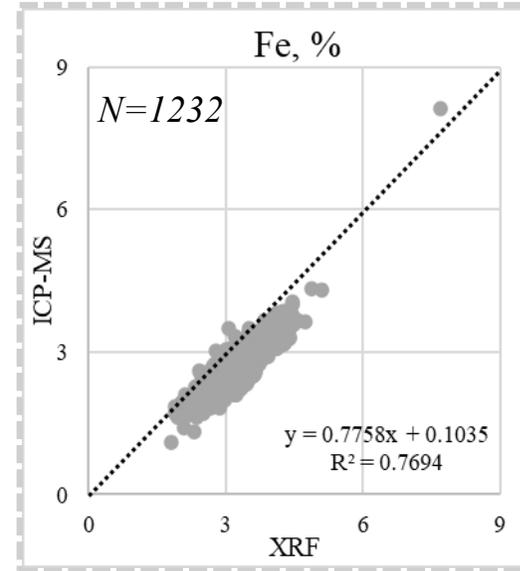
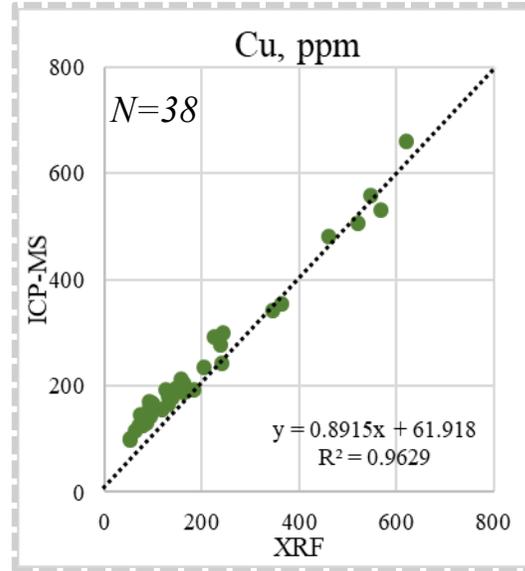
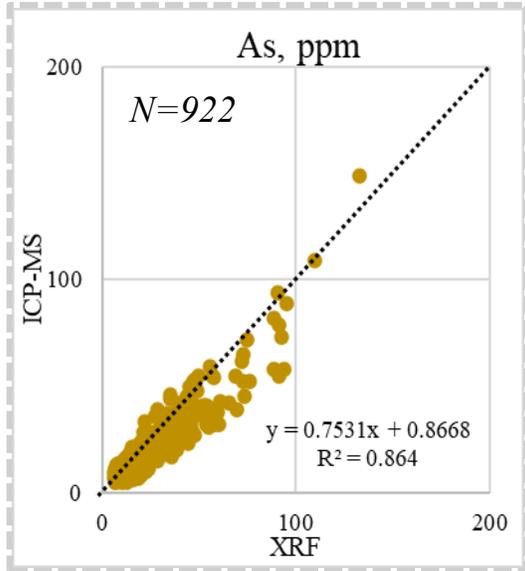
Правильность



Повторяемость



Сравнение результатов РФА и ИСП-МС с мультикислотным разложением



➤ Сравнение результатов анализов 2-х методов показывает удовлетворительный результат

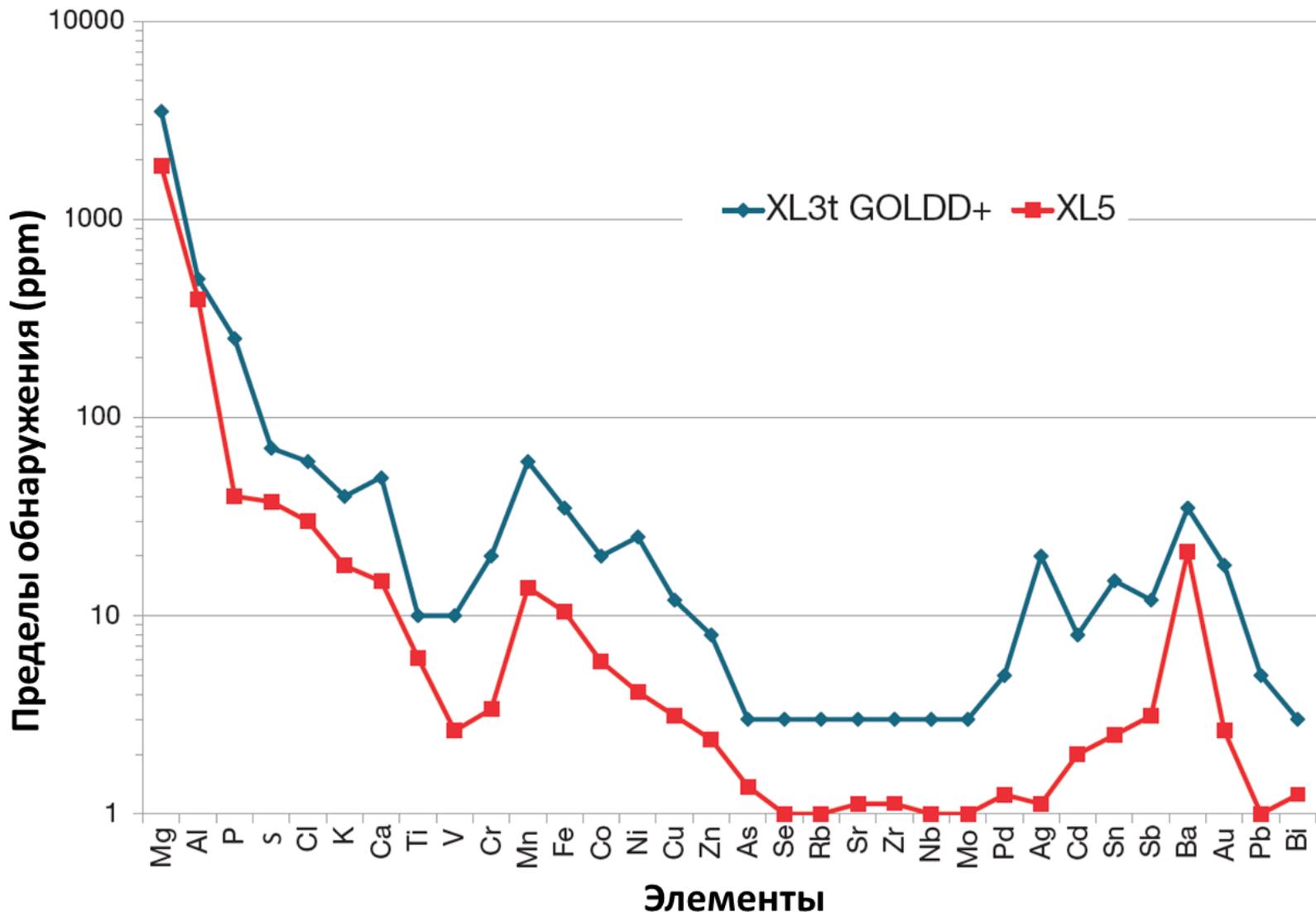
➤ Было выявлено, что медь не определяется при содержании меньше 50 ppm

Экспресс-анализатор Niton XL5



- *Материал анода трубки – Ag, мощность 5 Вт;*
- *Подаваемое напряжение до 6-50 кВ;*
- *Дрейфовый детектор SDD большой площади (GOLDD);*
- *Высокая скорость счета – >180 000 импульсов в секунду;*
- *Более 30 одновременно определяемых элементов;*
- *Анализ широкого круга элементов – от Mg до U;*
 - *Время анализа от 2 до 120 сек.*

Сравнение чувствительности анализаторов



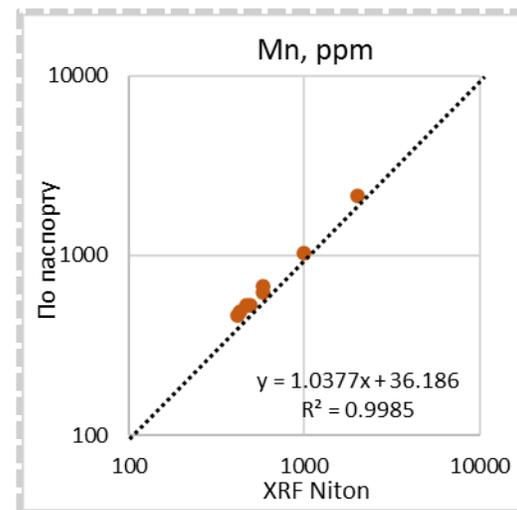
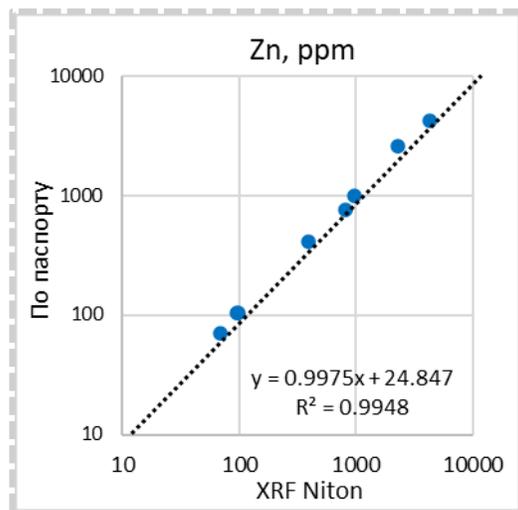
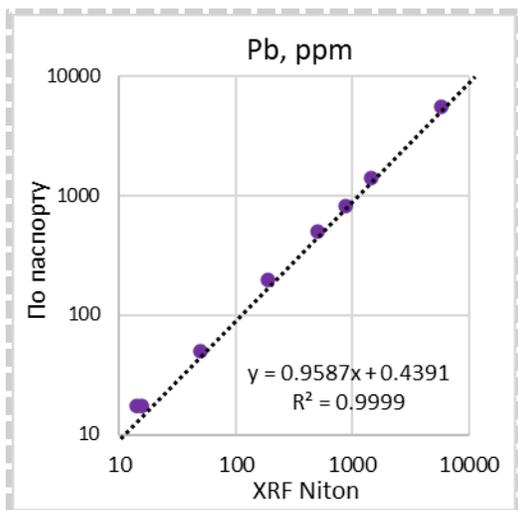
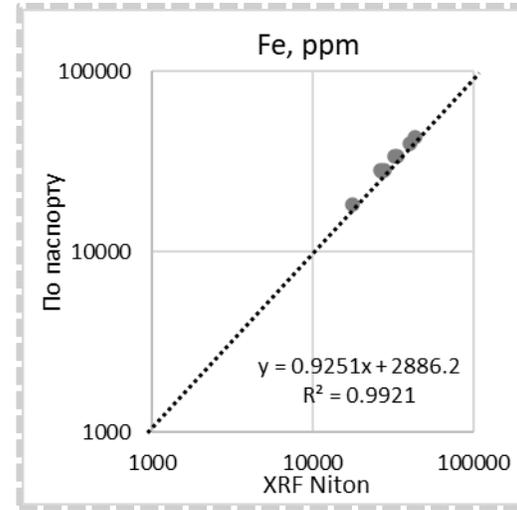
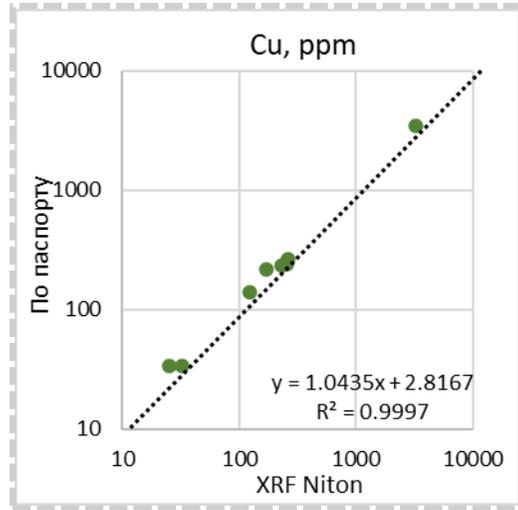
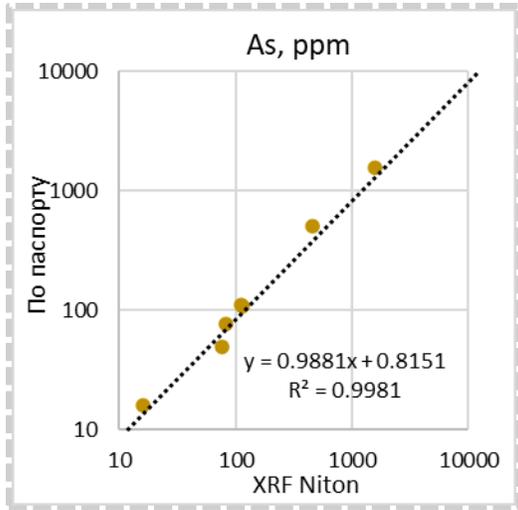
➤ Анализ в матрице SiO_2

➤ В среднем улучшение пределов обнаружения (LOD) составило 66%

➤ Расширился диапазон применения, когда требуются более низкие пределы обнаружения или более быстрое время анализа.

Правильность результатов анализа Niton XL5

Используемые стандартные образцы: BAMU1110, CCRMP TILL4PP, NIST 2709a PP, NIST 2709a PP FXL, NIST 2780 PP, NIST SRM 2710a, NIST SRM 2711a, RCRApp, SiO₂, USGS SdARM2.

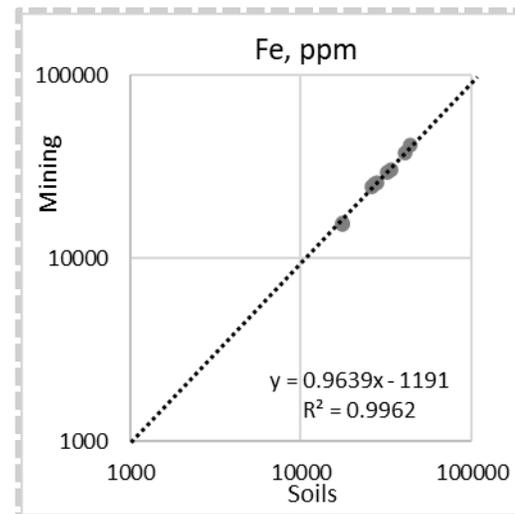
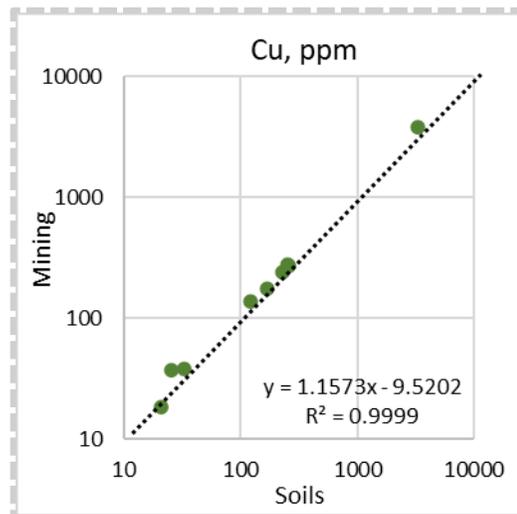
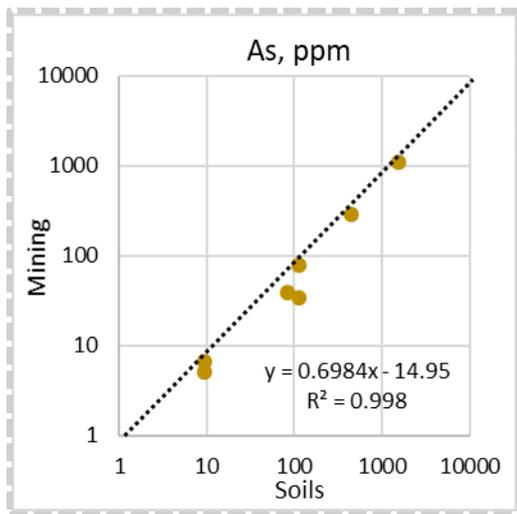


➤ Soils
Основной фильтр
(30 сек.)

➤ Системные
расхождения
отсутствуют
значения угловых
коэффициентов
варьирует от 0,93
до 1,04

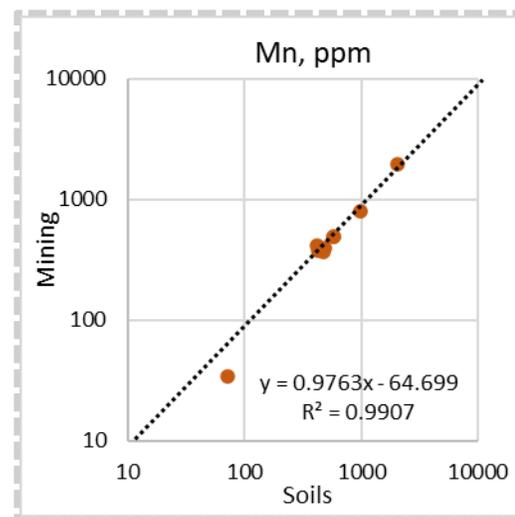
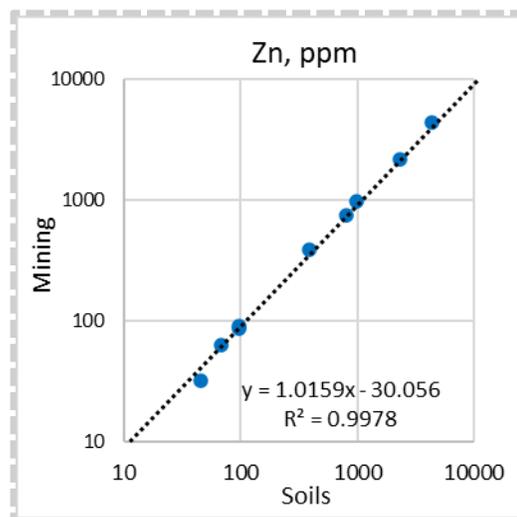
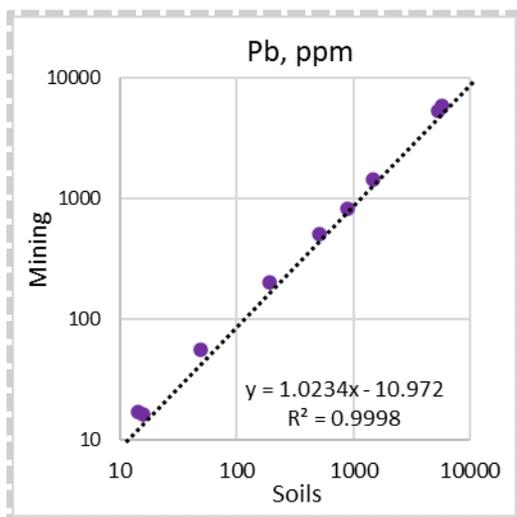
Анализ стандартных образцов в разных режимах измерениях на Niton XL5

Используемые стандартные образцы: BAMU1110, CCRMP TILL4PP, NIST 2709a PP, NIST 2709a PP FXL, NIST 2780 PP, NIST SRM 2710a, NIST SRM 2711a, RCRApp, SiO₂, USGS SdARM2.



➤ *Soils*
Основной фильтр
(30 сек.)

➤ *Mining*
Основной фильтр
(30 сек.)



➤ *Калибровки*
согласуются между
собой, но бывают
незначительные
отклонения

Схема анализа литохимических проб без предварительного просушивания

Образцы влажного рыхлого материала



Внутренняя калибровка прибора
System Check



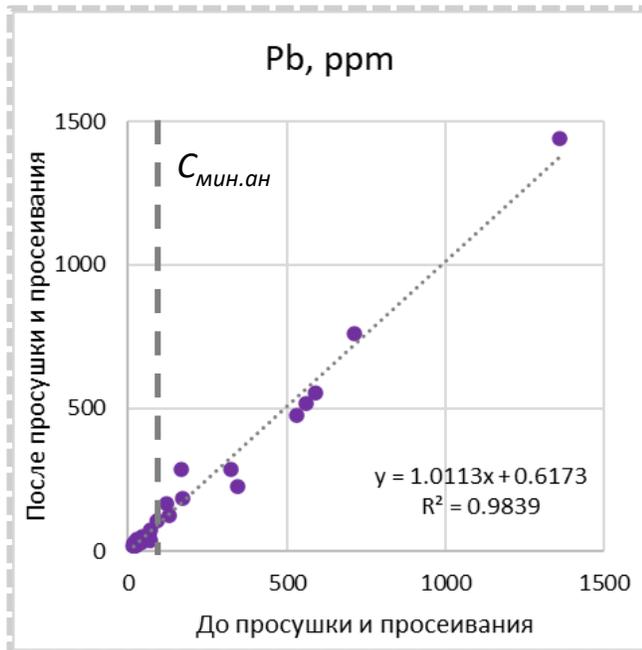
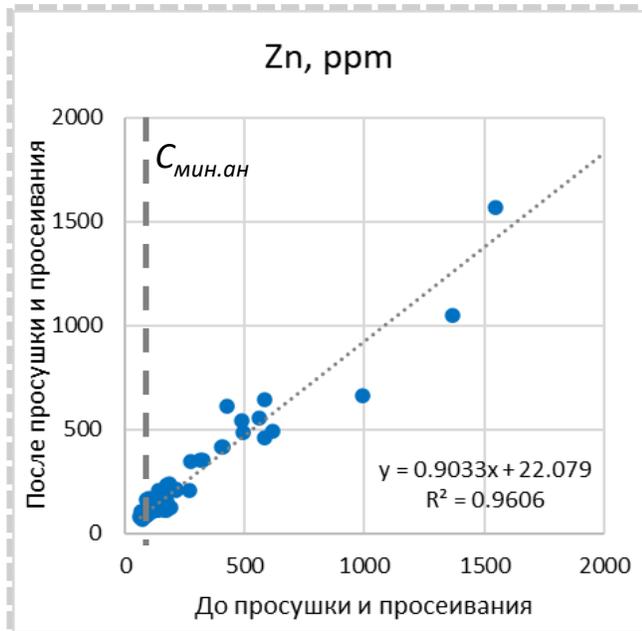
Анализ стандартных образцов
Контроль правильности



Анализ проб без специальной пробоподготовки
Анализ проб прямо в отобранных мешочках, до плотного контакта с пробой (влажность проб варьировалась от 15 до 30%), для защиты носовой части анализатора использовалась майларовая пленка (толщина 6 мкм.), протиралась спиртом после каждого измерения, заменялась каждые 10 измерений

*Анализ в режиме Soils
основной фильтр
(30 сек.)*

Сопоставление результатов анализов в двух режимах спектрометра NITON XL5



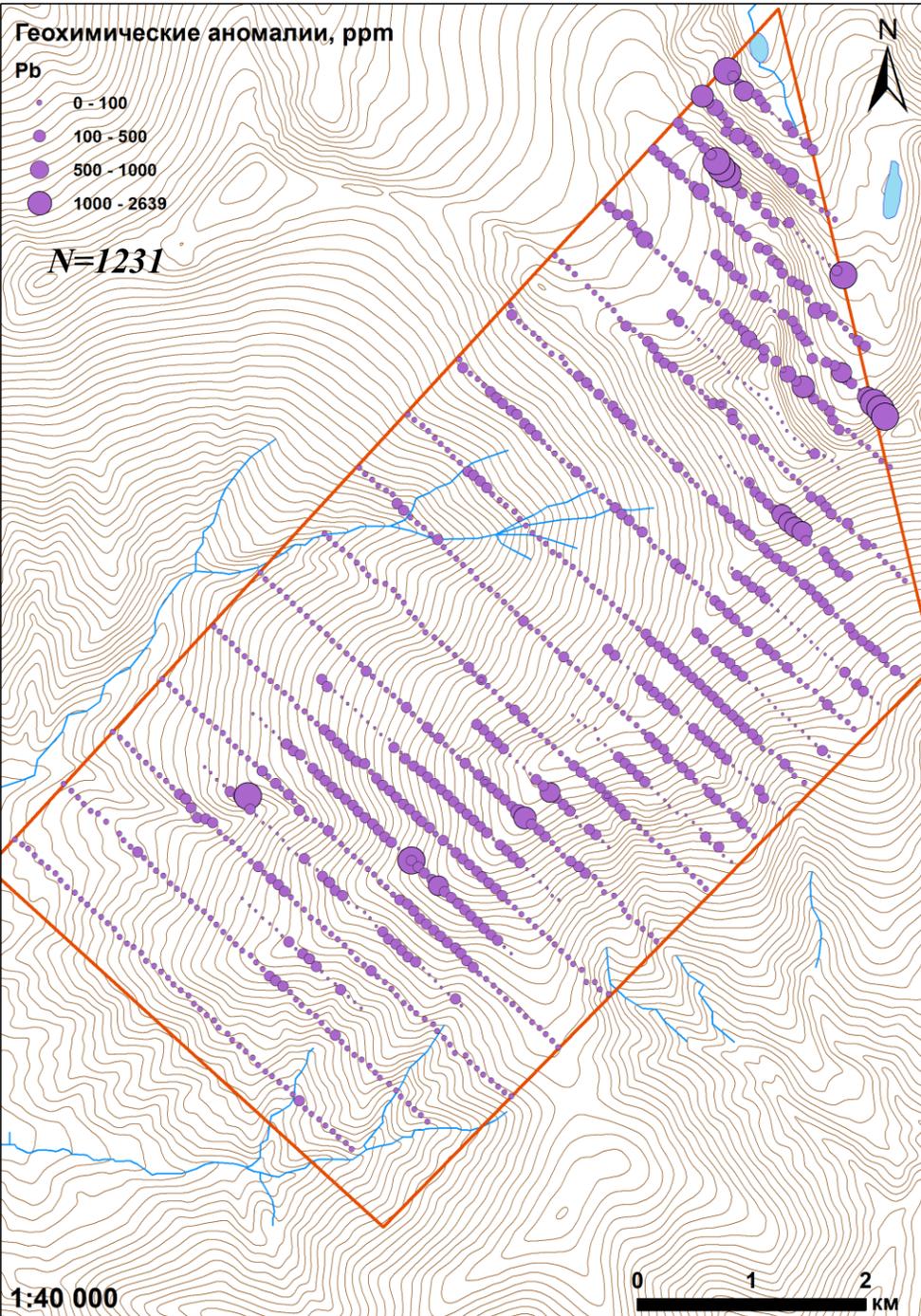
➤ Для сравнения было выбрано 200 образцов

➤ Были выделены минимальные аномальные значения для элементов

➤ Количество проб в смену при анализе:

После просушки и просеивания 100-125 проб

До просушки и просеивания 200-300 проб



Параметры геохимического фона Pb:

$$\min C_{\text{niton}} = 1$$

$$C_{\phi} = 85$$

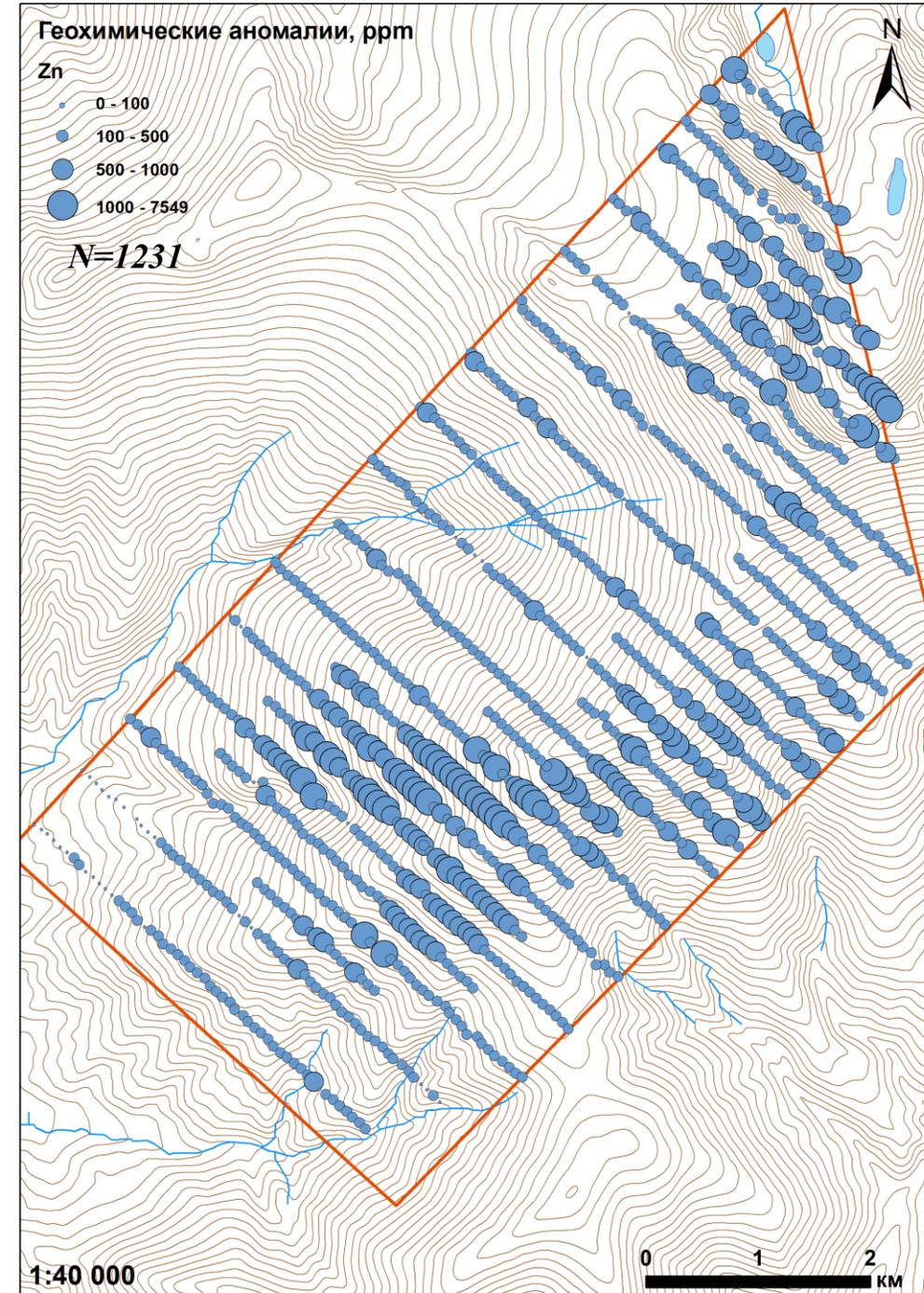
$$C_{\text{мин.ан.}} = 100$$

Параметры геохимического фона Zn:

$$\min C_{\text{niton}} = 4$$

$$C_{\phi} = 90$$

$$C_{\text{мин.ан.}} = 100$$



Выводы:

1. С помощью метода РФА можно получать достоверные данные:

- подтверждено проверкой правильности на стандартных образцах,
- подтверждено проверкой правильности измерения прибора,
- подтверждено проверкой сравнения результатов анализа с методом ИСП-МС (ICP-MS) с мультикислотным разложением.

2. Анализ литохимических проб без предварительного просушивания:

- дает устойчивые результаты,
- существенно сокращает временной промежуток между выявлением геохимических аномалий.



<https://www.thermofisher.com>

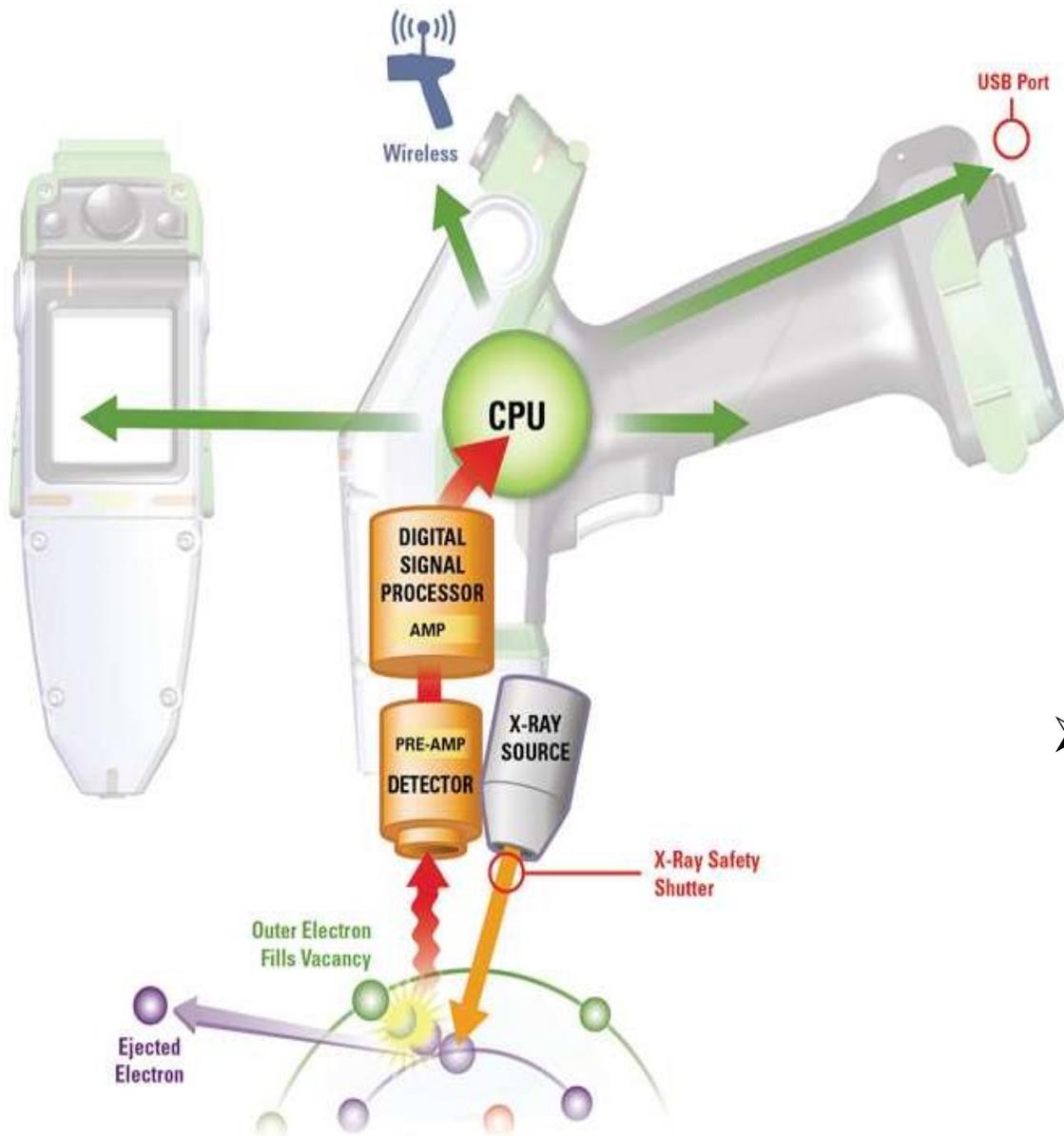


<https://www.thermofisher.com>

Спасибо за внимание!



Пошаговый рентгеновский анализ



- Рентгеновские лучи генерируются анализатором и направляются на поверхность образца.
- Энергия вызывает выброс электронов внутренней оболочки.
- Электроны внешней оболочки заполняют вакансии, оставленные выброшенными электронами, и испускаются флуоресцентные рентгеновские лучи.
- Флуоресцентные рентгеновские лучи попадают в детектор и посылают электронные импульсы на предусилитель.
- Предусилитель усиливает сигналы и отправляет их в цифровой сигнальный процессор (DSP).
- DSP собирает и оцифровывает рентгеновские снимки и отправляет спектральные данные на главный процессор для обработки.
- Центральный процессор анализирует спектральные данные для получения подробного анализа состава.
- Данные о составе и другие данные отображаются и сохраняются в памяти для последующего вызова или загрузки на внешний ПК.