

## Литература

Chen Y.-J., Hjelen J., Roven H. J. Application of EBSD technique to ultrafine grained and nanostructured materials processed by severe plastic deformation: Sample preparation, parameters optimization and analysis // Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition). 2012. Vol. 22. Is. 8. P. 1801–1809.

Schwartz A. J., Kumar M., Adams B. L., Field D. P. Electron backscatter diffraction in materials science. Electron Backscatter Diffraction in Materials Science. Springer, 2009. 403 p.

Gan C. K., Liu Y. Y. F. Direct calculation of the linear thermal expansion coefficients of MoS<sub>2</sub> via symmetry-preserving deformations // Physical Reviews B. 2016. Vol. 94. Is. 13. P. 134303.

**С. В. Ковригина, В. Д. Абрамова, Е. А. Минервина**  
*Институт геологии рудных месторождений, петрографии,  
минералогии и геохимии РАН, г. Москва  
kovrigina.sofja@ya.ru*

### Особенности использования метода ЛА ИСП МС при исследовании прозрачно-полированных шлифов

ЛА ИСП МС – один из наиболее востребованных методов локального анализа минералов в прозрачно-полированных шлифах. Целью работы является определение оптимальных параметров работы лазера для корректного определения микропримесей в составе образца и исключение ошибок, связанных со смещением аблируемого минерала с канадским бальзамом и предметным стеклом. Причиной появления ошибки при анализе может являться неправильный лазерный пробоотбор. Основными параметрами лазерного излучения, которые влияют на глубину проникновения лазера в образец являются частота повторения импульсов (Гц), энергия импульса (Дж) и ее производная – плотность потока (Дж/см<sup>2</sup>) [Kil, 2011].

Измерения проводились в лаборатории анализа минерального вещества ИГЕМ РАН (г. Москва) на квадрупольном масс-спектрометре Thermo Scientific Company Xseries 2 и приставки для лазерной абляции UP-213 New Wave Research (длина волны излучения 213 нм) (рис. 1). Стандартные параметры измерений представлены в таблице 1.

Взаимодействие лазерного луча и поверхности минерала представляет собой совокупность термического и нетермического взаимодействий (фотохимическое и фотомеханическое) (рис. 2), из которых можно выделить взрывное кипение, испарение, плавление и ряд других. Взаимодействие характеризуется оптическими и физическими свойствами поверхности вещества, а также длиной волны, частотой повторения импульсов и интенсивностью лазерного излучения.

Частота повторения импульсов (Гц) и глубина кратера, образующегося в минерале, имеют не строгую линейную зависимость. Так при плотности потока ~10 Дж/см<sup>2</sup> и диаметре пучка 55 мкм за 500 импульсов лазерный луч может достигнуть глубины порядка 100 мкм [Kil et al., 2011]. При стандартной толщине прозрачно-полированного шлифа 30 мкм целесообразно использовать частоты порядка 20 Гц и ниже и время прожига образца не более 30 с в зависимости от физических свойств измеряемого минерала.

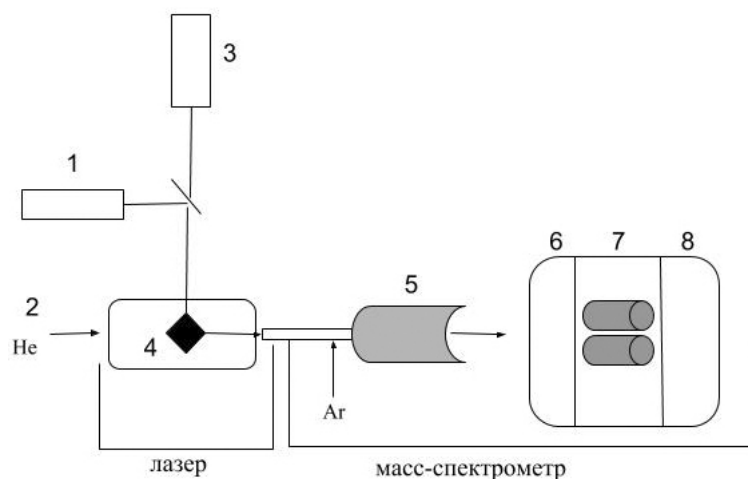


Рис. 1. Принципиальная схема работы ЛА ИСП МС.  
 1 – лазер, 2 – поток гелия, 3 – камера, 4 – ячейка с образцом, 5 – горелка (формирование плазмы), 6 – интерфейс, ионная оптика, 7 – масс-анализатор (квадруполи), 8 – ионный детектор.

Т а б л и ц а

### Параметры измерения

Лазерное излучение	
Длина волны	213 нм
Частота повторения импульсов	10–20 Гц
Плотность потока	12–15 Дж/см <sup>2</sup>
Скорость потока гелия	600 мл/мин
Длительность измерения фоновых содержаний	30 с до пробоотбора
Масс-спектрометр	
Напряжение, для создания плазмы	1050 Вт
Скорость потока аргона	плазмообразующий 15 л/мин охлаждающий 0.9 л/мин несущий 0.85 л/мин
Метод сканирования	Смешанный (аналоговый и пиковый)

Плотность потока является характеристикой интенсивности лазера и его увеличение приводит к получению кратера большего объема и, как следствие, к большему количеству испаренного материала. При использовании метода ЛА ИСП МС подбор плотности потока энергии должен характеризоваться балансом между количеством испаряемого вещества, которое напрямую влияет на интенсивность получаемого сигнала, и ошибкой количественного измерения минерала вследствие эффекта LIEF (*laser-induced elemental fractionations* – элементное фракционирование при лазерном возбуждении). Вследствие эффекта LIEF происходит нестехиометрическое

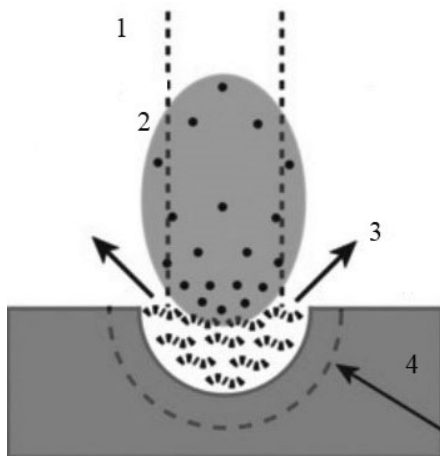


Рис. 2. Схема взаимодействия лазера и поверхности минерала по [Arevalo, 2014] с изменениями.

1 – лазерный луч, 2 – газ для транспортировки, 3 – кратер, выделение ионов, молекул и микрочастиц вещества, 4 – область поглощения тепла.

разрушение изучаемого минерала. Наибольшей изменчивости подвержены элементы халькофильной группы и частично – литофильной. При применении наносекундного лазера плотность потока для большинства минералов оптимальна в пределах 3–15 Дж/см<sup>2</sup> [Wohlgemuth-Ueberwasser et al., 2007; Jochum et al., 2011].

Интерпретируя данные, полученные при исследовании прозрачно-полированных шлифов, необходимо обращать внимание на изменение основных компонентов, таких как плавное их снижение и появление ярко инородных элементов. Например, в сульфидах и сульфатах это будут Si и Na, а также другие минералогически необоснованные элементы примеси, которые, в свою очередь, могут являться примесью в составе предметного стекла. Также целесообразно будет сравнение содержания одинаковых элементов в одном минерале при прожигании точкой (статическое положение лазерного луча) и линией (движение лазерного луча с заданной скоростью). Вероятности достигнуть предметного стекла при прожиге точкой больше, чем линией, но тип прожига определяется, исходя из поставленной задачи анализа. При локальном анализе минералов в прозрачно-полированных шлифах должна учитываться совокупность параметров лазерного излучения, которую необходимо подбирать для максимизации качества конечного сигнала на масс-спектрометре.

*Работа выполнена в рамках темы Госзадания Б-138-1 «Развитие интегрированной информационной системы для пространственно-временного моделирования рудообразующих систем месторождений стратегических металлов на основе ГИС технологий».*

## Литература

- Arevalo Jr. R. Laser ablation ICP-MS and laser fluorination GS-MS // In: Treatise on Geochemistry: Second Edition, 2014. Vol. 15. P. 425–441.
- Kil Y., Shin H. S., Oh H. Y., Kim J. S., Choi M. S., Shin H. J., Park Ch. S. In-situ trace element analysis of clinopyroxene on thin section by using LA-ICP-MS // Geosciences Journal. 2011. Vol. 15. P. 177–183.
- Jochum K., Weis U., Stoll B., Kuzmin D., Yang Q., Raczek I., Jacob D., Stracke A., Birbaum K., Frick D., Günther D., Enzweiler J. Determination of reference values for NIST SRM 610–617 glasses following ISO guidelines // Geostandards and Geoanalytical Research. 2011. Vol. 35. № 14. P. 397–429.
- Wohlgemuth-Ueberwasser C., Ballhaus C., Berndt J., Stotter V., Meisel T. Synthesis of PGE sulfide standards for laser ablation inductively coupled plasma mass spectrometry (LA-ICP-MS) // Contribution to Mineralogy and Petrology. 2007. Vol. 154. P. 607–617.