

# **ЛАБОРАТОРНО-АНАЛИТИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ПОИСКОВО-ГЕОХИМИЧЕСКИХ РАБОТ**

*Обобщен опыт лабораторий по аналитическому сопровождению минералого-геохимических и экологических работ, проводимых ИМГРЭ. Рассмотрена приборно-методическая база, приведены рекомендации по пробоподготовке и управлению качеством аналитических работ. **Ключевые слова:** пробоподготовка, ПКСА, РФА, ИСП-МС/АЭС, стандартные образцы, минералогический анализ.*

Vaganov I.N., Kabirova R.U. (IMGRE)

## **LABORATORY AND ANALYTICAL ENSURING SEARCH AND GEOCHEMICAL WORKS**

*The article summarizes the experience of laboratories for analytical support of mineralogical-geochemical and environmental work conducted IMGRE. Reviewed instrument and methodological framework, provides recommendations for sample preparation and quality management of analytical works. **Keywords:** sample preparation, of SQA, XRF, ICP-MS/AES, standard samples, and mineralogical analysis.*

Развитие геохимии как науки тесно связано с прогрессом в аналитической химии, а практическое применение геохимических методов поиска опирается на приборно-методическую базу аналитических лабораторий. Эффективность средне и мелкомасштабных геохимических работ не всегда очевидна, особенно на перекрытых территориях, т.к. они напрямую не выводят на поисковый объект месторождения. Как известно, первичные геохимические ореолы представляют собой зоны, окаймляющие рудные тела. Они обогащены или обеднены химическими элементами. Для выполнения задач по геологическому изучению недр необходимо качественное аналитическое обеспечение. Качество аналитических работ является критическим условием для всего комплекса геохимических исследований, независимо от объекта исследования — рудное тело, первичный ореол, геохимическая аномалия различного генезиса, выделенные фракции.

Несмотря на высокую эффективность региональных геохимических работ, обеспечивающую значимый прирост запасов по таким стратегическим видам минерального сырья, как Au и U на западе Русской платформы, Au, Be, Ag на Чукотке и т.п., практическая значимость работ этого масштаба до сих пор оставляет желать лучшего. Основной проблемой является низкий процент включения перспективных площадей по результатам региональных геохимических работ в перечень конкурсных объектов.

Главная причина — это слабое лабораторно-аналитическое обеспечение геологоразведочных работ:

применение приближенно-количественных методов анализа, не всегда соответствующих по качеству и чувствительности современным требованиям проведения геохимических исследований, хотя их категорическое отрицание тоже неправильно;

2. Структура АГХП рудного кластера месторождения Песчанка представлена четырьмя ассоциациями элементов «порфиrowого» этапа: MnFe — предрудной пиритовой; MoCu — раннепродуктивной молибденит-халькопиритовой; CuAuAg — позднепродуктивной борнит-халькопиритовой; SbAs(Cu) — блекловорудной и двумя — слабо проявленного эпитеpмального этапа: PbZn — полиметаллической; BiTe(Se) — тетрадемит-гесситовой.

3. В геохимической структуре месторождения поперечная зональность проявлена в смене ассоциаций от внутренней зоны к внешним в последовательности: SbAs(Cu) — CuAuAg — BiTe(Se) — Mo(Cu) — PbZn — BiTe(Se) — MnFe. Продольная зональность выражается в сокращении в составе руд второстепенных ассоциаций в направлении с юга на север.

4. По результатам исследования вертикальной геохимической зональности был выявлен обобщенный ряд (снизу вверх): Au-As-Ag-Mo-**Cu**-Bi-Cd-Pb-Sb-Mn-Zn-Fe-Se-Te. Контрастность выявленной вертикальной зональности слабая. Эрозионный срез штоков (Главный) до верхнерудного (Главный) до верхне-среднерудного (Центральный и Северный). Перспективы продолжения оруденения на глубину наиболее высокие для Главного штока, умеренные — для Северного и Центрального штоков.

## **ЛИТЕРАТУРА**

1. Бакшеев, И.А. Золото-молибден-медно-порфиrowо-эпитеpмальная система Баимской рудной зоны, Западная Чукотка / И.А. Бакшеев, Ю.Н. Николаев, В.Ю. Прокофьев и др. // Металлогения древних и современных океанов-2014. Двадцать лет на передовых рубежах геологии месторождений полезных ископаемых. — Миасс: Инст. минерал. УрО РАН, 2014. — С. 108–112.
2. Боровиков, В.П. Популярное введение в современный анализ данных в системе STATISTICA: Учеб. пособие для вузов / В.П. Боровиков. — М.: Горячая линия — Телеком, 2013.
3. Каминский, В.Г. Комплексная геолого-поисковая модель медно-порфиrowого месторождения Баимской зоны / В.Г. Каминский, 1989.
4. Николаев, Ю.Н. Au-Ag минерализация порфиrowо-эпитеpмальных систем Баимской Зоны (Западная Чукотка, Россия) / Ю.Н. Николаев, И.А. Бакшеев, В.Ю. Прокофьев и др. // Геология рудных месторождений. — 2016. — Т. 58 — № 4. — С. 319–345.
5. Николаев, Ю.Н. Геохимические поля порфиrowо-эпитеpмальных систем, их интерпретация и оценка на основе современных геологических и генетических представлений / Ю.Н. Николаев, Ю.Н. Сидорина, И.А. Калько и др. // Разведка и охрана недр. — 2013. — № 8. — С. 45–50.
6. Соловов, А.П. Справочник по геохимическим поискам полезных ископаемых / А.П. Соловов, А.Я. Архипов, В.А. Бугров и др. — М.: Недра, 1990.
7. Читалин, А.Ф. Порфиrowо-эпитеpмальные системы Баимской рудной зоны, Западная Чукотка / А.Ф. Читалин, Ю.Н. Николаев, И.А. Бакшеев и др. // 27-е научные чтения имени академика В.И. Смирнова. — М., 2016. — С. 1–34.
8. Читалин, А.Ф. Баимская рудная зона — кластер крупных месторождений цветных и драгоценных металлов на западе Чукотского АО / А.Ф. Читалин, В.В. Усенко, Е.В. Фомичев // Минеральные ресурсы России. Экономика и управление. — 2013. — № 6. — С. 68–73.
9. Sillitoe, R.H. Porphyry copper systems / R.H. Sillitoe // Econ. Geol. — 2010. — V. 105. — P. 3–41.

© Коллектив авторов, 2016

Николаев Юрий Николаевич // nikolaev@geol.msu.ru  
Джеджа Георгий Тенгизович // jeje@yandex.ru  
Сидорина Юлия Николаевна // bobbin@yandex.ru  
Калько Ильядар Анатольевич // ildarkalko@yandex.ru

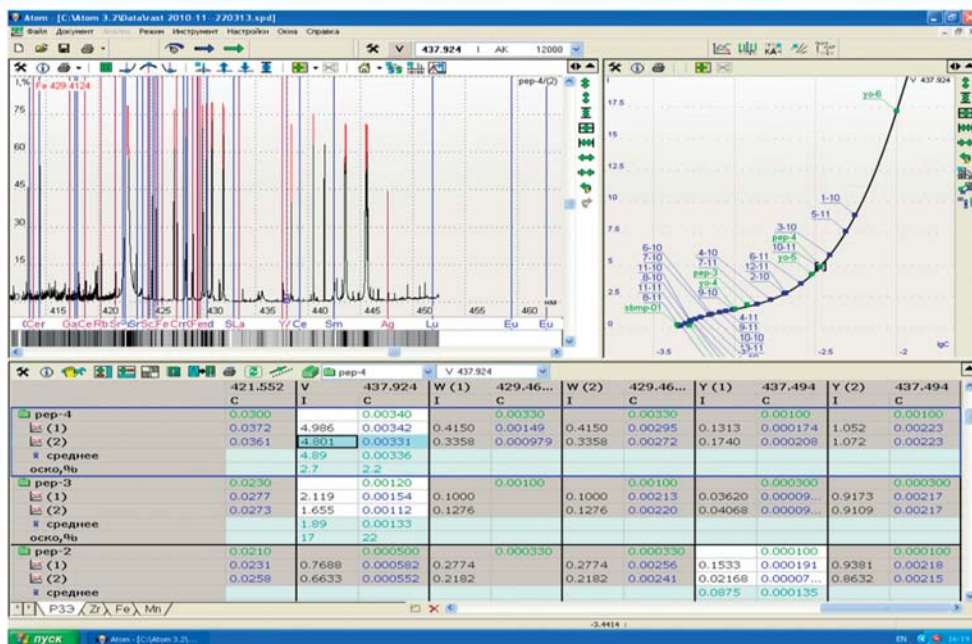


Рис. 1. Общий вид программы «Атом 3.2»

отсутствие рационального комплекса аналитических методов определения содержаний элементов при проведении геохимических поисков на закрытых, полузакрытых и открытых территориях.

Многолетняя практика зарубежной поисковой геохимии свидетельствует о полном отказе от приближенно-количественных аналитических методов в пользу таких количественных методов анализа, как атомно-абсорбционная спектроскопия, рентгеноспектральный флуоресцентный анализ, масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой и т.п. Также давно существует необходимость технического перевооружения отраслевых лабораторий, обеспечивающих геохимические поиски для производства массовых анализов на широкий круг элементов не ниже III категории точности.

Лабораторно-аналитическое обеспечение можно разделить на три этапа: массовый анализ геохимических проб, количественные и специальные прецизионные методы анализа геохимических проб, минералого-геохимический анализ проб.

**Массовый анализ геохимических проб** в полной мере обеспечивает все три вышеперечисленных этапа. Проводится в больших объемах по заказам научно-производственных подразделений института и сторонних организаций отрасли и обеспечивается несколькими лабораториями ИМГРЭ. Лаборатория пробоподготовки укомплектована широким спектром оборудования, предназначенным для дробления, квартования и истирания поступающих проб. Пробы разделяются на: экологические (почвы, растительные пробы, донные отложения), геохимические и рудные. Для проб каждого направления предназначены отдельные размольные сосуды, что исключает возможность заражения между типами проб. При подготовке пробы к анализу контролируется представительность аналитической пробы, крупность частиц пробы, возможные потери отдельных летучих элементов (серы, ртути и др.). Благодаря применению современных методик пробоподготовки, а

также прогрессивной системы контроля качества вероятность заражения проб сводится к минимуму.

**Полуколичественный спектральный анализ** ПКСА на 20–40 элементов выполняется методом просыпки-вдувания проб горных пород, почв, грунтов сквозь дугу переменного тока. Просыпка выполняется на установке «Поток», установленной на рельсе спектрографа ДФС-458с, регистрация спектра ведется системой МАЭС. Спектры обрабатываются в программном пакете АТОМ (рис. 1), градуировочные графики построены с использованием ГСО горных пород, руд, почв, а также искусственных смесей ОСО №493 (рис. 1).

Процесс измерения концентраций элементов в исследуемом веществе включает следующие действия: проба, прошедшая процедуру пробоподготовки, равномерно полностью сгорает в дуге высокого тока генератора в течение определенного времени. Получаемый спектр излучения в спектрографе регистрируется многоканальным анализатором атомно-эмиссионных спектров МАЭС, состоящим из совокупности взаимосвязанных элементов фотоэлектрической системы (рис. 2). Результаты атомно-эмиссионного определения Ni, Co, V, Cr, Mo, Cu, Pb, Zn, Ag, Bi, Cd, Tl, Ge, In, P, B, Li, Mn, Sn, Ga являются полуколичественными и удовлетворяют требованиям пятой категории классификации лабораторных результатов по точности. Преимуществом ПКСА является скорость и низкая себестоимость выполнения анализа. Производительность ПКСА составляет более 100 проб в день.

В БГГЭ ИМГРЭ разработан и внедрен интегрально-сцинтилляционный метод определения Au (спектрозолотометрия), где используют периодическое накопление аналитических спектральных сигналов с временем

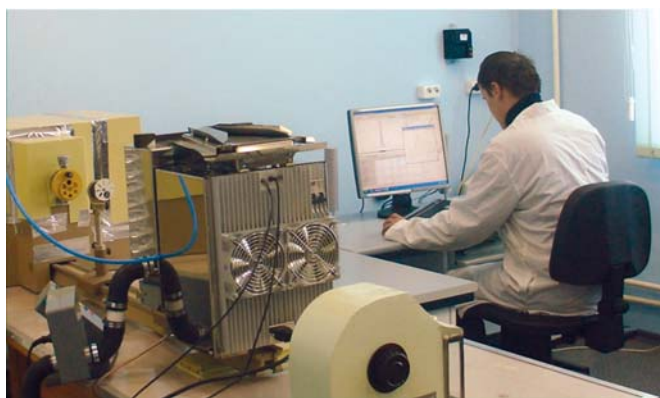


Рис. 2. Многоканальный анализатор атомно-эмиссионных спектров МАЭС



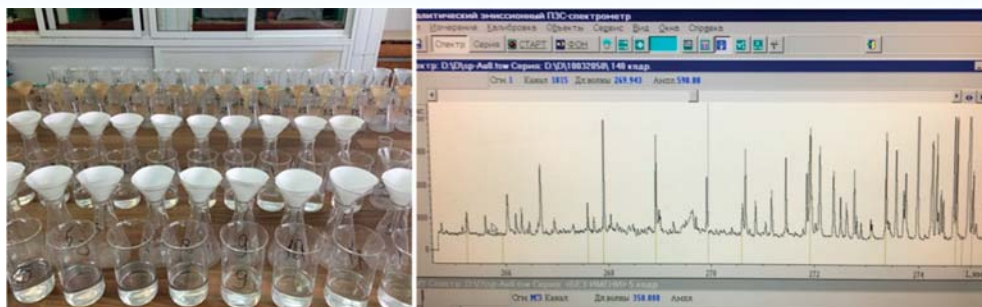


Рис. 3. Пробы в растворах и покадровая развертка их анализа на Au на экране ПК

этого накопления  $> 0,001$  сек. Расчет результатов анализа по спектральным линиям элементов с учетом фона и сортировки сигналов по соотношению аналитического сигнала к флуктуациям фона для каждого из накоплений сигнала создают условия для импульсного излучения атомов исследуемого материала (рис. 3).

**Количественные методы анализа геохимических проб.** Приборная база аналитических лабораторий ИМГРЭ рассчитана на решение разнообразных лабораторных аналитических задач для геолого-геохимического изучения поисковых площадей. Разнообразное аналитическое оборудование позволяет проявлять гибкость при составлении плана аналитических испытаний исследуемых проб различного состава.

Среди **количественных методов химического анализа**, реализованных в ИМГРЭ, наиболее востребованы рентгенофлуоресцентный анализ (РФА) и метод масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС).

**Валовый РФ анализ** выполняется на последовательном спектрометре с волновой дисперсией Axios Advanced (пр-во Нидерланды). Навеска истертой до 300 меш пробы массой 10 г смешивается со связующим веществом (клеем) и помещается в прессовальную форму, прессуется на электромеханическом или ручном прессе в дисковый излучатель («таблетку»). Затем спрессованная «таблетка» сушится и анализируется согласно выбранной методике. К примеру, в ОНПАР внедрена методика рентгенофлуоресцентного анализа почв, донных отложений, горных пород по технологии PRO-TRACE для определения элементов-примесей от 1–5 г/т. Валовый РФ анализ позволяет определять содержания до 54 элементов в пробе. Длительность такого анализа зависит от количества определяемых элементов. Преимуществом рентгенофлуоресцентного анализа является его относительная экспрессность и простота пробоподготовки.

**Методы ИСП-МС, ИСП-АЭС, ААС** позволяют напрямую анализировать питьевую и природную воду и технологические растворы, тогда как для сточных вод, растений, почв, горных пород и руд требуется подготовка пробы — перевод (разложение) исходной пробы в раствор.

Перевод пробы в раствор может быть осуществлен 4 основными способами:

может быть выполнено определение подвижных форм элементов в образце;

образец может быть разложен в открытой системе в тигле на плитке в вытяжном шкафу; образец может

быть разложен в реакционном сосуде системы микроволнового разложения;

образец может быть разложен сплавлением с реактивом и последующим растворением в кислоте.

Каждый из методов растворения имеет свои преимущества и недостатки. Наиболее полное разложение для ИСП-МС анализа пробы на широкий круг элементов до-

стигается применением двух способов перевода в раствор. Такие подвижные элементы как Li, Bi, Tl, Re, Zn, Pb, Cu, Ni, Cs и др. определяют по результатам микроволнового разложения, тогда как Nb, Ta, Zr, Hf, PЗЭ и другие определяют по результатам сплавления и последующего растворения. В ОНПАР установлена система микроволнового разложения SpeedWave фирмы Berghof, рассчитанная на одновременный нагрев 12 реакционных сосудов. Разложение путем сплавления навесок проб с метаборатом лития проходит при  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$  в графитовых тиглях с пиропокрытием в атмосфере аргона. Навеска пробы составляет 20–50 мг. Дальнейшее растворение полученного королька осуществляется в 50 мл 5 %  $\text{HNO}_3$ . Недостатком такого способа разложения является загрязнение пробы примесями в метаборате, а также загрязнение систем подачи пробы ИСП-МС и АЭС спектрометров бором и литием. Измерения полученных растворов проводятся на масс-спектрометре Elan 6100 DRC. Дрейф прибора и матричные эффекты учитываются с использованием внутреннего стандарта In, а также по периодическому измерению контрольной пробы.

В ИМГРЭ реализовано определение пороодообразующих элементов (силикатный анализ) методом ИСП-АЭС в горных породах, рудах, почвах, донных отложениях. Измерения полученных растворов проводятся на ИСП-АЭС приборе Optima 3300RL. В сумму содержаний при силикатном анализе входят:  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{MnO}_{\text{общ.}}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_{3\text{общ.}}$  и потери при прокаливании (ППП). Преимуществом данной методики является высокая производительность до 25 проб в день.

В ОНПАР ИМГРЭ была разработана высокочувствительная методика определения рения в горных породах и сульфидных рудах фотометрическим методом третьей категории точности НСАМ 179-Х. Нижний предел определения рения составляет  $0,002\text{ г/т}$ . Методика активно применяется в институте при исследованиях молибденовых, урановых руд, геохимических ореолов на рений. Среди прочих методов количественного анализа реализованы: титриметрия, гравиметрия, высокоэффективная жидкостная хроматография, ИК-спектрометрия.

#### **Минералого-геохимический анализ проб.**

**Оптико-минералогический метод анализа** реализован в лаборатории минералогических исследований ИМГРЭ. Также применяется ряд минералогических методик для комплексного изучения горных пород, рыхлых отложений, руд, продуктов их обогащения.

**Метод рентгеноспектрального микроанализа (РСМА)** позволяет проводить локальный анализ минералов и различных твердых фаз. Локальность метода 3–5 мкм. Используется микроанализатор с волновой дисперсией (WDS) Camebax Microbeam. Постоянно ведется работа над составлением методических рекомендаций по исследованиям состава различных минералов горных пород, сложных многокомпонентных редкометалльно-редкоземельных руд, технологических продуктов их переработки. Результаты таких работ привели к открытиям нескольких новых минералов.

Область аккредитации лабораторий ОНПАР включает более 50 методик, которые охватывают весь перечень показателей, необходимых для проведения геохимических, поисковых и экологических работ.

Обеспечение прослеживаемости, достоверности и сопоставимости результатов химических анализов достигается при использовании аттестованных стандартных образцов (СО) и аттестованных методик анализа. Институт располагает обширной коллекцией СО состава горных пород, руд, почв, рыхлых отложений, неметаллических полезных ископаемых, растений. ИМГРЭ регулярно обновляет коллекцию ГСО и ОСО, пользуясь сведениями об утвержденных типах и сроках годности стандартных образцов Госреестра СО, отраслевого реестра СО ФГБУ «ВИМС», каталогом стандартных образцов ИГХ СО РАН.

В заключение хочется отметить проблему подготовки молодых кадров. Никакая техника не сможет работать без высококвалифицированных специалистов с достойной оплатой труда.

Каждому отдельному предприятию не под силу решить проблемы, стоящие перед лабораторно-аналитической базой отрасли. Только совместными усилиями можно привести лабораторно-аналитическую базу отрасли в соответствие с современными требованиями качества обеспечения при ГРР.

© Ваганов И.Н., Кабилова Р.У., 2016

Ваганов Иван Николаевич // bvfunt@rambler.ru  
Кабилова Роза Ураловна // onpar-imgre@rambler.ru

УДК 551.311.234

**Ачкасов А.И., Варавя К.В., Самаев С.Б.**  
(ФГУП «ИМГРЭ»)

#### **ЭКОЛОГО-ГЕОХИМИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОЧВ МОСКВЫ**

*Представлены результаты эколого-геохимического картирования почв Москвы. Приведены данные мониторинга содержания тяжелых металлов в городских почвах за сорокалетний период. Дана экологическая оценка загрязнения почв города и его отдельных муниципальных округов. Показаны возможности экологической геохимии при изучении распределения загрязняющих веществ в компонентах окружающей среды крупного мегаполиса. **Ключевые слова:** экологическая геохимия, эколого-геохимическое картирование, мониторинг, загрязнение почв, суммарный показатель загрязнения, предельно-допустимая концентрация, фоновое содержание.*

Achkasov A.I., Varava K.V., Samaev S.B. (IMGRE)

#### **EKOLOGICAL AND GEOCHEMICAL RESERCVES OF SOILS IN MOSCOW**

*The article presents the results of eco-geochemical mapping of Moscow soils. Results monitoring of contents heavy metals in urban soils under the forty-year period. Environmental assessment of soil pollution in the city and its individual municipalities. The possibilities of environmental geochemistry in the study of the distribution of contaminants in environmental components of a large metropolis. **Keywords:** ecological geochemistry, eco-geochemical mapping, monitoring, soil pollution, the total pollution index, maximum permissible concentration, content background.*

Одним из направлений деятельности Института минералогии геохимии и кристаллохимии редких элементов (ИМГРЭ) являются эколого-геохимические исследования территорий различного функционального назначения. ИМГРЭ внес весомый вклад в становление и развитие экологической геохимии как нового научного направления.

Идеология использования геохимических исследований для выявления и картирования очагов и источников техногенного загрязнения окружающей среды возникла в середине 1970-х годов на основе опыта поисковой геохимии [1]. Базой такого направления исследований являлась предпосылка, что в зоне влияния промышленных предприятий, как и в районе рудных месторождений в компонентах природной среды формируются ореолы повышенных концентраций химических элементов.

Уже первые опытно-методические работы, выполненные ИМГРЭ на территории Москвы, показали высокую эффективность и практическую значимость эколого-геохимических исследований. Это послужило основой для формирования эколого-геохимического направления работ в институте, которое было поддержано Министерством геологии СССР. На основе геохимических исследований, выполненных в промышленно-урбанизированных и сельскохозяйственных районах различных регионов бывшего Советского Союза, были разработаны и широко внедрены в практику методические основы экологической геохимии.

Огромный вклад в развитие эколого-геохимического направления внесли сотрудники института: Ю.Е. Сает, Э.К. Буренков, Б.А. Ревич, Е.П. Янин, В.В. Иванов, А.А. Головин, Р.С. Смирнова, И.Л. Башаркевич, И.А. Морозова, Е.П. Сорокина, Л.Н. Алексинская, Л.С. Соколов, А.И. Ачкасов, Н.Я. Трефилова, В.З. Фурсов, Л.Н. Гинзбург, А.А. Волох и многие другие.

С самых первых исследований был взят курс на комплексное изучение состояния окружающей среды. Работы проводились по нескольким направлениям:

картирование техногенного загрязнения почв и снегового покрова;

установление особенностей реагирования растений на загрязнение почв;

геохимические исследования подземных вод, поверхностных водотоков и донных отложений;

изучение отходов промышленных предприятий как объектов для извлечения вторичного сырья и источников загрязнения окружающей среды;