МЕТОДИКА ИЗУЧЕНИЯ СЛАБОСЦЕМЕНТИРОВАННЫХ ОБЪЕКТОВ МЕТОДОМ СКАНИРУЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ И ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННОГО АНАЛИЗА

Леонова Л.В.[1], Седаева К.М.[2], Новосёлов А.А.[3]

[1]*Институт геологии и геохимии УрО РАН, г. Екатеринбург, lvleonova@yandex.ru*
[2]*Московский государственный университет, г. Москва, sedaeva-mgu@mail.ru*
[3]*Тюменский государственный университет, г. Тюмень, mr.andreygeo@mail.ru*

Методы сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и энергодисперсионной спектрометрии (ЭДС) широко применяются в геологии. Мы акцентируем внимание, в частности, на проблемах изучения некоторых литологических объектов. Так, для исследования слабосцементированных или сыпучих осадочных пород, таких как песок, глины, лессовидные суглинки, изготовление препаратов (шлифов, шашек) проходит стадию горячей пропитки (проварки), при которой разогретые почти до 100 ºС связующие вещества и сами породы пропитываются 6-7 часов на грани кипения [Михайленко, 2012]. При этом минералы, содержащие воду, дегидратируются, возможны техногенно-индуцированные новообразования, а первичная информация частично теряется. Конечно, используются и другие физические методы исследований. Фазовый состав образцов определяется методом рентгенодифракционного анализа по дифрактограммам неориентированных образцов, глинистой фракции – по дифрактограммам ориентированных образцов, подвергнутых стандартным диагностическим обработкам. Однако есть ограничения, обусловленные порогом чувствительности метода: остаются вне изучения минералы, содержание которых менее 5%, и так называемые «рентгеноаморфные» частицы – из-за их малых размеров. Следует отметить, что по изучению глинистых пород методом СЭМ уже была проведена определённая работа [Чернов, Соколов, 2019]. Авторами исследовались только твёрдые породы и уплотнённые при отборе проб осадки. Кроме того, основное направление этой работы – изучение микроструктур глин.

В задачи наших исследований входило использование возможностей СЭМ и ЭДС при изучении природных слабосцементированных и сыпучих пород различного состава и генезиса. Работа выполнена с помощью СЭМ – JEOL JSM-6390LV и ЭДС – INCA Energy 450, напыление углеродное, на базе ЦКП «Геоаналитик», ИГГ УрО РАН, г. Екатеринбург.

Пробоподготовка при использовании этой методики требует определённого навыка, хотя довольно простая. На стекло (2 мм толщиной, такие стёкла используются при изготовлении шлифов и полированных шлифов) фиксируется углеродный скотч 1×1 см. Если образец сыпучий, то на липкую поверхность углеродного скотча струйно насыпается материал, или стекло со скотчем липкой поверхностью прижимается к породе. Если порода слабо сцементирована, то лезвием бритвы выравнивается одна из поверхностей и образец плотно прижимается к скотчу этой поверхностью. Так можно получить отлип с поверхности наслоения, или срезать образец перпендикулярно напластованию. В этом случае получится препарат с микростратиграфической последовательностью отложения частиц изучаемого образца.

Затем, положив будущий препарат на твёрдую ровную поверхность, нужно накрыть его вторым (обязательно чистым) стеклом и прижать его с усилием, достаточным для сцепления субстрата со скотчем, но без разрушения образца. Излишки порошка стряхнуть, а затем под напором обдуть сухим азотом. Этот этап обязателен, чтобы избежать засорения камеры микроскопа. В итоге на скотче должен остаться слой вещества примерно в 1–2 слоя зерен. Напыление подготовленного препарата углеродное (0.25 мкм), желательно двукратное, т. к. структура препарата пористая.

Съёмку мы производили при высоком вакууме (HV-mode) в режиме элементного состава (BSE, регистрация обратно рассеянных электронов) с режимом рельефа. При необходимости изучения рельефа частиц применяли только режим рельефа (SEI, регистрация вторичных электронов). При съёмке целесообразно использовать вторую диафрагму СЭМ – 2 нм (позволяет получить качественное изображение при ×10000 без потери возможности использования ЭДС анализа).

Исследуемые нами образцы – это глины и пески палеоген-неогенового возраста со следами извержения ископаемого грязевого вулкана (Крым, Керченский п-ов, Казантипский заповедник); континентальные лессовые породы четвертичного возраста (бассейн Волги, Дона, Приазовье, равнины Предкавказья, степной Крым, нижнее течение Дона, Волги, Урала); современные отложения солёных озёр (Второе Засечное, Курганская обл.).

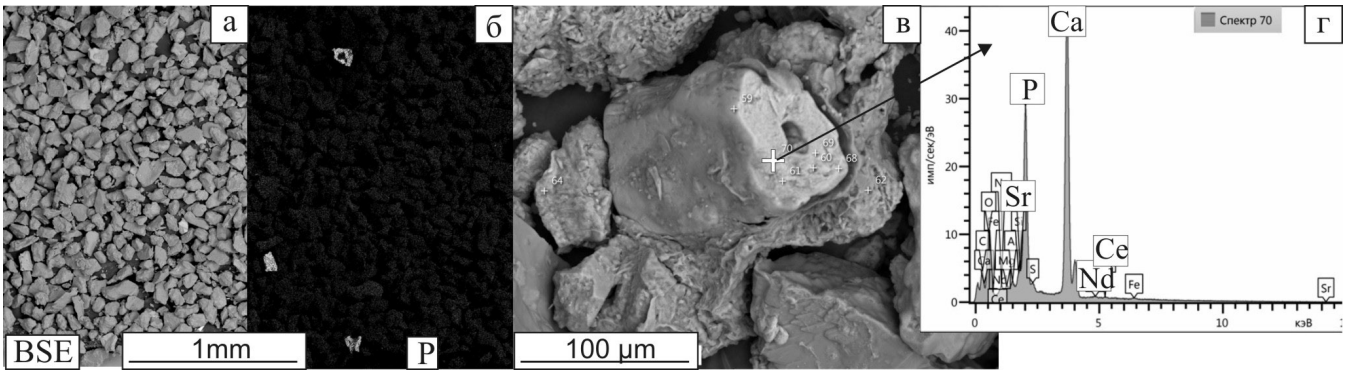

Рис. 1. Песчаная порода (Казантипский заповедник, бухта Шарабай, правый борт, слой 13, образец № Шир-13/18) и результаты ее СЭМ и ЭДС изучения: а – СЭМ фото пробы в режиме BSE; б – элементное картирование по фосфору (P), при котором были установлены костные остатки; в – СЭМ фото и точки детального опробования костного остатка; г – спектры ЭДС этой фоссилии с небольшими содержаниями Sr, Ce, Nd

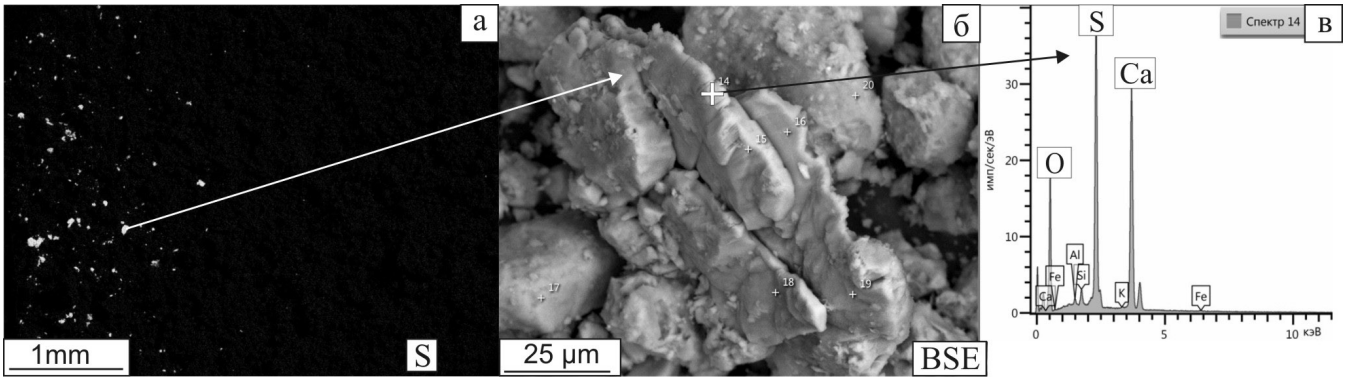

Рис. 2. Лессовидная порода и результаты ее СЭМ и ЭДС изучения (Нижнее Поволжье, с. Займище, образец № 5): а – элементное картирование по сере (S) выявило нижний, загипсованный микрослой (образец повёрнут на 90º); б – СЭМ фото кристаллов гипса; в – ЭДС спектры гипса

Итак, рассмотрим полученные результаты на примере изучения наших образцов. Песчаная порода палеоген-неогенового возраста (Казантипский заповедник, бухта Шарабай, правый борт, слой 13), образец № Шир-13/18. На фото в режиме BSE мы видим, что цвет песчинок практически одинаков (рис. 1а), обломочная компонента не окатанная, цемент практически отсутствует. Однако при элементном картировании на картах по фосфору и кальцию среди частиц кварца и глинистых минералов выявились обломки костей (рис. 1б) (рыб или земноводных). Дальнейшая детальная проверка этих частиц показала, что костные остатки (рис. 1в) в элементном составе содержат небольшие примеси Sr, Ce, Nd (рис. 1г), накопившиеся при жизни животного и указывающие на специфичные условия обитания.

Следующий пример – лессовидные породы. Проблематично само их изучение традиционными методами оптической микроскопии и рентгендифрактометрии: на первой стадии формирования этих пород шло отложение пылеватых частиц алевритовой размерности (0.05–0.005 мм), реже – пелитовой (<0.005 мм), крайне редко – песчаной (0.05-0.5 мм). Кроме того, по внешним признакам сложно установить, какое происхождение имеют эти породы: образовались ли они в водной среде, как лёссы, или эоловые, переносимые ветрами? Из образца № 5 (Нижнее Поволжье, с. Займище) удалось сделать препарат с сохранённой микростратиграфией. Наиболее информативным оказалось элементное картирование, где на карте серы (S) хорошо фиксируется нижний, загипсованный микрослой (рис. 2а) (образец повёрнут на 90º). Наличие гипса (рис. 2б, в) указывает на водную среду, в которой шло осаждение частиц, а также на эвапоритовый климат.

В качестве третьего примера мы приводим результаты изучения современных песчаниковых отложений (солёное озеро Второе Засечное). Это плотные тонкие (до 1.5 см. толщиной) хрупкие прерывистые прослои на поверхности дна в прибрежной мелководной зоне водоема. При изучении проб методом СЭМ и ЭДС установлено, что поверхность большей

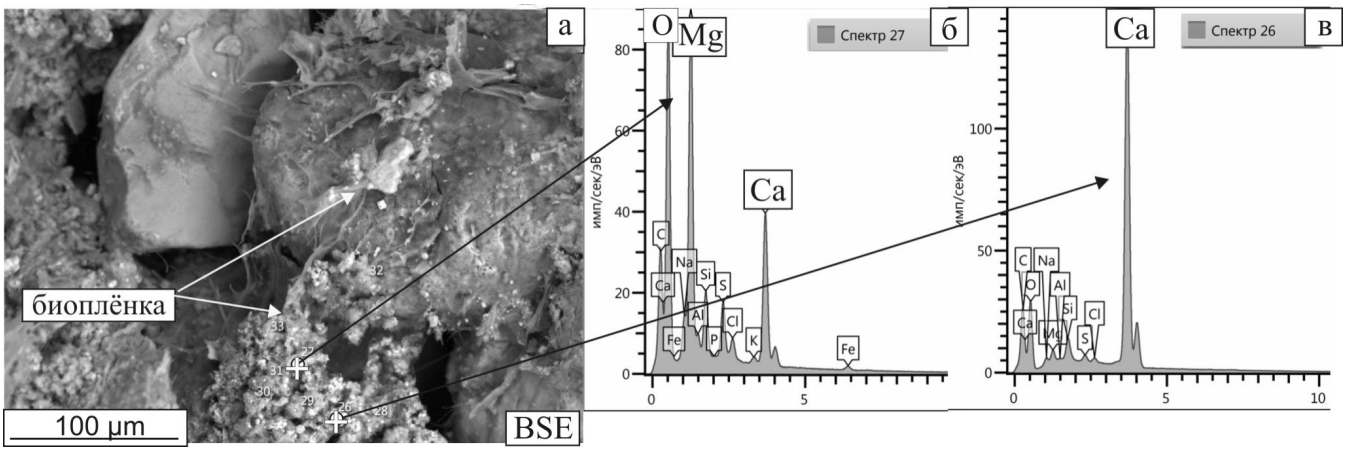

Рис. 3. Современные песчаниковые отложения и результаты их СЭМ и ЭДС изучения (Курганская обл., озеро Второе Засечное): а – СЭМ фото с биоплёнкой, обволакивающей песчинку; б – ЭДС спектр новообразованных в биоплёнке карбонатов магния; ЭДС спектр сформированных в биоплёнке карбонатов кальция

части минеральных зерен покрывает внеклеточное полимерное вещество и биоплёнки (рис. 3а), однако основную цементирующую функцию выполняют участки бактериальных пленок: на их поверхности и в матриксе уже образовались микрокристаллы карбонатов магния (рис. 3б) и кальция (рис. 3в). По морфологии и размерам эти новообразования характерны для биохемогенных (бактериальных) карбонатов [Кузьмина и др., 2018].

Подводя итог изложенному выше, можно отметить, что при изучении подобных пород необходим комплексный подход, где каждый метод привнесёт свою информацию и, подобно паззлам в игре, в итоге сложится целостная картина. Однако использование только методов СЭМ и ЭДС уже позволяет получить разностороннюю и важную информацию об исследуемых объектах. Тем более что подобные природные образования изучены в недостаточной мере, либо односторонне.

Работа выполнена в рамках проекта РФФИ (грант аспиранта Новосёлова А.А.) № 19-35-90004 «Геохимические особенности вод и состава донных отложений лесостепных озер юго-запада Западной Сибири как ключ к пониманию современных особенностей функционирования и развития водоемов семиаридной зоны».

ЛИТЕРАТУРА

1. Кузьмина Л.Ю., Леонова Л.В., Рябова А.С., Червяцова О.Я., Галимзянова Н.Ф. Микробные сообщества мондмильха пещеры Шульган-Таш (Южный Урал) и их участие в отложении карбоната кальция // Минералогия техногенеза – 18. Сборник статей. Институт минералогии УрО РАН. Миасс. 2018. С. 155–167.
2. Михайленко Ю.В. Изготовление прозрачных и полированных шлифов. Методические указания. Ухта: УГТУ, 2012. 43 с.
3. Чернов М.С., Соколов В.Н. Микроморфологические исследования глин с помощью растрового электронного микроскопа // Материалы IV Росс. Совещ. по глинам и глинистым минералам «Глины-2019». ИГЕМ РАН Москва. 2019. С 46–49.