

ВОЗМОЖНОСТИ МИКРОЗОНДОВОГО АНАЛИТИЧЕСКОГО КОМПЛЕКСА «ТЕСКАН-ВЕГА II» В ГО «БОРОК» ДЛЯ РЕШЕНИЯ ГЕОФИЗИЧЕСКИХ ЗАДАЧ

В.А. Цельмович

ГО «Борок» ИФЗ РАН, (borok1@mail.ru)

В геофизической обсерватории «Борок» филиале ИФЗ РАН (ГО) с 1976 года эксплуатируется электронно-зондовый микроанализатор «Камебакс» (микронзонд, ЭЗМА). На нем постоянно проводятся исследования химического состава минералов различных горных пород для лабораторий ИФЗ: физико-химических исследований тектоносферы, проблем геодинамики и геотектоники, главного геомагнитного поля и петромагнетизма, тектоники и геодинамики, физико-химических и магнитных методов анализа вещества горных пород, древнего геомагнитного поля. Выполняются совместные работы с другими лабораториями и институтами. Проводятся исследования химического состава минералов и горных пород для 6 лабораторий ИФЗ РАН. Сложилась кооперация с рядом институтов РАН: ГИН РАН, ИЭМ РАН, Институтом нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А. Трофимука СО РАН, Институтом геологии Карельского научного центра РАН и др. Микронзонд в обсерватории «Борок» - единственный в РФ микронзонд, на котором направленно изучаются образцы для палеомагнитных исследований. Решается фундаментальная задача палеомагнетизма по отбору образцов с первичной намагниченностью. Результаты исследований, сделанных на этом приборе, опубликованы в сотнях статей, на приборе выполнялись работы по многим проектам РФФИ, ИНТАС и др., получены важные результаты по эволюции Земли.

Причинами очень высокой популярности микронзондов в геологии, особенно в минералогии и петрографии являются [1]:

- 1) пробоподготовка непосредственно из камня с применением традиционных технологий изготовления полированных шлифов;
- 2) ЭЗМА действительно неразрушающий аналитический метод;
- 3) определение основных элементов с погрешностью (относительной) порядка 1% достигается без особых усилий;
- 4) все элементы с атомными номерами выше 10 могут определяться примерно с одинаковой погрешностью и чувствительностью;
- 5) пределы обнаружения для большинства элементов достаточно низкие, чтобы во многих случаях определять элементы-примеси;
- 6) время одного анализа достаточно короткое (от 1 до 5 мин);
- 7) поперечная разрешающая способность (локальность) порядка 1 мкм достаточна для решения большинства геологических задач;
- 8) индивидуальные зерна минералов можно анализировать *in situ*, с учетом особенностей их макроструктурного строения.

В 2006 году в ГО был запущен принципиально новый микронзонд «Тескан Вега II» с энергодисперсионным и волновым спектрометрами. Этот микронзонд позволил поднять скорость анализа по сравнению с микронзондом предыдущего поколения в сотни раз, что позволило ставить новые задачи по изучению состава минералов и горных пород и решать их на качественно ином уровне. В результа-

те, с использованием полученных на этом приборе результатам, за 3 года было опубликовано более 50 научных работ (некоторые из них приведены в [2 – 10]). Была отработана оригинальная методика, позволяющая детально изучать состав и морфологию отдельных ферромагнитных зерен, извлеченных из осадочных пород. Размер изучаемых зерен – от десятков нм до сотен мкм. При помощи микронзонда «Тескан» изучены магнитные частицы лессов и почв Сибири, озер Плещеево и Б.Ложка, с границ мел-палеоген (ГАМС), пермь-триасс (Мейшань), из Мезмайской пещеры, образцы пеплов (извержение вулкана на Камчатке в 2009 г.) и др. Подробно изучалась космическая пыль [3; 6]. На рис. 1 а) и б) приведены типичные электронно-микроскопические фотографии магнетитовых космических шариков: а) – из современного осадка Рыбинского водохранилища, состоящий из чистого магнетита, б) космический шарик из осадка мелового периода, содержащий 17% Се. Практически каждая из найденных в осадках магнитная частица несет в своем составе уникальную информацию о тех условиях, в которых она побывала за многие миллионы лет своей жизни. Микронзондовые исследования позволяют сказать, что именно происходило с магнитными частицами. Хотя не все процессы, происходившие с зернами ферромагнетиков, сегодня удаётся правильно идентифицировать, идёт набор первичной информации. Так, на рис. 2 показана частица ильменита, тонкая структура в которой могла возникнуть в процессе низкотемпературного гетерофазного окисления, на рис. 3 – сетчатая структура в зерне хромита, происхождение которой предстоит установить. На рис. 4 показаны структуры высокотемпературного гетерофазного окисления частиц титаномагнетитов из осадков юрского периода с последующими структурами травления сильными природными кислотами.

В октябре 2009 года на «Тескане Вега II» была смонтирована приставка для катодолюминесценции (КЛ) фирмы Gatan. Это значительно расширило аналитические возможности микронзондового аналитического комплекса и позволяет получать новую информацию при анализе алмазов, кварца, корунда, рутила, касситерита, бенитонита, виллемита, галита, флюорита, шпинели, кальцита, доломита, каолинита, апатита, барита, стронционита, сфалерита, циркона, полевого шпата, жадеита, диопсида, волластонита, форстерита, энстатита и других минералов [1]. Интерпретация элементного анализа при КЛ эмиссии достаточно сложна, но применительно к геологии с помощью катодолюминесцентных изображений можно получать информацию, которая недоступна другим методам.

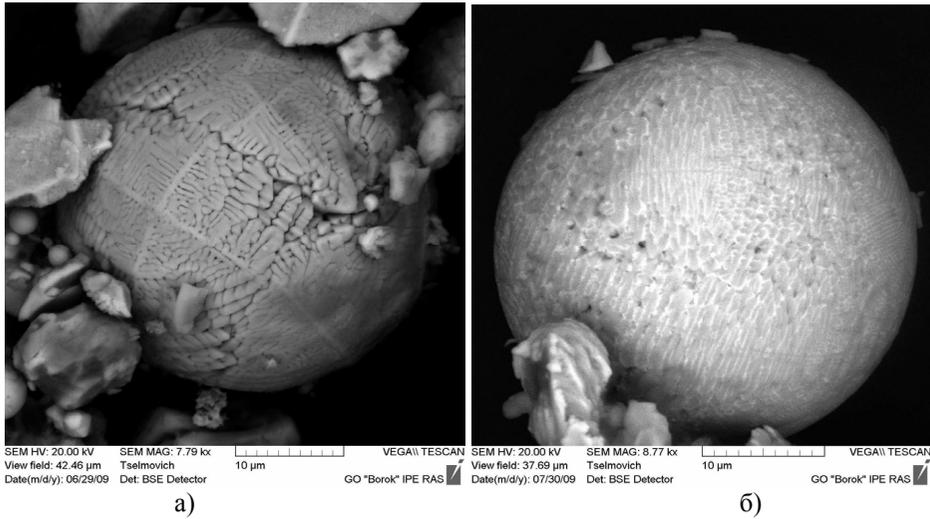


Рис. 1. а) – космический магнетитовый шарик в современных осадках Рыбинского водохранилища; б) космический магнетитовый шарик мелового периода, содержащий 17% Се.

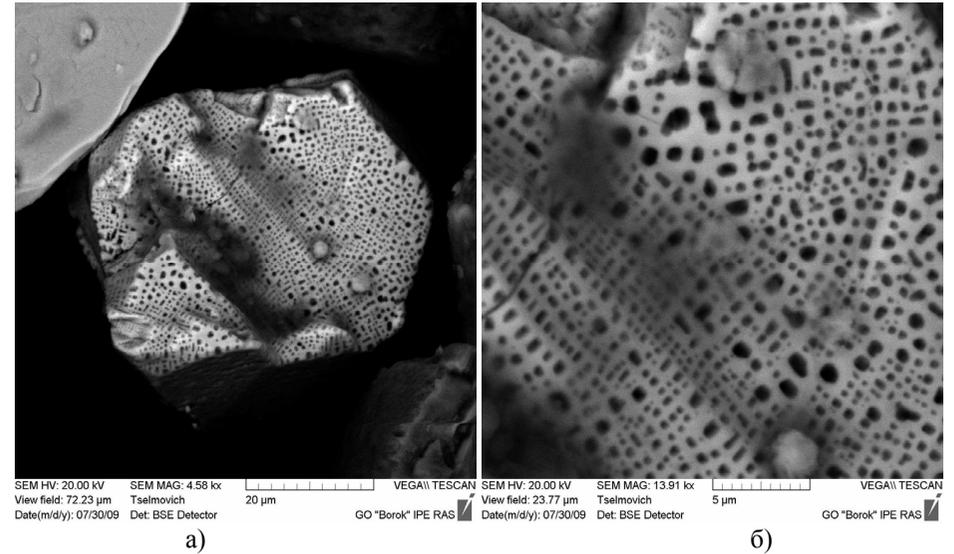


Рис. 3. Частица хромита в меловом осадке: а) – общий вид, б) структура тонкого распада.

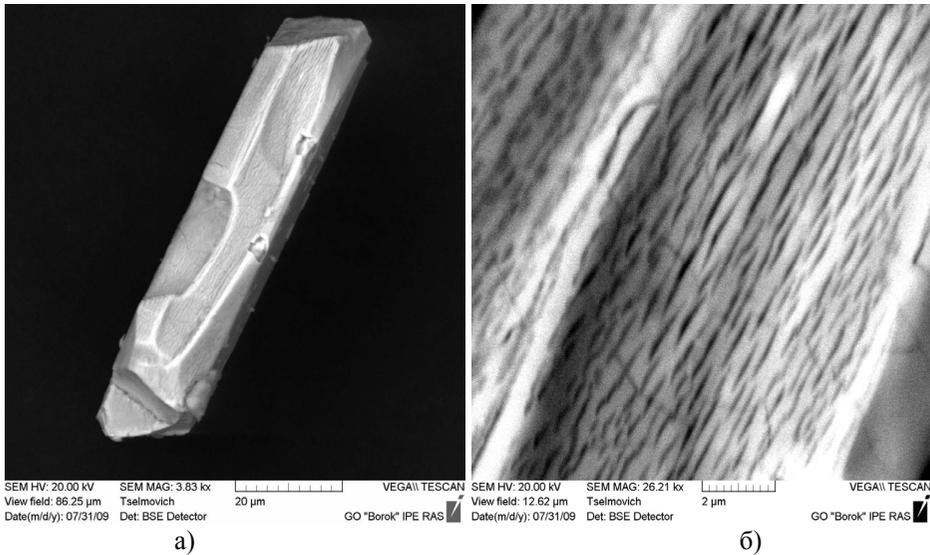


Рис. 2. Частица ильменита в меловом осадке: а) – общий вид, б) структура тонкого распада.

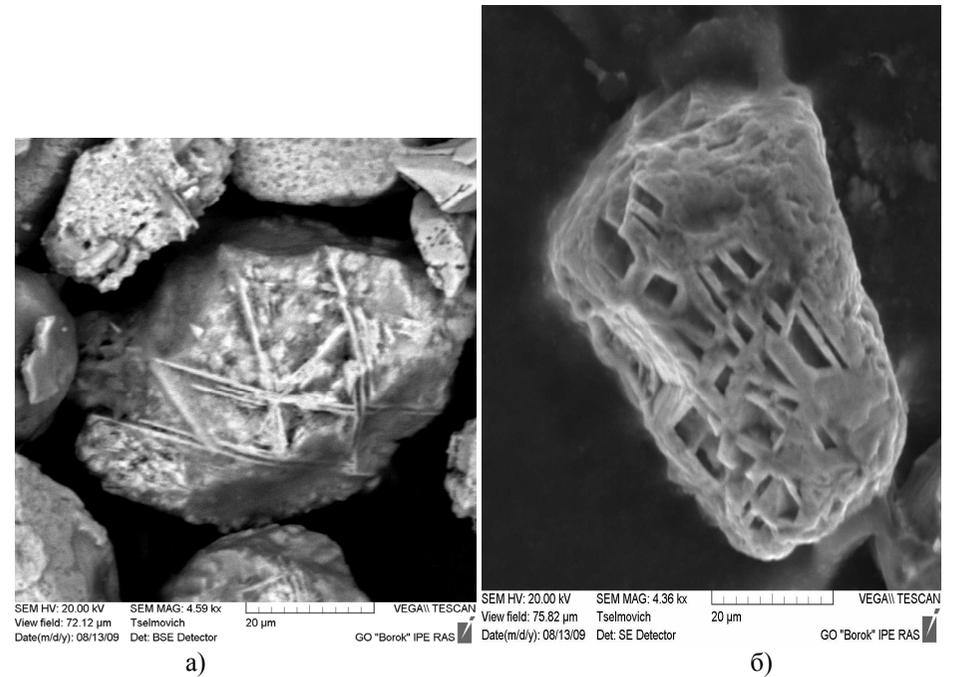


Рис. 4. а), б) частицы титаномагнетитов в юрском осадке со структурами высокотемпературного гетерофазного окисления и последующего травления природными кислотами.

Надо отметить, что находки импактных алмазов (а также муассanita и ко-рунда) в ГО были сделаны благодаря катодоллюминесценции алмаза ещё до появления специализированной приставки благодаря наблюдению свечения этих минералов под электронным зондом [8].

Катодоллюминесценция имеет место в различных минералах и возникает в связи с наличием дефектов кристаллической структуры или следов элементов.

Интенсивность некоторых форм КЛ излучения сильно связана с плотностью дефектов, которая зависит от таких факторов, как температура формирования, скорость охлаждения, деформация и радиоактивное облучение. КЛ – изображения могут играть полезную роль в петрографии наряду с изображениями в отраженных электронах (BSE) и оптической микроскопией. Кварц дает сравнительно невысокую интенсивность КЛ-излучения, но, когда ни BSE, ни рентгеновские изображения не дают никакой дополнительной полезной информации, BSE-КЛ изображения могут сыграть особую роль. Изменения КЛ-эмиссии могут быть связаны с дефектами структуры и одновременно с наличием в кварце следов таких элементов, как Al и Ti. В песчанике различия между привнесенным и аутигенным кварцем видны сразу, первый светится ярче, так как он кристаллизовался при более высоких температурах, благодаря чему имеет более высокую плотность дефектов. Кроме того, активнее проявляются детали цементации, рекристаллизации, залечивания изломов и др. В вулканических породах видны зоны роста, невидимые другими методами, а заполненные микротрещины ярче проявляются в КЛ изображениях благодаря более высокой плотности дефектов. Также можно наблюдать деформационные ламели в кварце, возникшие в результате метеоритного удара. Они проявляются как темные линии, так как очень высокая плотность дефектов подавляет КЛ-излучение. В катодоллюминесцентных изображениях появляются эффекты, связанные с ростом кристаллов и их изменениями в процессе существования, подобные тем, что проявляются в кварце. Разница между плагиоклазом и ортоклазом обеспечивает идентификацию их в тонкозернистых прорастаниях. Люминесцирует кальцит (с оранжевой КЛ эмиссией, возбуждаемой Mn) и доломит (с красноватой подсветкой), что полезно при их идентификации. Заметные полосы можно видеть в кальцитовых прорастаниях, связанных с изменением содержания Mn и Fe, гасящих КЛ эмиссию. Катодоллюминесценция циркона хорошо показывает процесс его роста. Катодоллюминесцентные изображения используют при изучении цирконов в осадочных породах для выбора в них зон для U-Pb датировки.

В качестве перспективного метода микронзондового анализе следует отметить метод дифракции обратно рассеянных электронов (ДОЭ или EBSD). EBSD – аббревиатура метода исследования кристаллических объектов посредством электронной микроскопии с использованием дифракции обратно рассеянных электронов. EBSD – техника, позволяющая проводить количественное исследование кристаллографической ориентации, фазового состава, текстуры и межзеренных границ на наноуровне (размер изучаемой области – от 10 нм). Метод этот поистине революционный и позволяет решать многие минералогические, геологические и геофизические задачи, в которых изучается структура минералов как индикатор условий их образования и последующих изменений. Становятся возможными исследования фазового состава метаморфических пород (с диагности-

кой кварца и коэсита), исследования деформаций метаморфических пород с выделением зерен с разной ориентацией кристаллов.

Подобного оборудования в ГО «Борок» пока нет, и в институтах ОНЗ РАН. Однако его возможности поистине революционны для анализа геологических объектов, постановки новых задач по изучению вещества на наноуровне. На приборе, оборудованном приставками для ДОЭ и для энергодисперсионного анализа, возможно изучение как структуры, так и состава минеральных фаз. При этом достижима высокая локальность определения структуры, что существенно превышает локальность ЭЗМА. Показательно, что микронзонды практически всех производителей, представленных на выставках аналитического оборудования, снабжаются теперь приставками для ДОЭ. Первые исследования, проведенные мною на выставках, показали возможность эффективного изучения структуры магнитных минералов. Ставится вопрос о создании ЦКП для работ по ДОЭ.

1. Рид С.Дж.Б. Электронно-зондовый микроанализ и растровая электронная микроскопия в геологии. Москва: Техносфера, 2008 – 232 с.
2. Геншафт Ю.С., Ганеев А.К., Цельмович В.А. Особенности вхождения примесных атомов Al, Mg, Mn в структуру титаномагнетита // Физика Земли. 2008. № 1. С. 81-86.
3. Грачев А. Ф., Корчагин О. А., Цельмович В. А., Коллманн Х. А. Космическая пыль и микрометеориты в переходном слое глин на границе мела и палеогена в разрезе Гамс (Восточные Альпы): морфология и химический состав // Физика Земли. 2008. № 7. С. 42-57.
4. Грачев А.Ф., Печерский Д.М., Борисовский С.Е., Цельмович В.А. Магнитные минералы в осадках на границе мела и палеогена (разрез Гамс, Восточные Альпы) // Физика Земли. 2008. № 10. С. 1-16.
5. Геншафт Ю.С., Ганеев А.К., Грибов С.К., Цельмович В.А. Горные породы и минералы как объекты геофизических исследований // «Физика Земли», № 10, 2008, с.35-39.
6. Грачев А.Ф., Цельмович В.А., Корчагин О.А. Космическая пыль и микрометеориты в древних земных слоях. Земля и Вселенная, 2008. № 5, стр.59-67.
7. Shcherbakova V.V., Lubnina N.V., Shcherbakov V.P., Mertanen S., Zhidkov G.V., Vasilieva T.I., Tsel'movich V.A. Palaeointensity and palaeodirectional studies of early Rhiphaean dyke complexes in the Lake Ladoga region (Northwestern Russia) // Geophys.J.Int. (2008) 175, 433–448 doi:10.1111/j.1365-246X.2008.03859.
8. Grachev A.F. (Ed.) (2009) The K/T boundary of Gams (Eastern Alps, Austria) and the nature of terminal Cretaceous mass extinction // Abhandlungen der geologischen Bundesanstalt. Bd.63. 199 p. DOI: 10.2205/2009-GAMSbook. 200 p.
9. Grachev Andrei F., Korchagin Oleg A., Tsel'movich Vladimir A. & Kollmann Heinz. Morphology and composition of the cosmic dust and micrometeorites in the Transitional Clay Layer at the Cretaceous–Paleogene Boundary in the Gams Section (Eastern Alps). A.Berichte Geol. B.-A., 78 (ISSN 1017-8880) – RECCCE Workshop, Gams (25.04. – 28.04.2009). P.15.
10. Pechersky Damar M., Grachev Andrei F., Nourgaliev Danis K., Tsel'movich Vladimir A. Petromagnetic analysis of the K/Pg boundary layer of Gams (Eastern Alps) and other K/Pg sections. Berichte Geol. B.-A., 78 (ISSN 1017-8880) – RECCCE Workshop, Gams (25.04. – 28.04.2009). P. 34.