

Воронежский государственный университет
Кафедра полезных ископаемых и недропользования

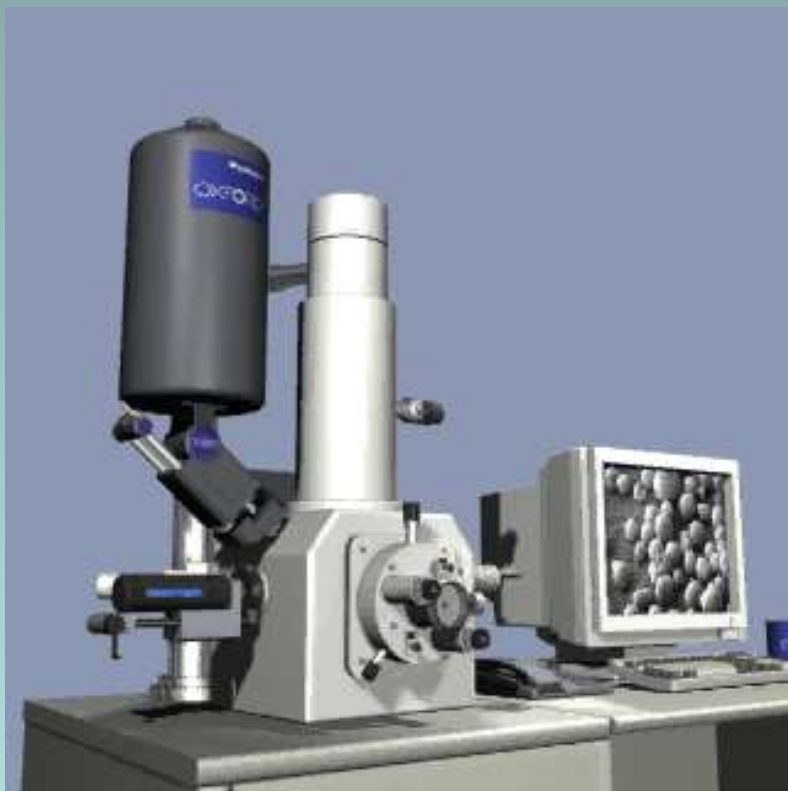
Пилюгин С.М.

Минералы под прицелом микроскопа

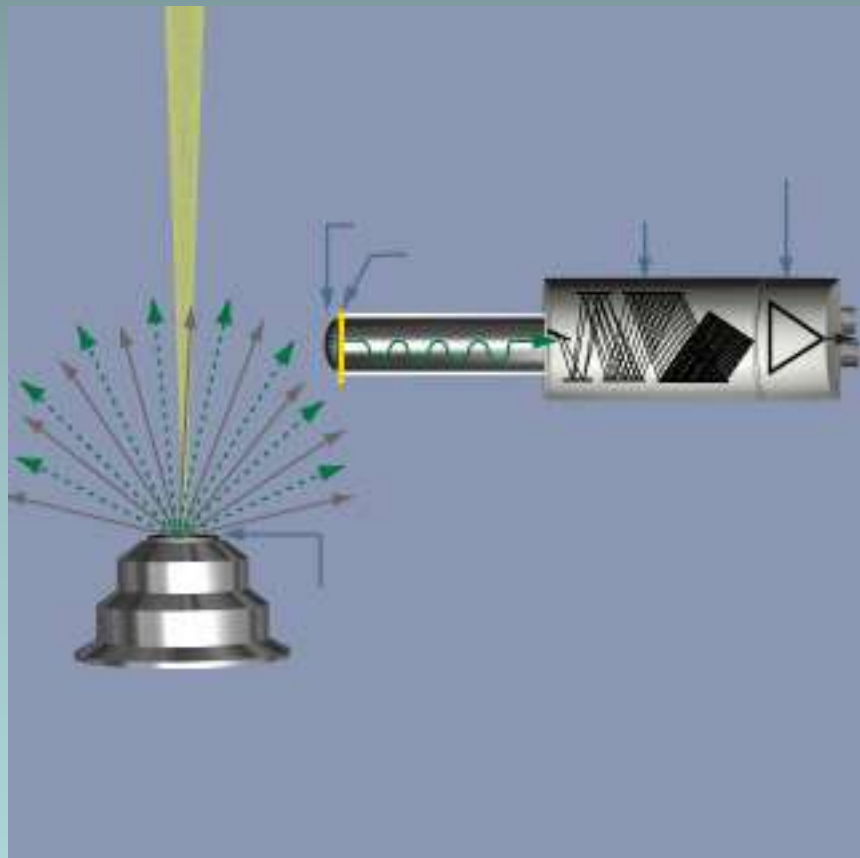
Воронеж 2013

Растровый электронный микроскоп - РЭМ (Scanning electron microscopy – SEM)

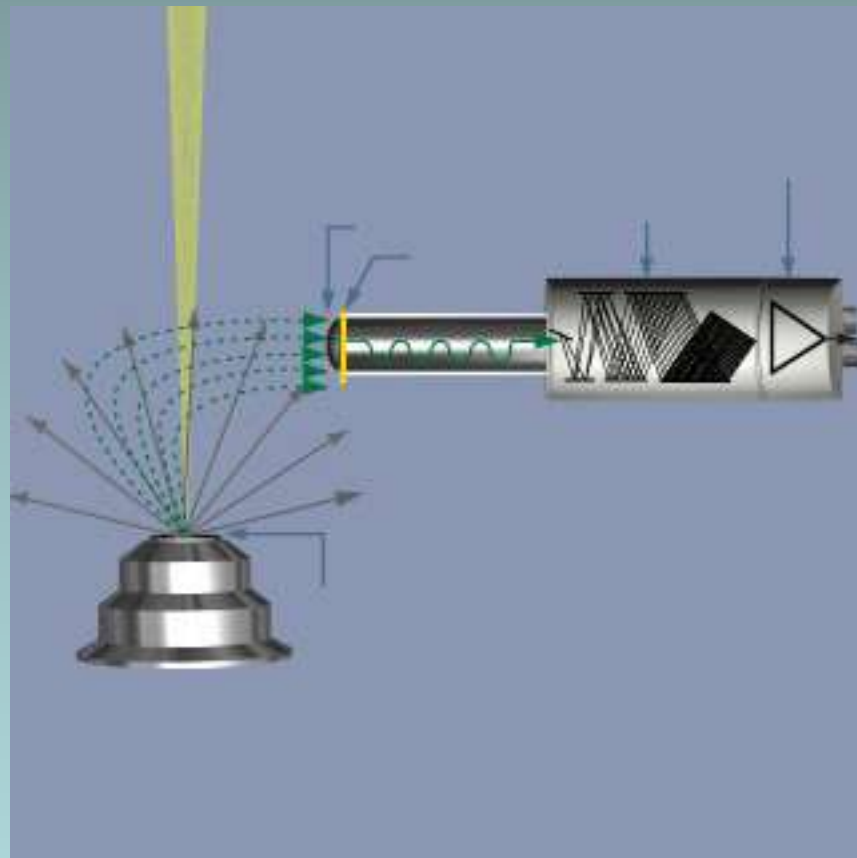
Изображение в РЭМ формируется при сканировании пучка, подобно растрю электронно-лучевой трубки телевизора с последующей передачей сигнала от детектора электронов на экран.



Выбор того или иного типа изображений, определяется задачей - топография образца исследуется с использованием вторичных электронов (SE), а состав с использованием отраженных (обратно-рассеянных) электронов (BSE)



BSE



SE

Причины популярности РЭМ в геологии

- Пробоподготовка непосредственно из камня с применением традиционных технологий изготовления полированных шлифов с небольшими модификациями
- РЭМ, в отличие от всех других методов, действительно неразрушающий аналитический метод
- определение основных элементов с погрешностью (относительной) порядка 1 %
- все элементы с атомными номерами выше 10 могут определяться примерно с одинаковой погрешностью и чувствительностью, а пределы обнаружения элементов с атомными номерами с 4 по 9 зависят от ряда особенностей (H, He, Li, Be не определяются)
- пределы обнаружения для большинства элементов достаточно низкие, чтобы во многих случаях определять элементы-примеси на уровне следов
- время одного анализа достаточно короткое (от 1 до 5 мин);
- поперечная разрешающая способность (поперечная локальность) порядка 1 мкм достаточна для решения большинства геологических задач
- индивидуальные зерна минералов можно анализировать *in situ*, с учетом особенностей их макроструктурного строения
- смену образца можно производить достаточно быстро

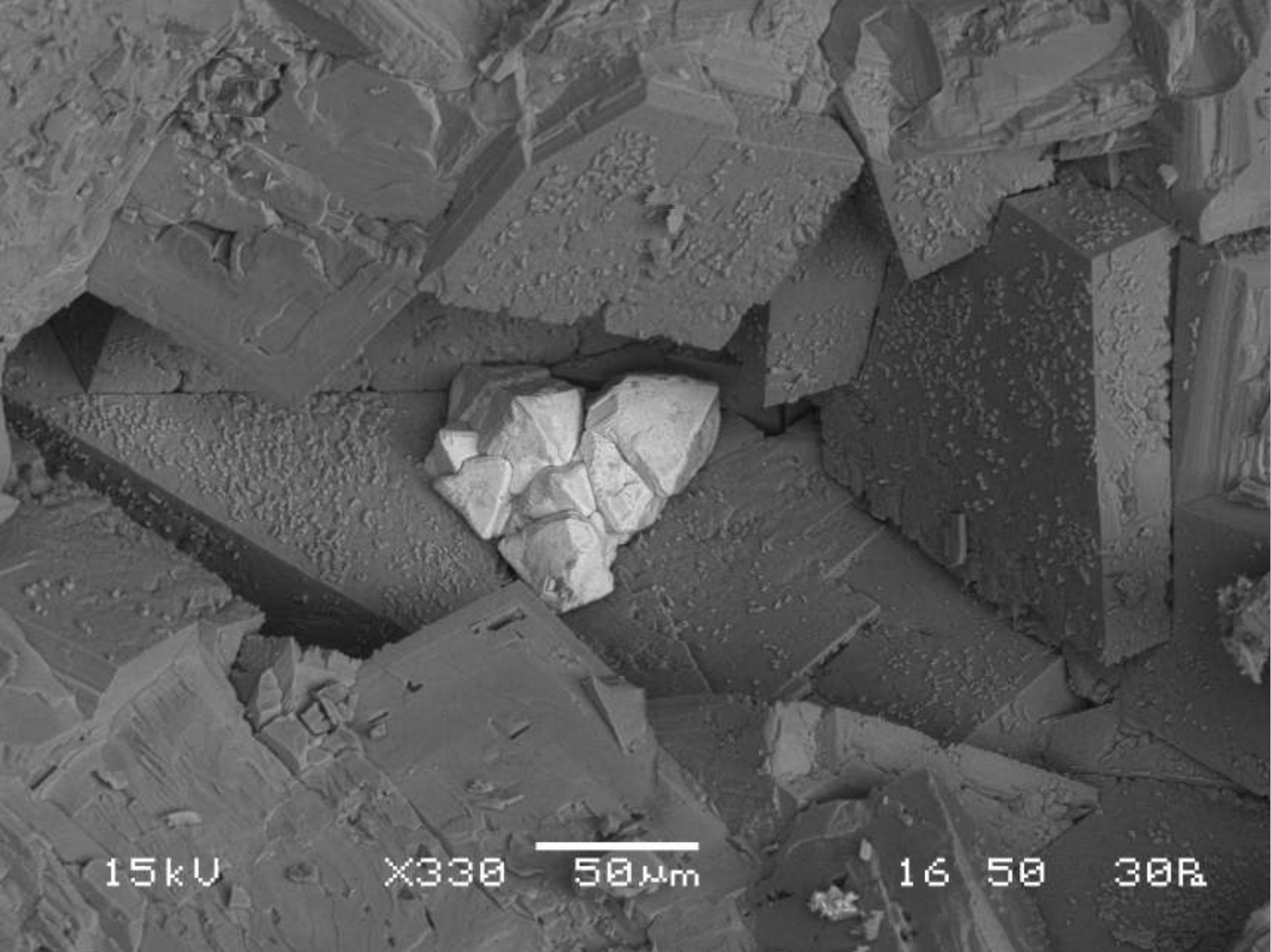
Преимущества РЭМ для различных разделов геологической науки

- *Палеонтология.* РЭМ идеально подходит для изучения морфологии тканей и классификации тканей на микроуровне
- *Седиментология.* Можно исследовать в трехмерном пространстве морфологию отдельных зерен осадочных образований и их прорастаний
- *Минералогия.* РЭМ очень эффективен при изучении морфологии кристаллов на микроуровнях $\sim (10^{-8} - 10^{-2} \text{ м})$. Как дополнение к оптической микроскопии и рентгеновской дифракции, РЭМ обеспечивает информацией о составе, которая способствует идентификации минерала
- *Описательная петрология.* РЭМ широко используется, как инструмент для петрологического описания и классификации пород и по важности сравним с поляризационным микроскопом
- *Экспериментальная петрология.* Для экспериментальных исследований фазовых отношений и элементного равновесия сосуществующих фаз, поперечная локальность (пространственное разрешение) особенно важна, поскольку размер исследуемых частиц очень невелик

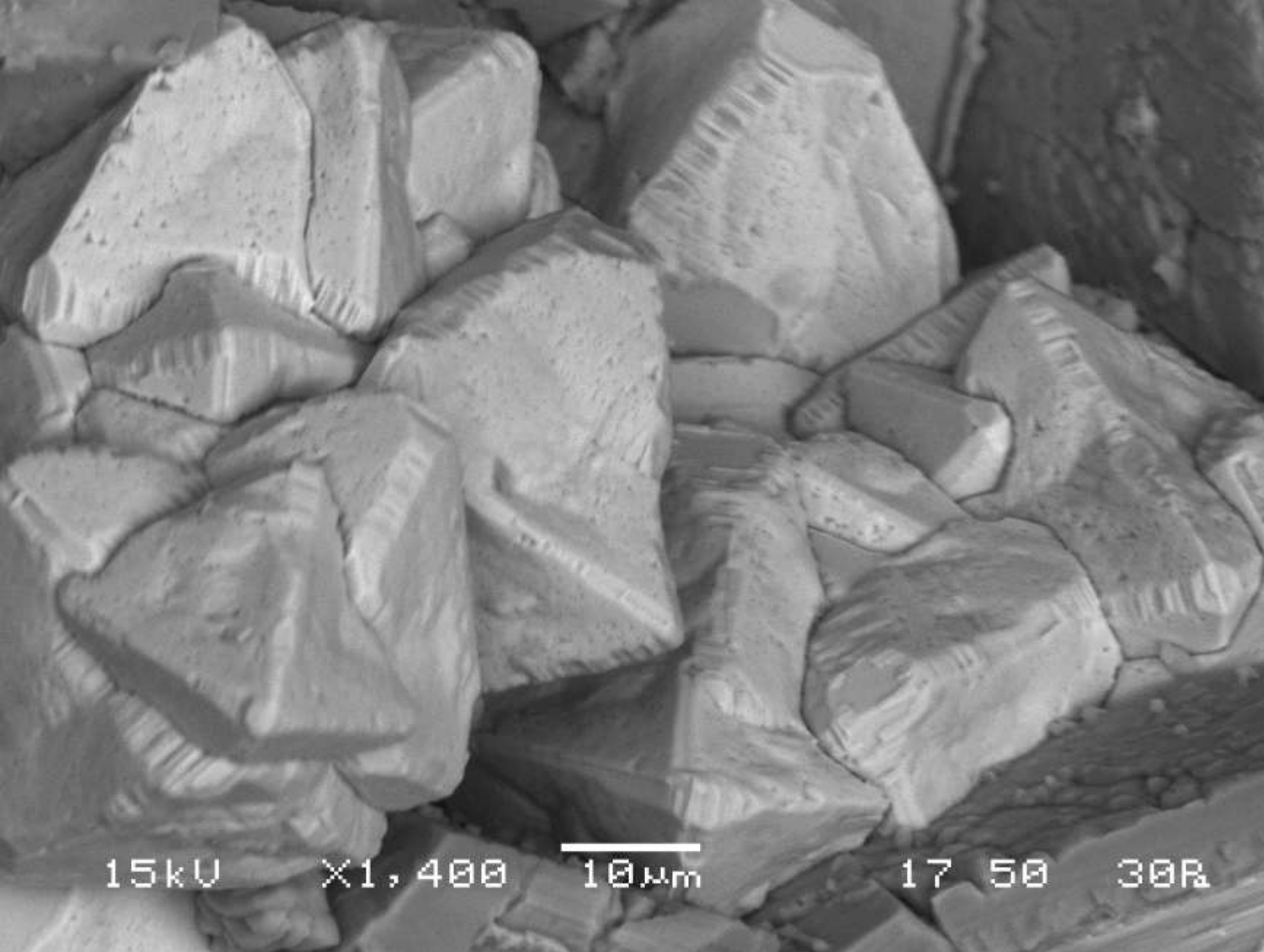
- *Геотермобарометрия.* РЭМ идеально подходит для определения состава сосуществующих фаз в породах, для оценки температуры и давления, при которых они сформировались
- *Зональность.* Высокая поперечная локальность метода позволяет детально изучать зональности в минеральных зернах
- *Изучение диффузии.* С помощью электронного зонда можно исследовать экспериментальные диффузионные профили в петрографических системах, его высокая поперечная локальность в этом случае является решающим фактором в этой области приложения
- *Модальный анализ.* Объемные соотношения фракций минералов в породах и другие данные можно получить с помощью автоматического модального анализа, используя рентгеновский сигнал для идентификации минерала
- *Локализация редкоземельных, благородно-металльных фаз.* Зерна редкоземельных фаз могут быть обнаружены и локализованы с помощью автоматической поисковой процедуры, с использованием рентгеновского сигнала для одного или более диагностируемых элементов

Атлас микрофотографий
(избранные фотографии полученные
в период 2006-2011 г.г.)

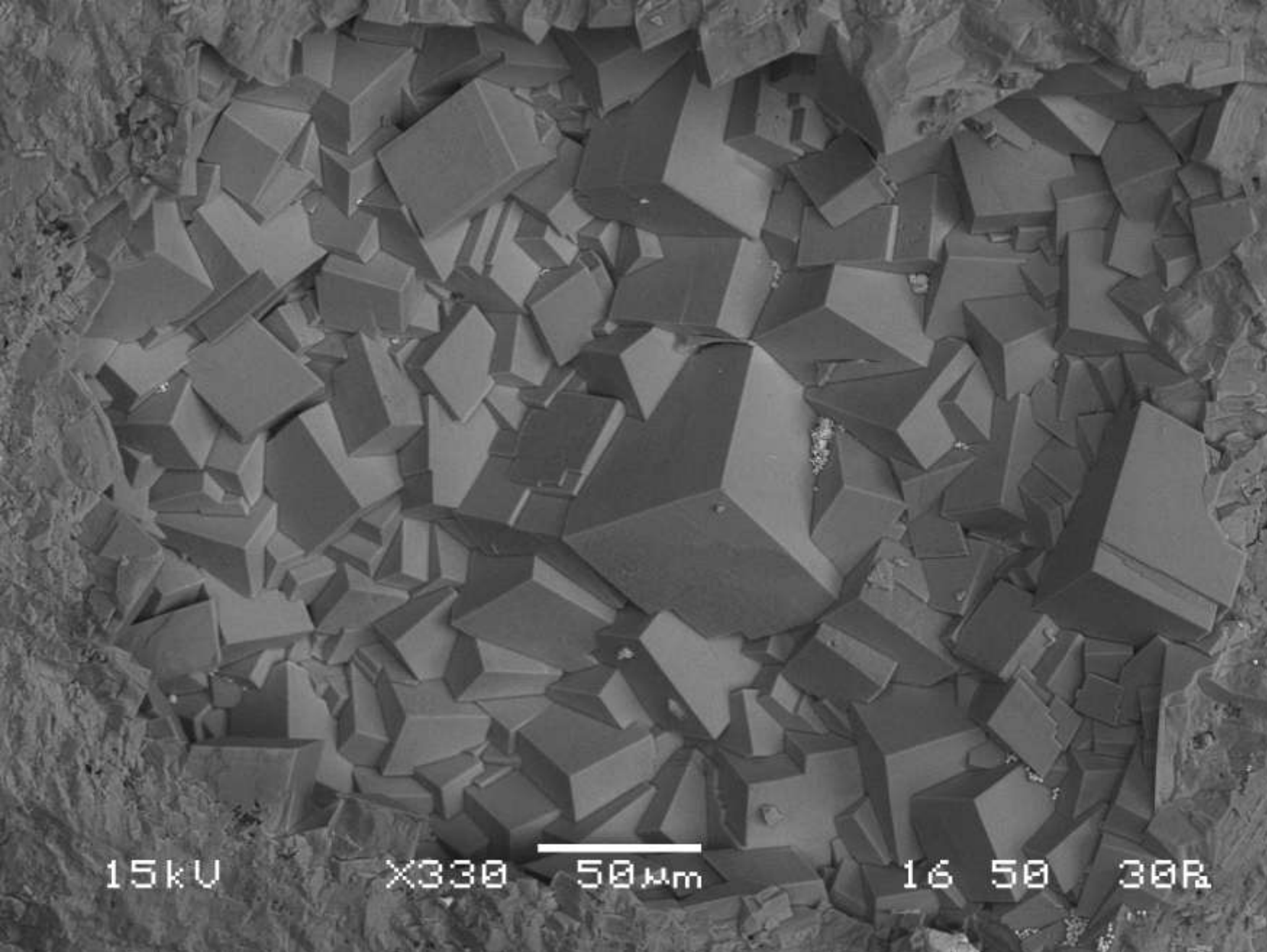
Седиментология, Палеонтология



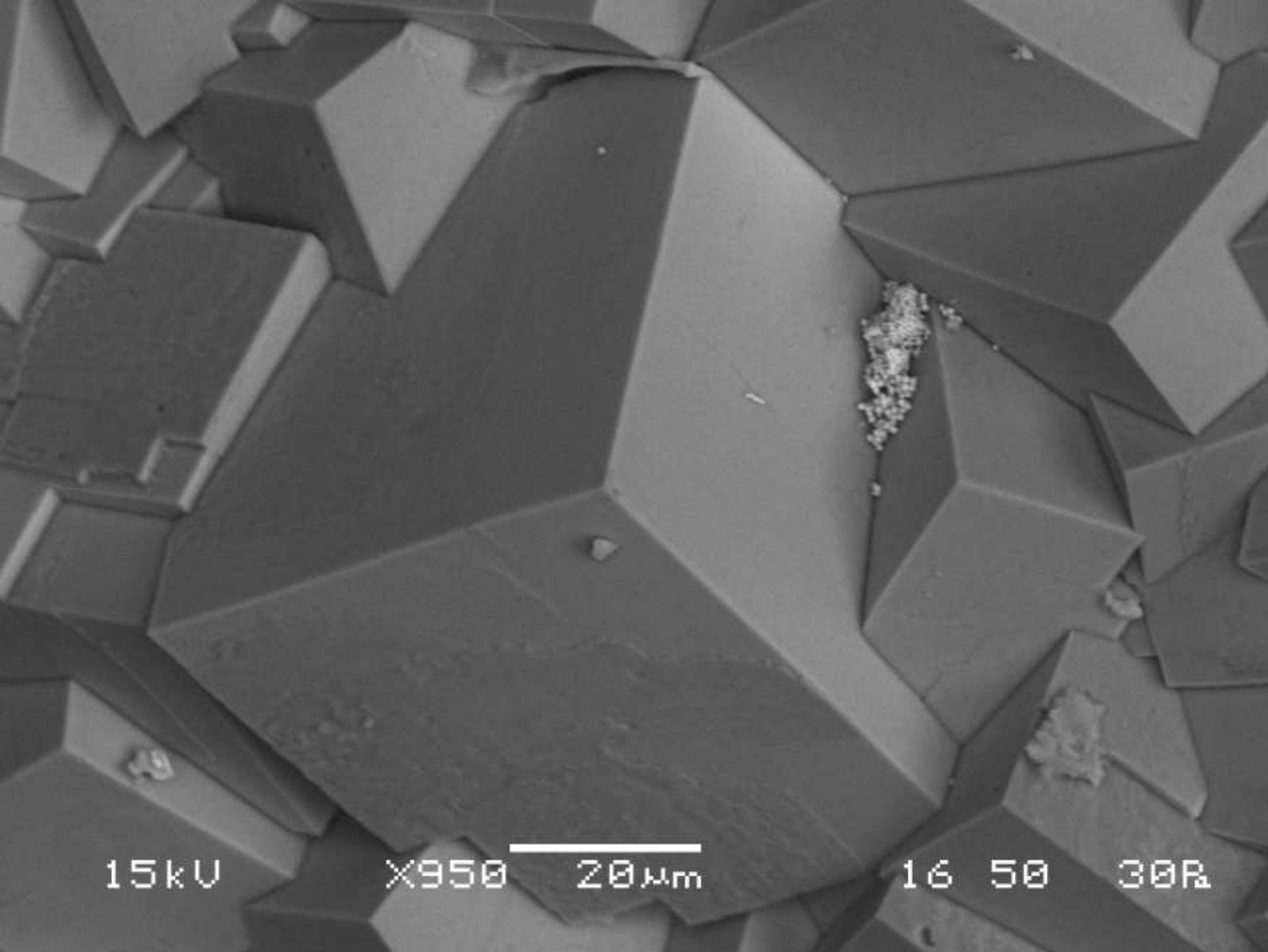
Шкурлатовское барит-полиметаллическое орудинение (кальцит-арагонит-сфалерит-барит)



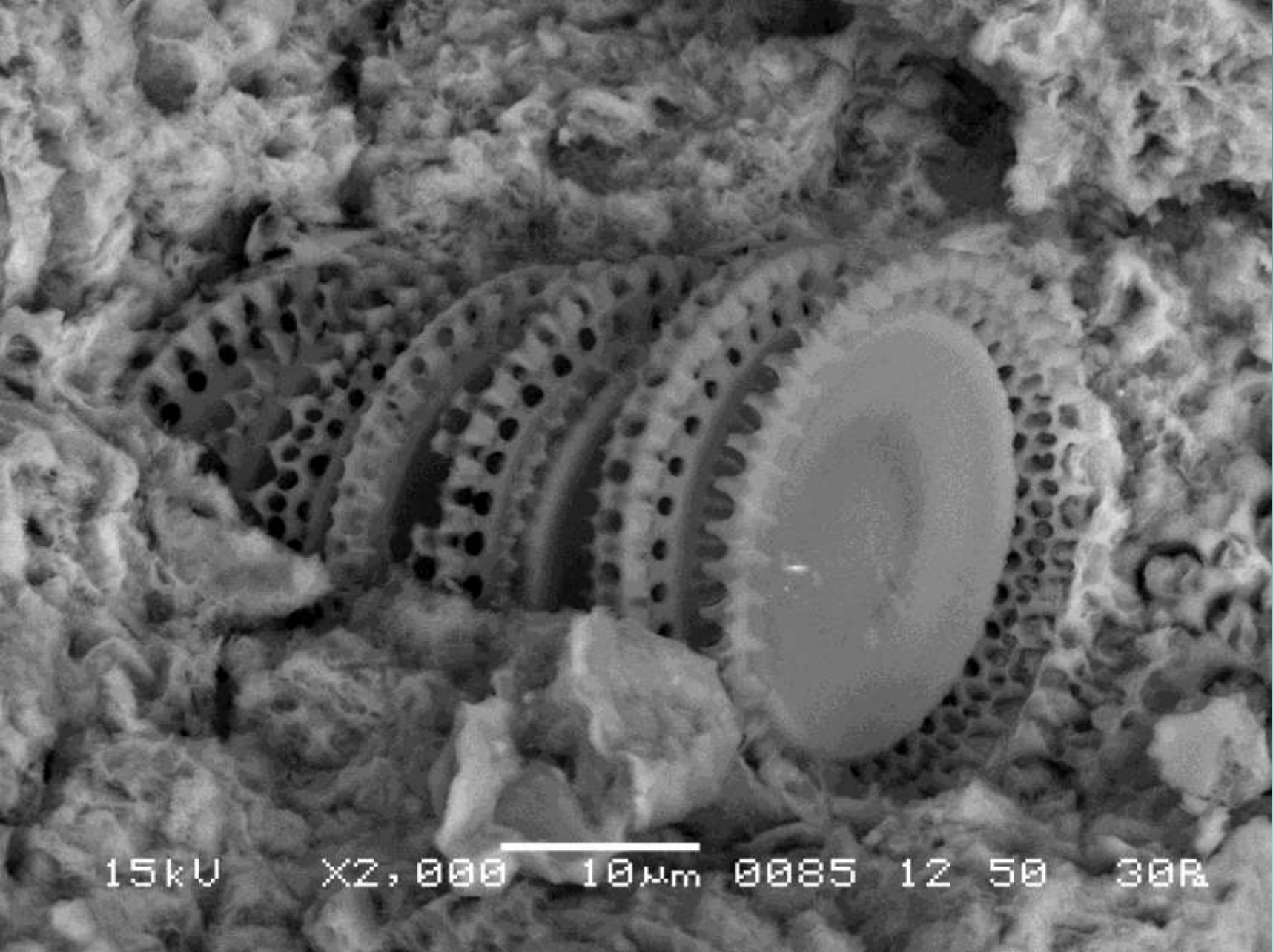
Кристаллы сфалерита в барите



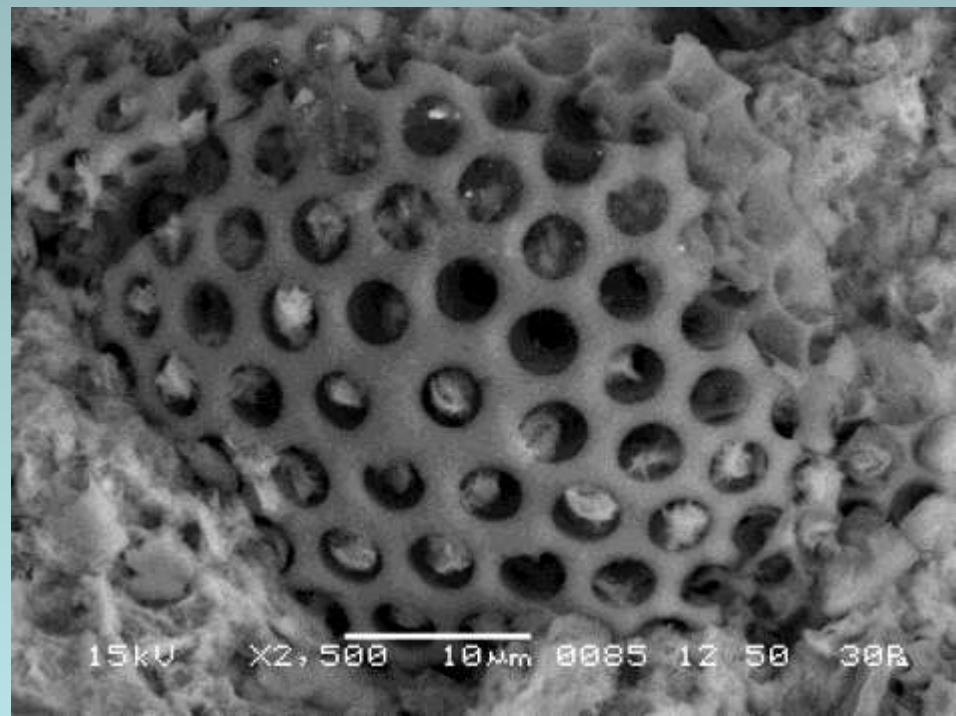
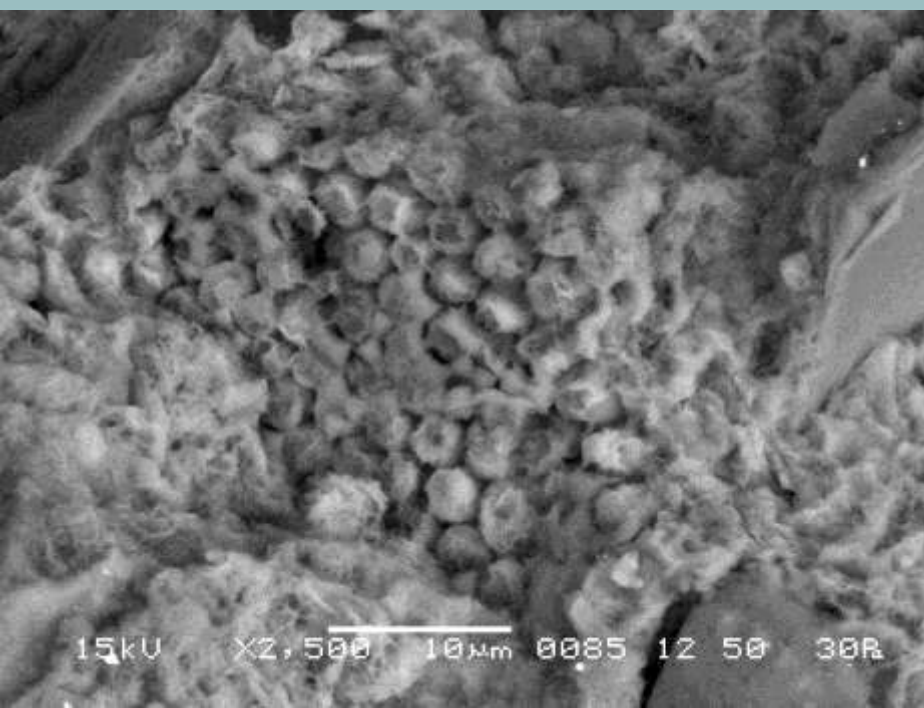
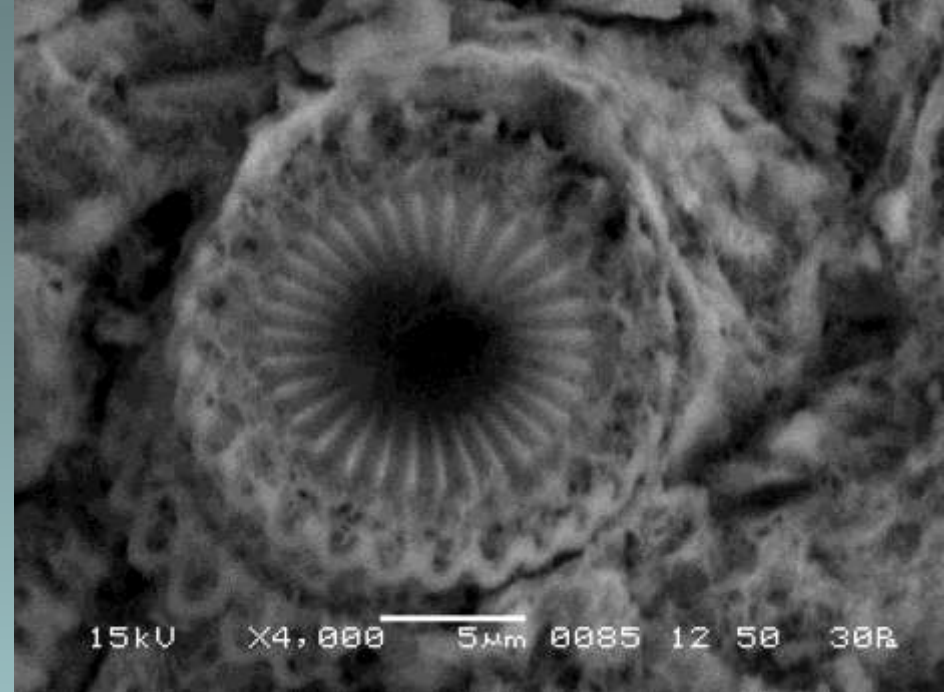
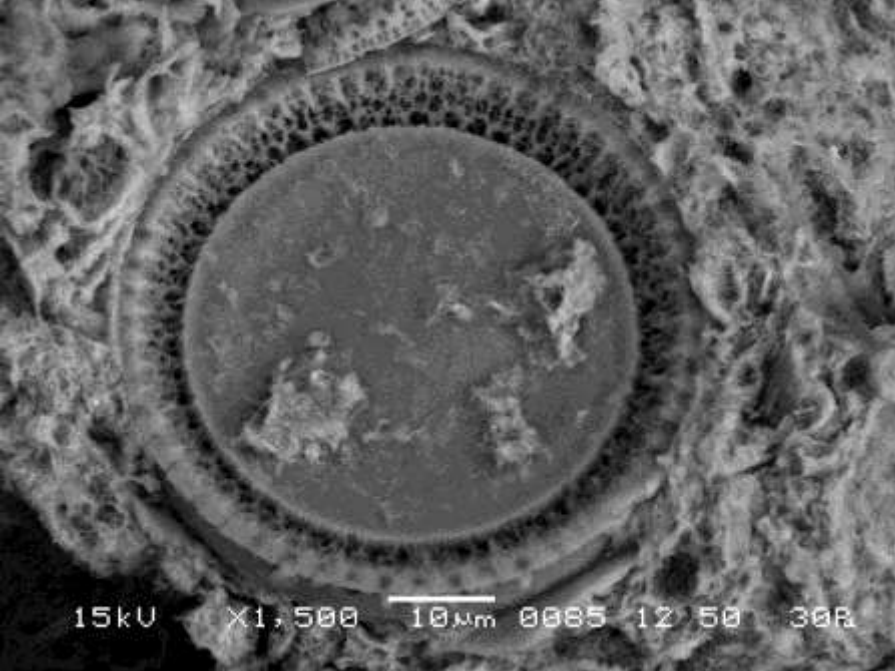
Полость в породе заполненная кальцитом

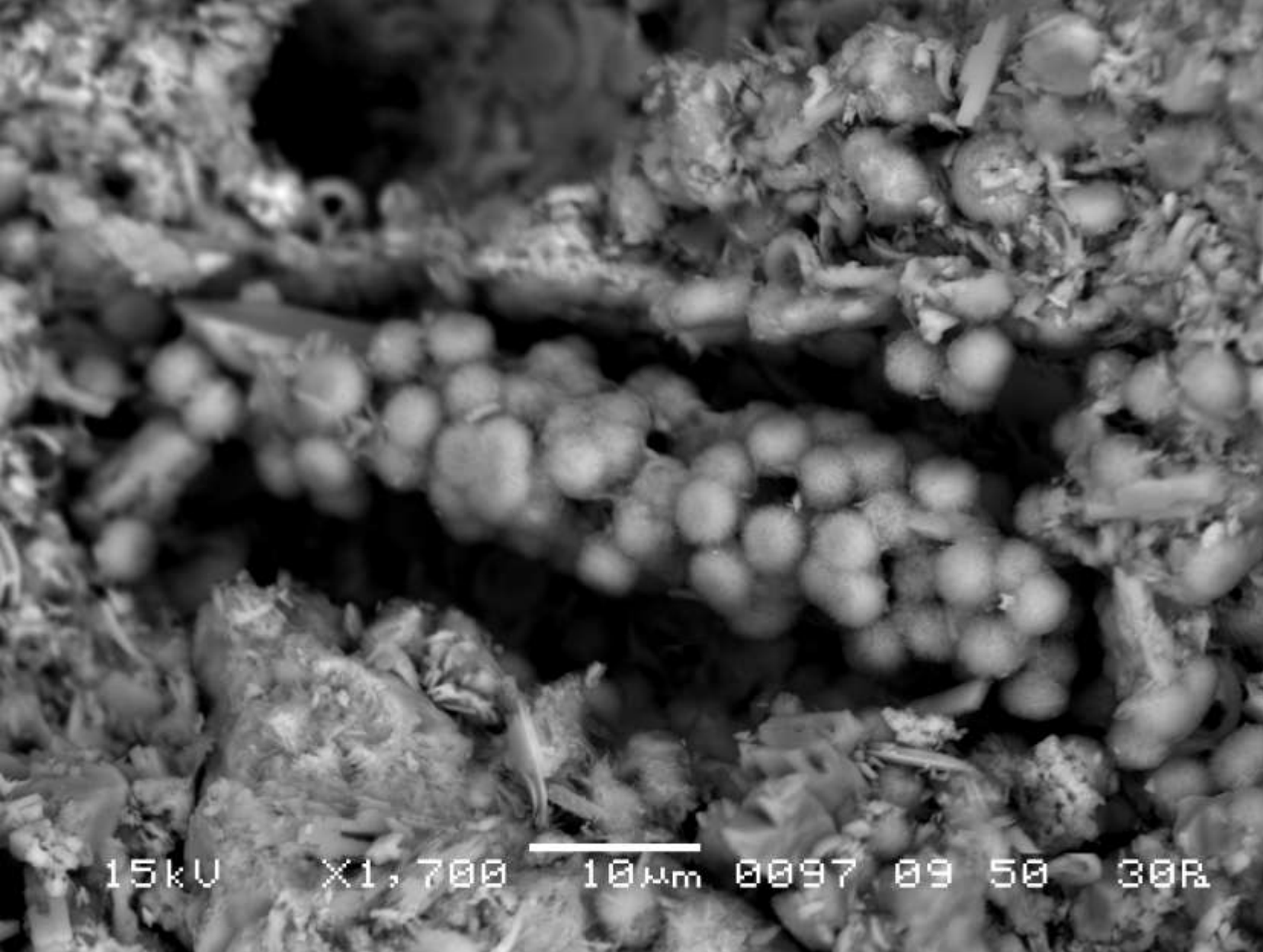


Кристалл кальцита

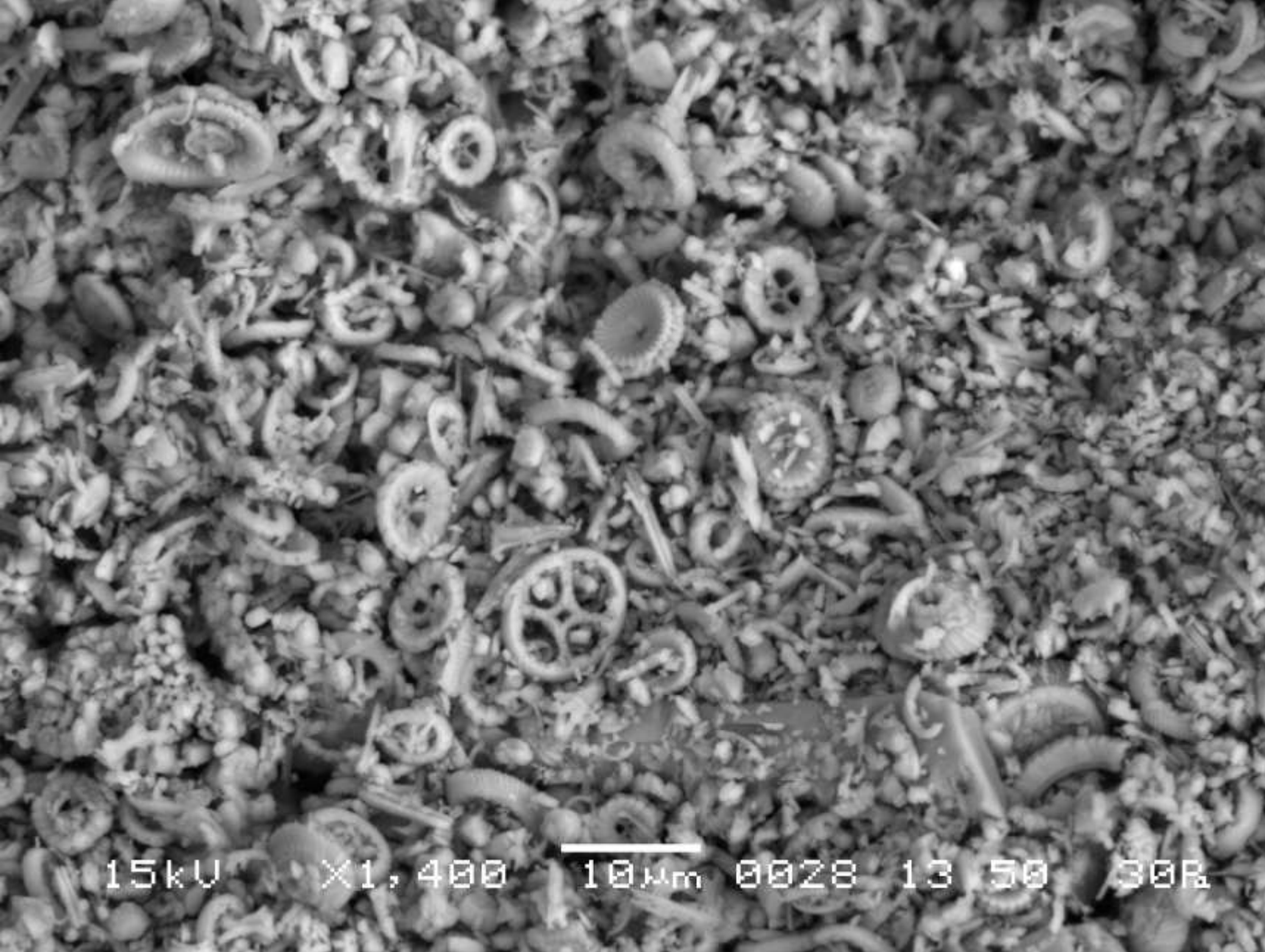


Диатомиты юго-востока Воронежской Антеклизы (Калачская возвышенность, Палеоцен-Эоцен)

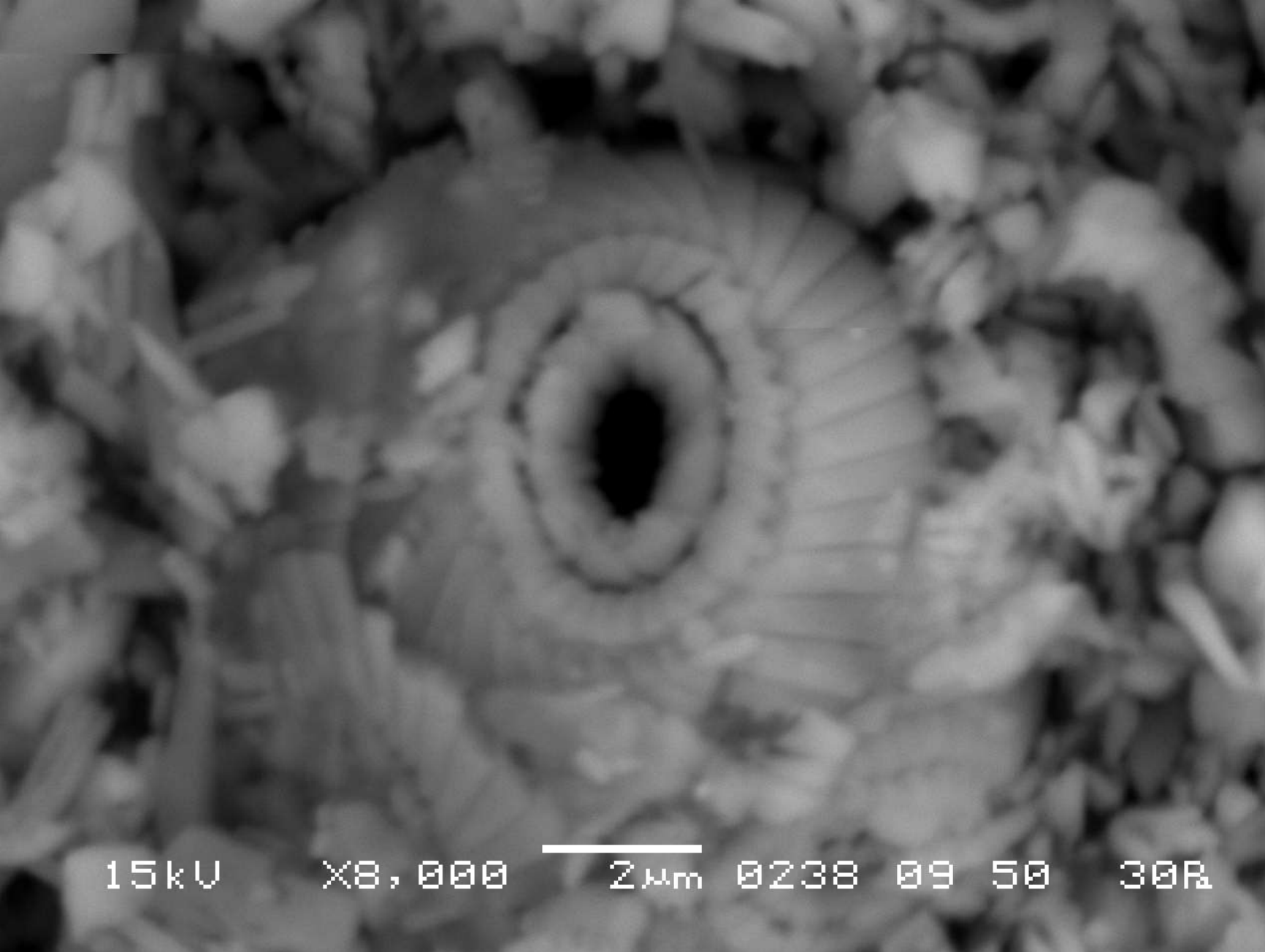




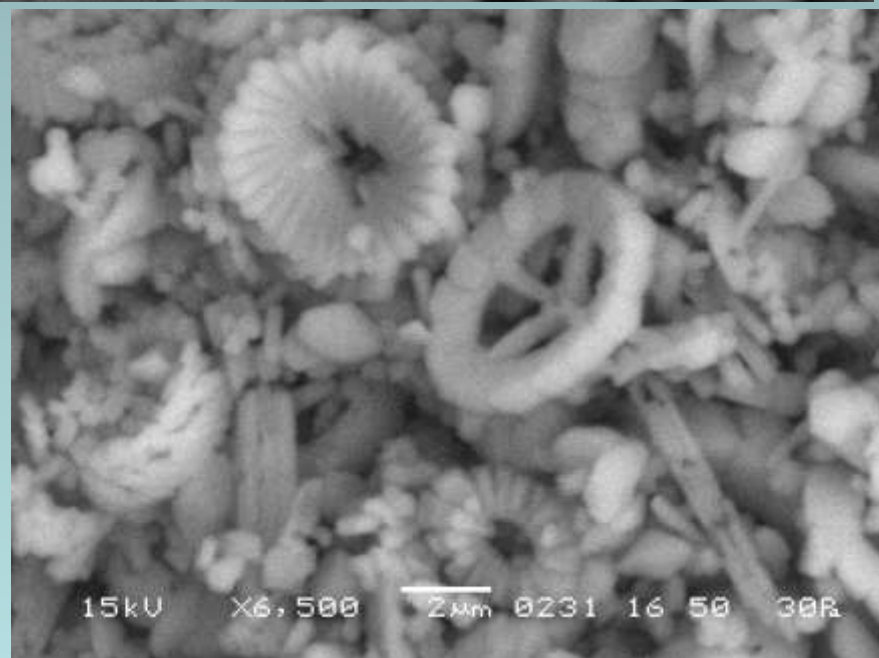
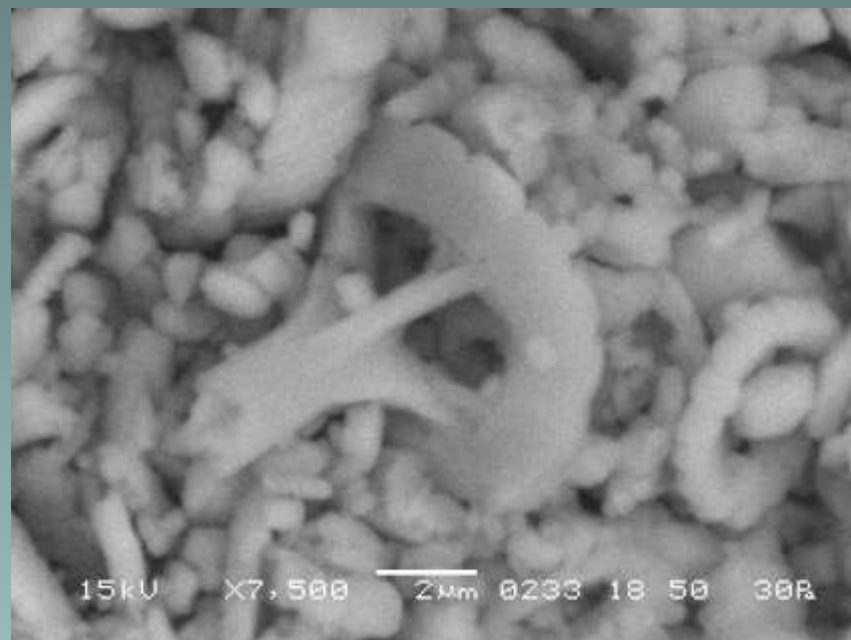
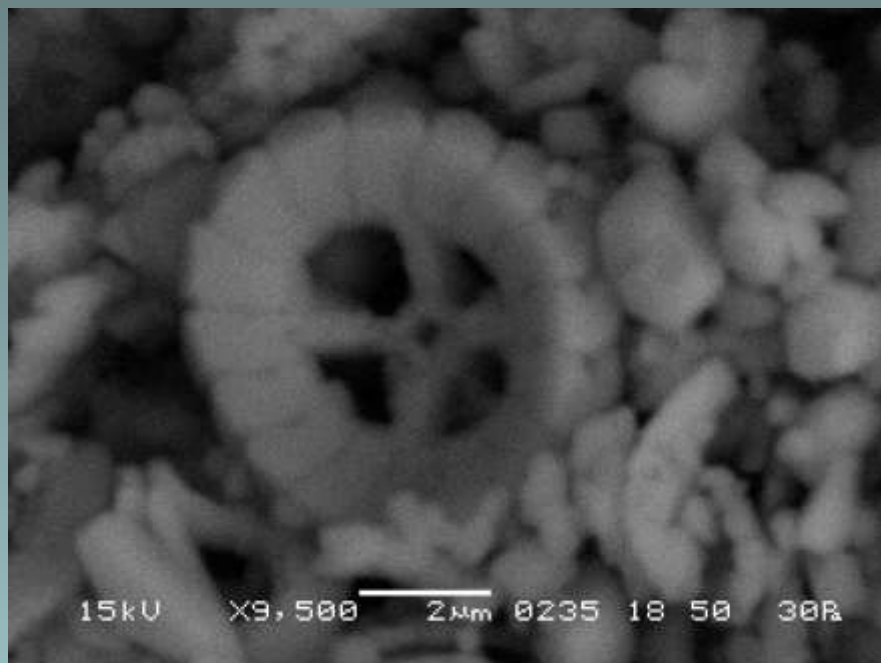
Глобулярный опал обрастающий зерно слюды (Кремнистые мергели K₂st, Курская область)



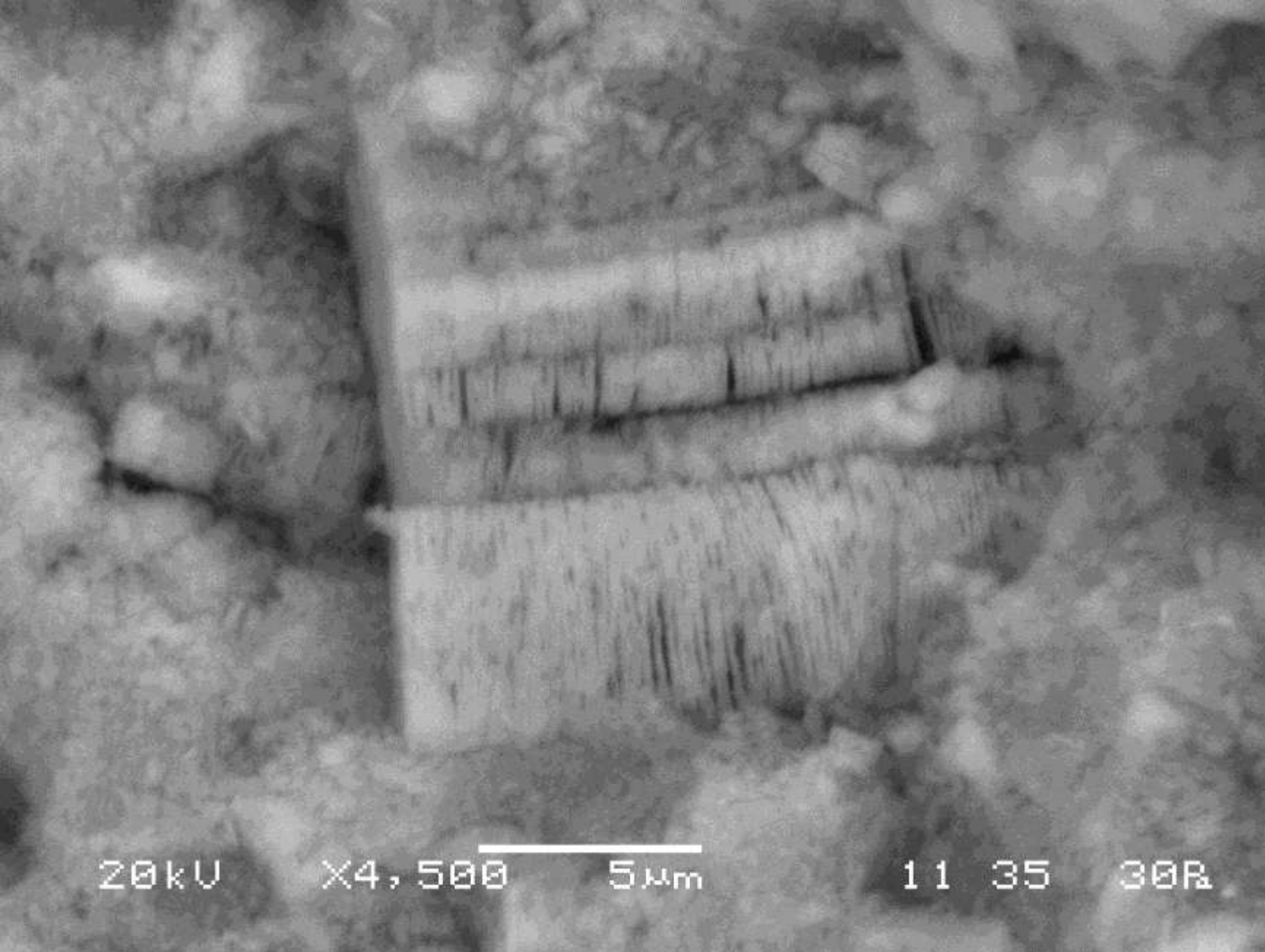
Кокколитофориды туронского мела Воронежской антеклизы



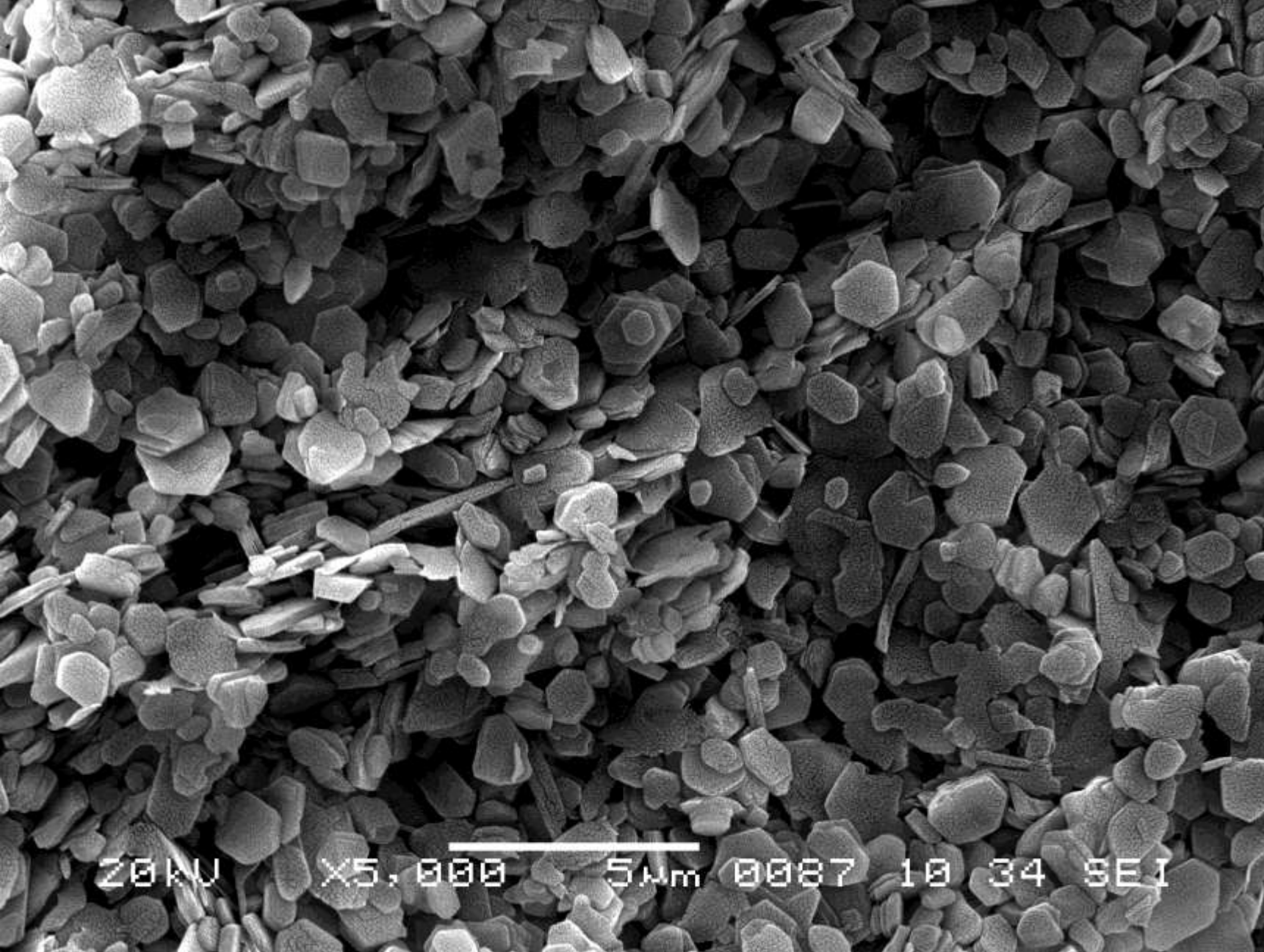
Фрагмент панциря кокколитофориды



Фрагменты гроздевидных рабдолитов в породе и раковине фораминифера



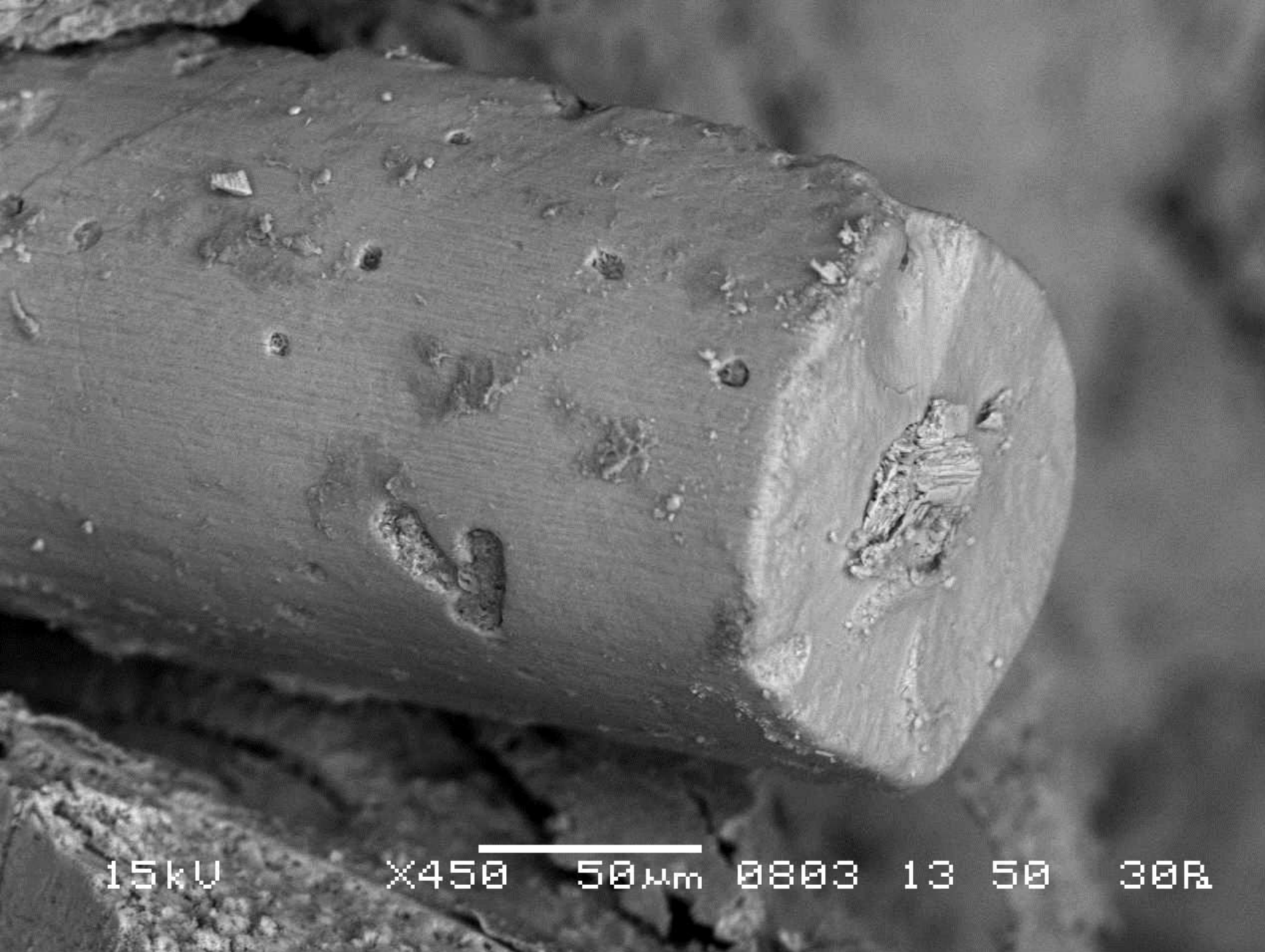
Зерно каолинита



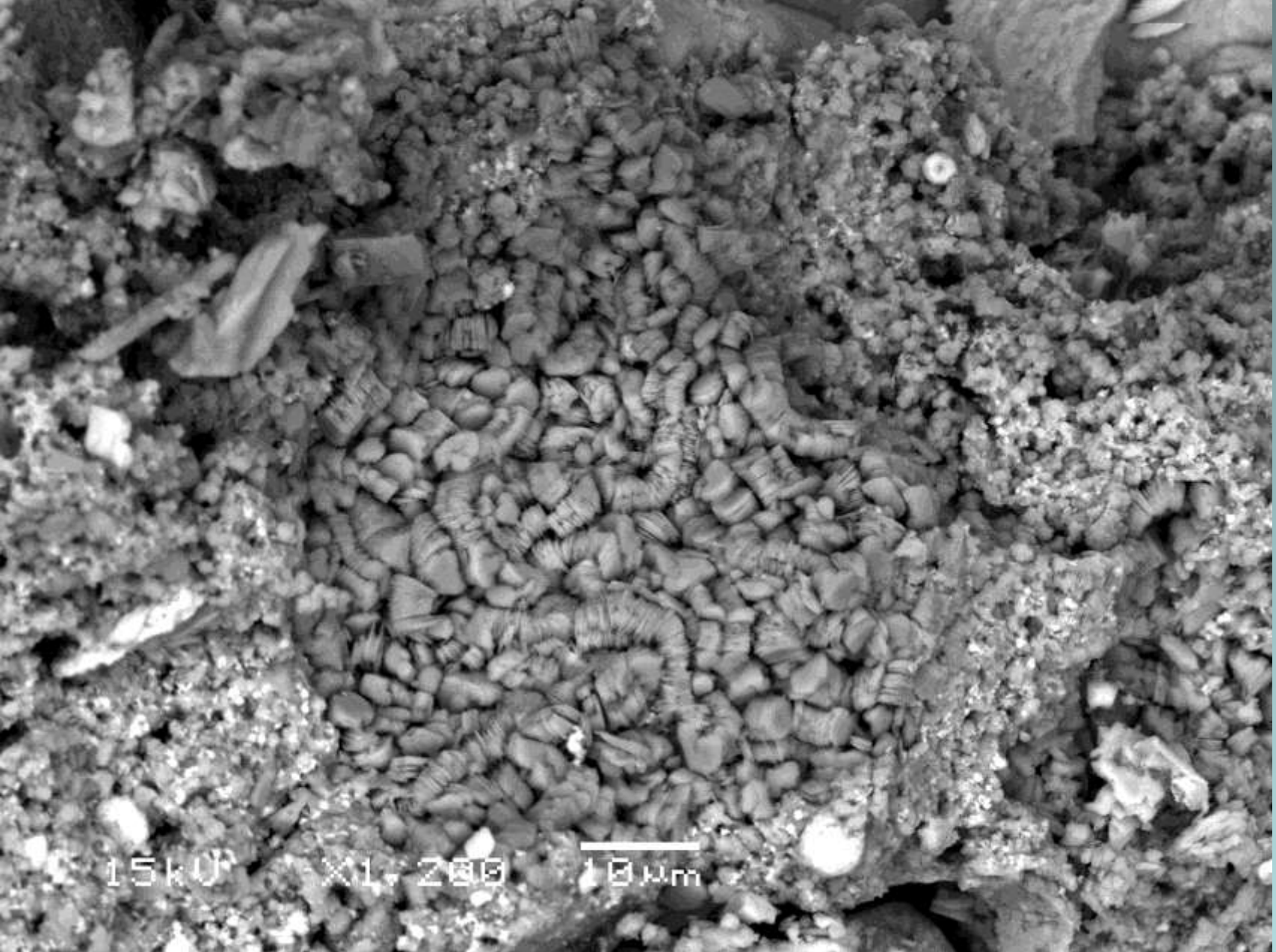
Глинистые частицы (кора выветривания кимберлитов, Якутия)



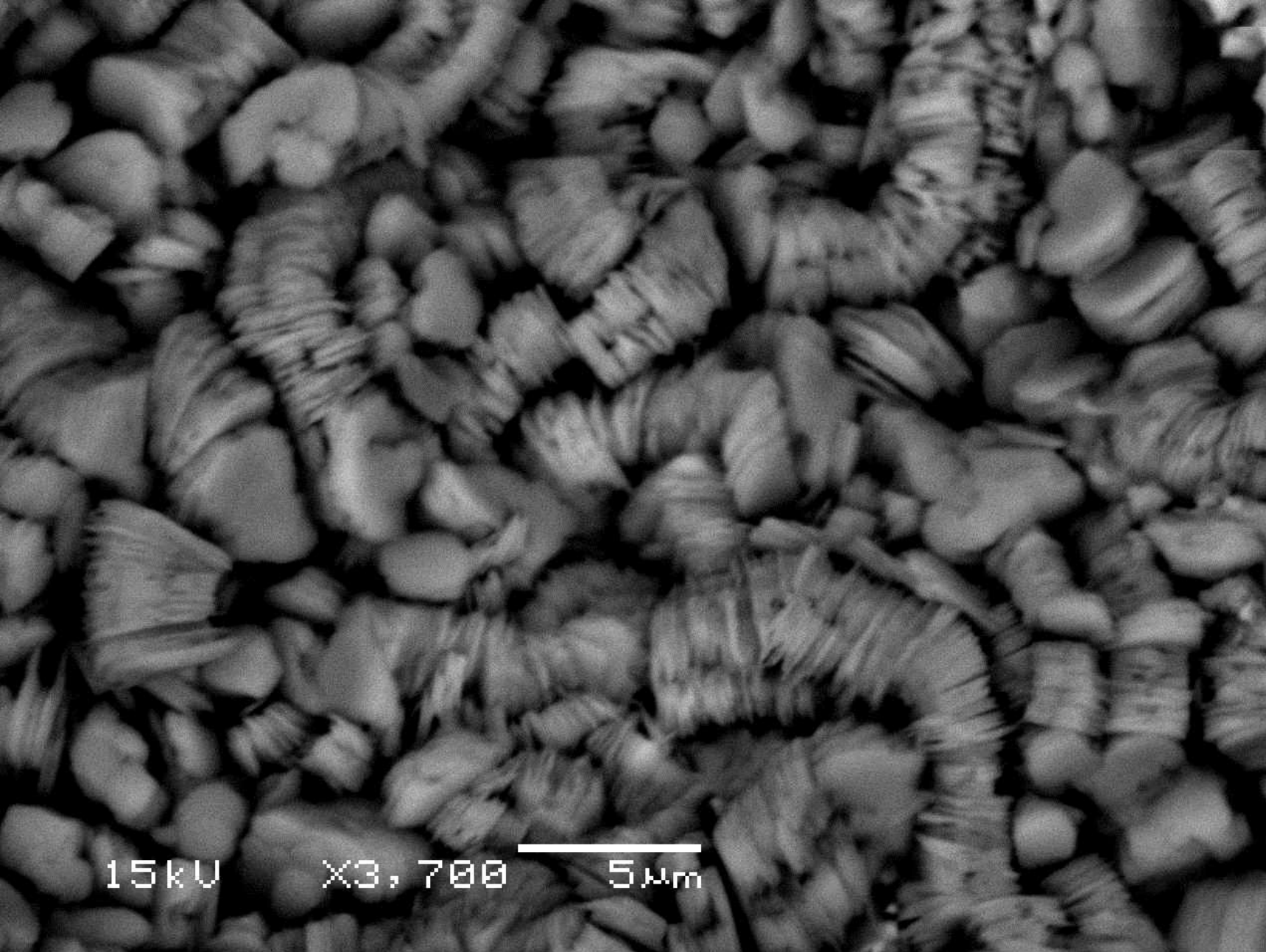
Кристаллы гипса (месторождение Кусейр, Египет)



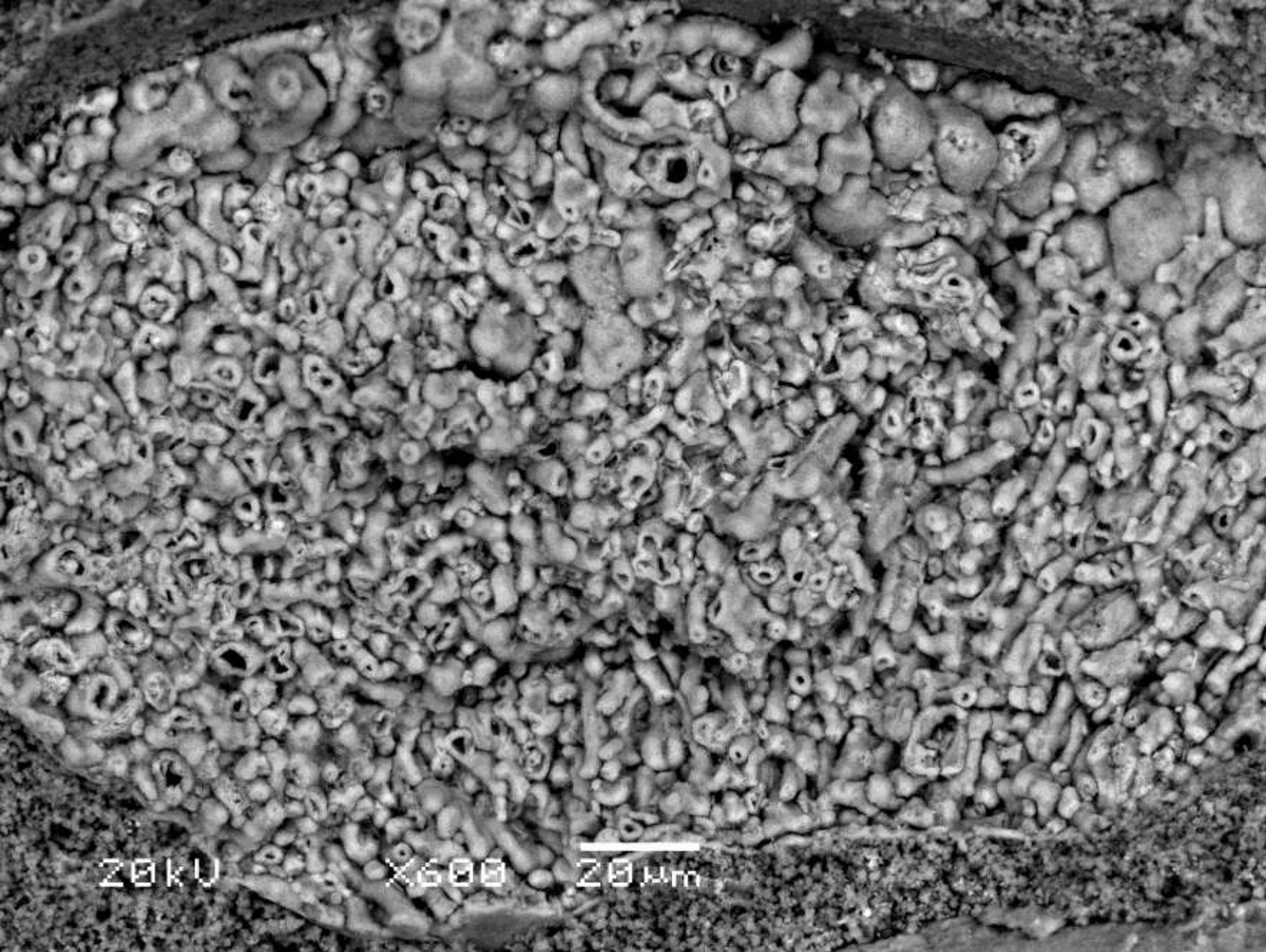
Фрагмент диатомовых водорослей в фосфоритах Египта



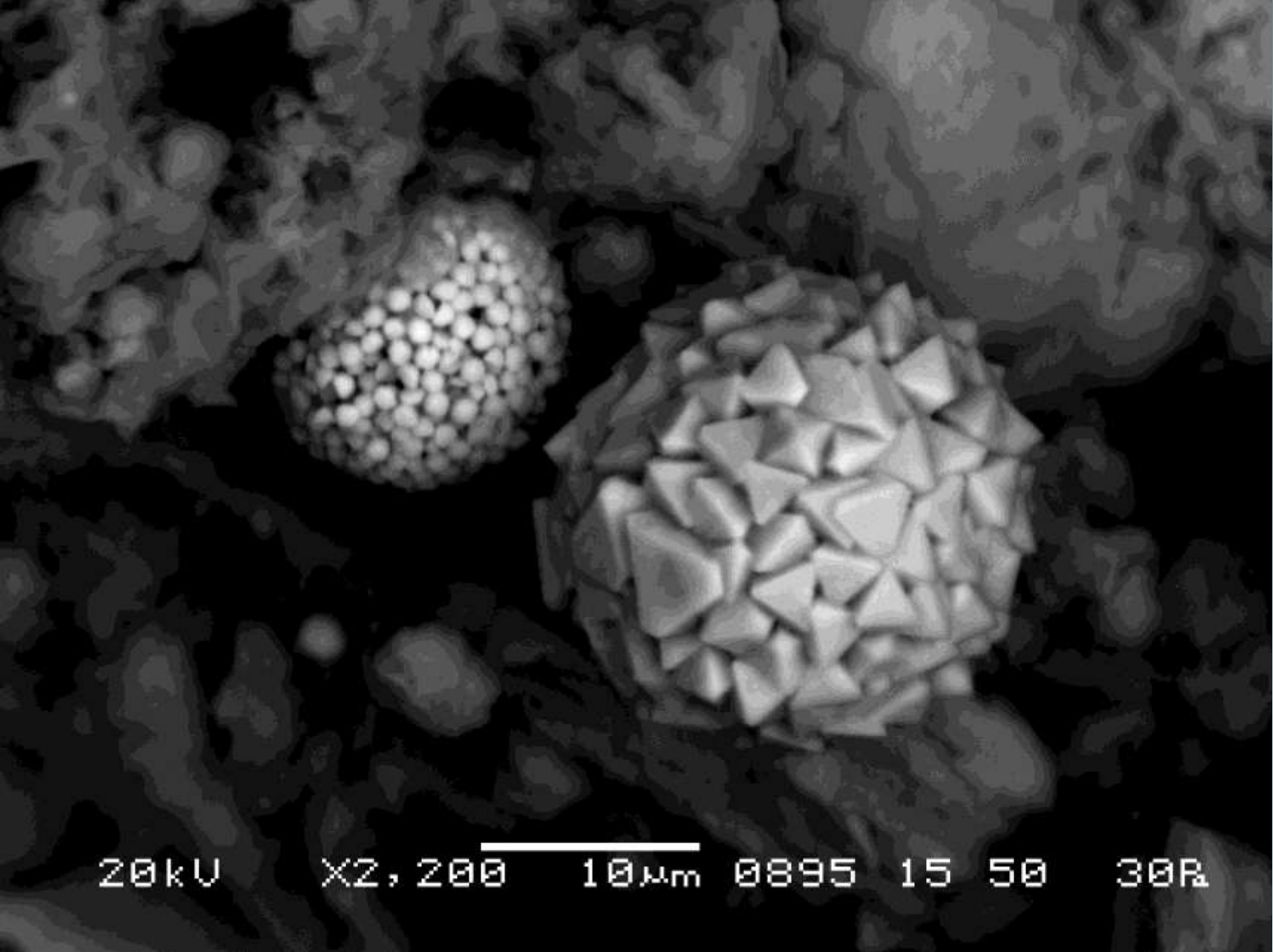
Полость заполненная кристаллами каолинита (фосфориты Египта)



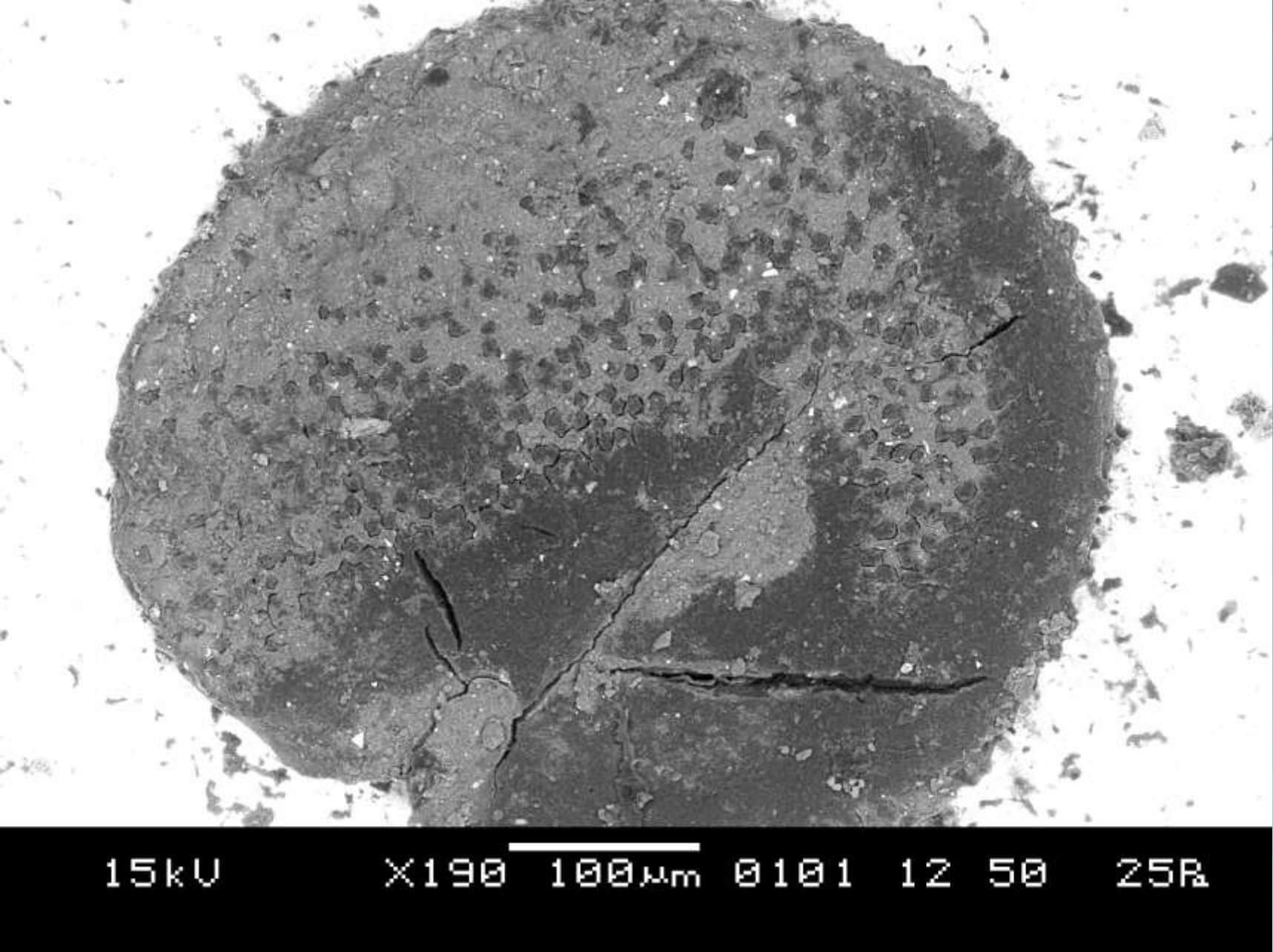
Тоже под большим увеличением



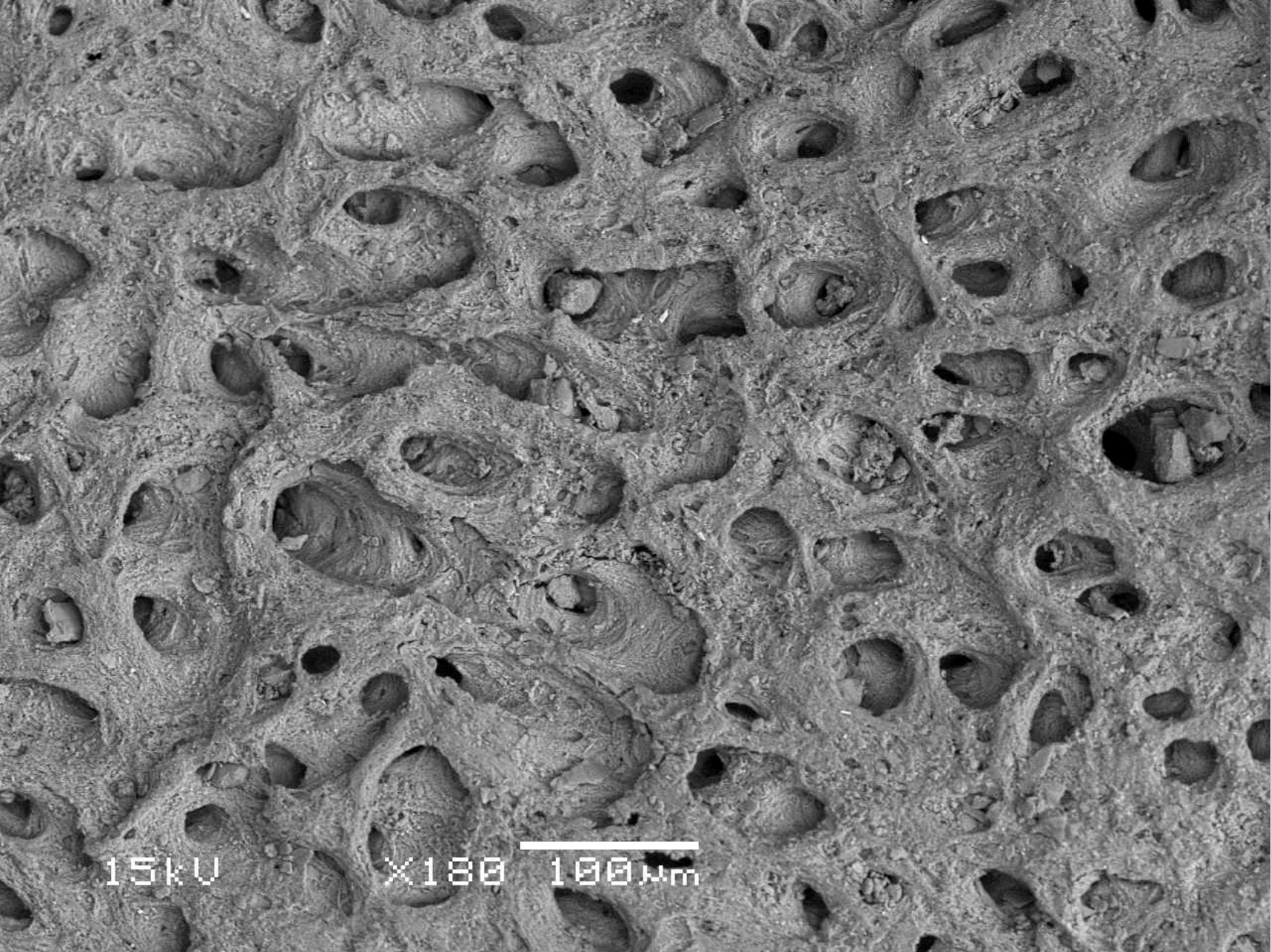
Полость заполненная колонией морских водорослей (фосфориты Египта)



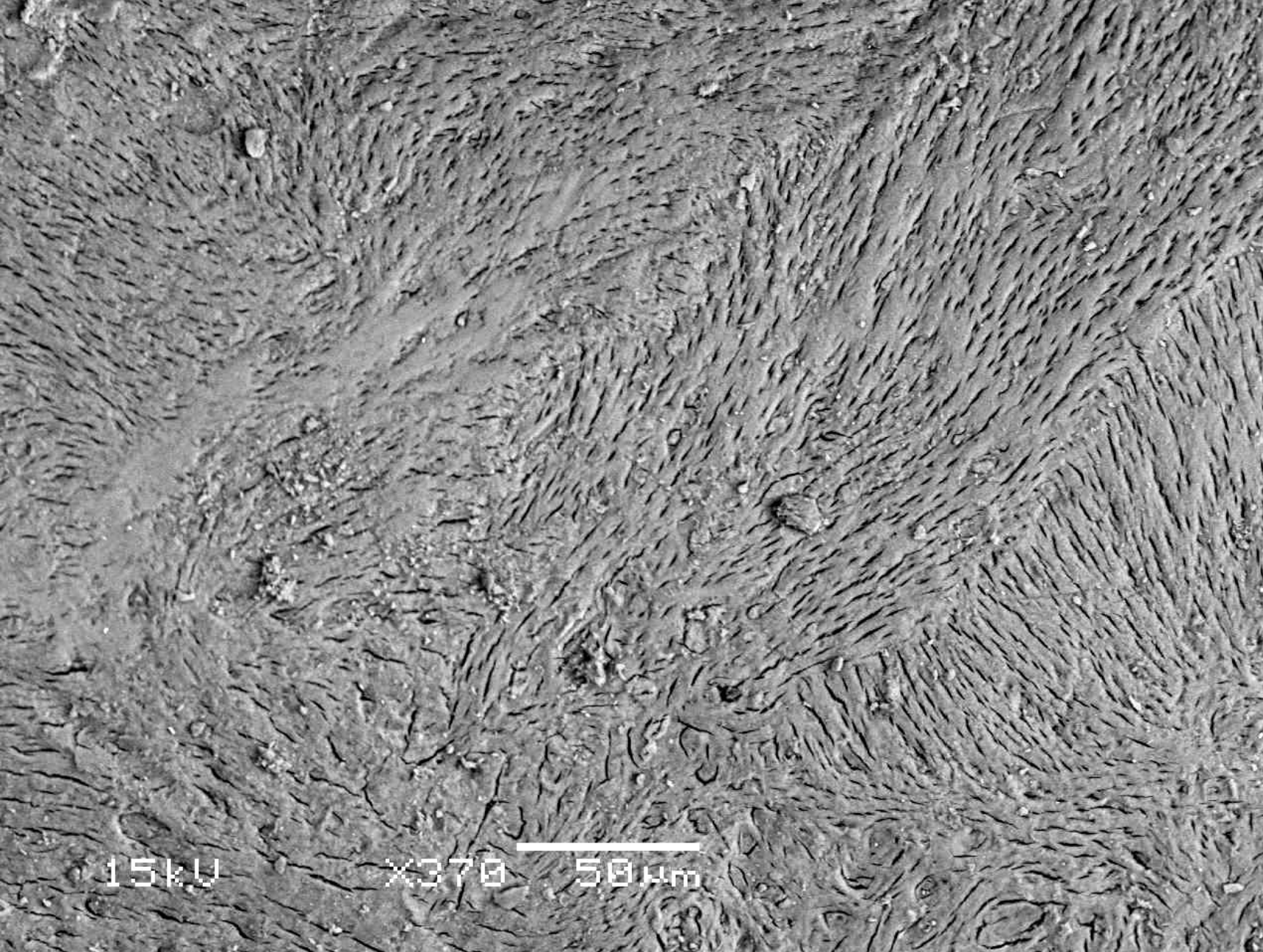
Октаэдрические формы нахождения пирита в копролитах месторождения Абу-Тартор (Египет)



Микроспора *Cristatisporites* (D₃ ЦДП)

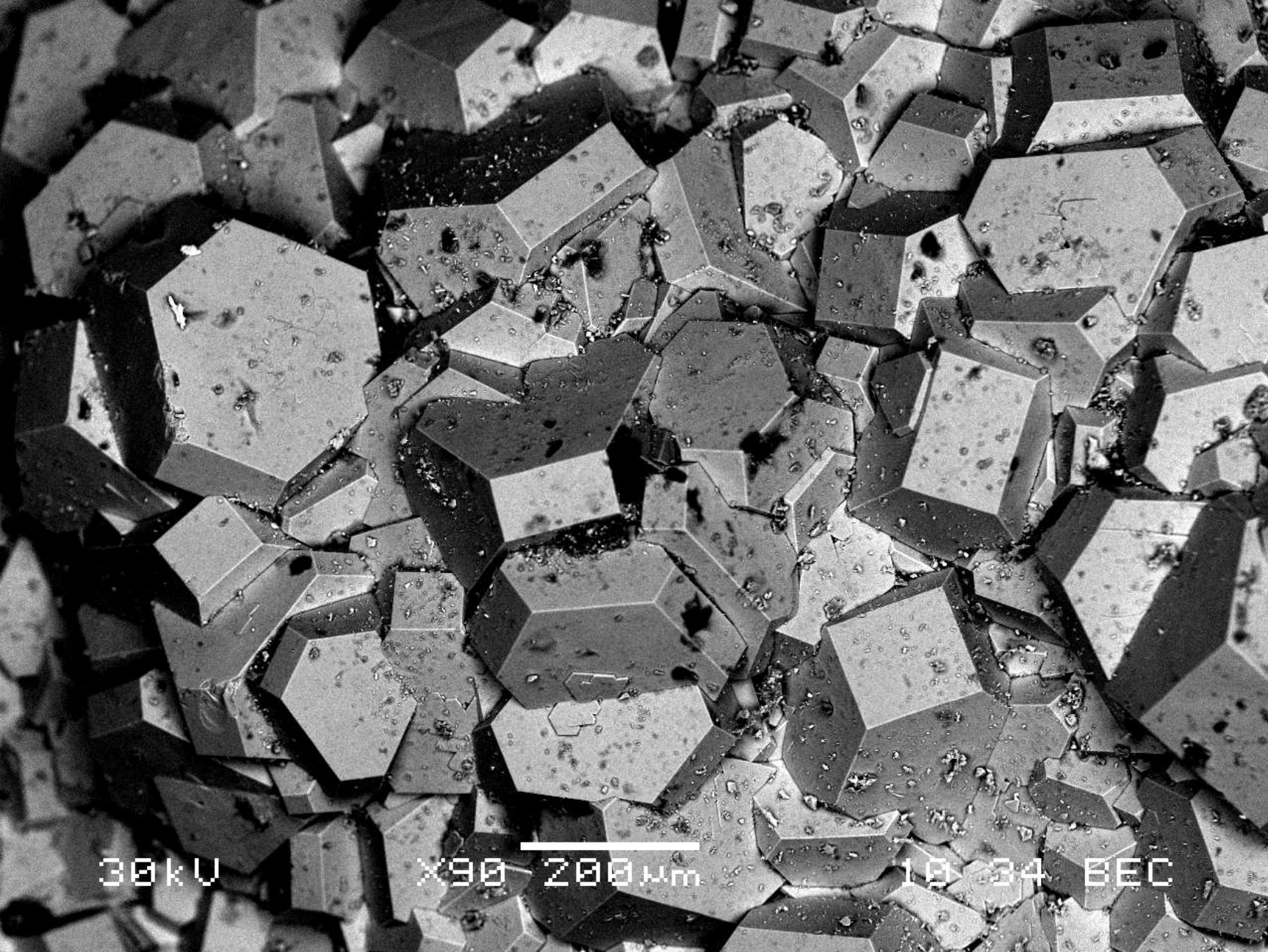


Структура костей птиц (атлантическая фаза голоцена, Восточные Саяны)

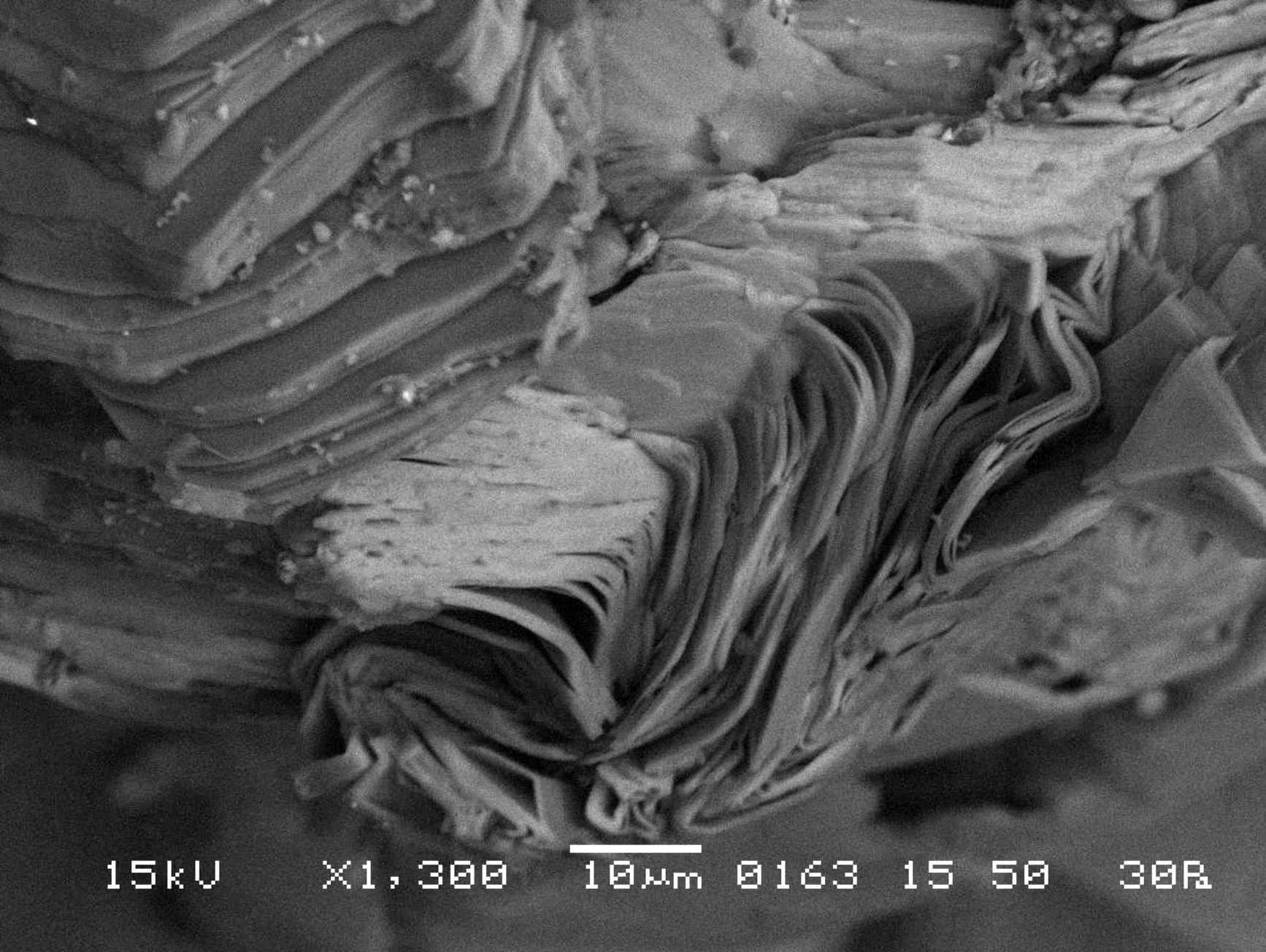


Структура костей змей (атлантическая фаза голоцена, Восточные Саяны)

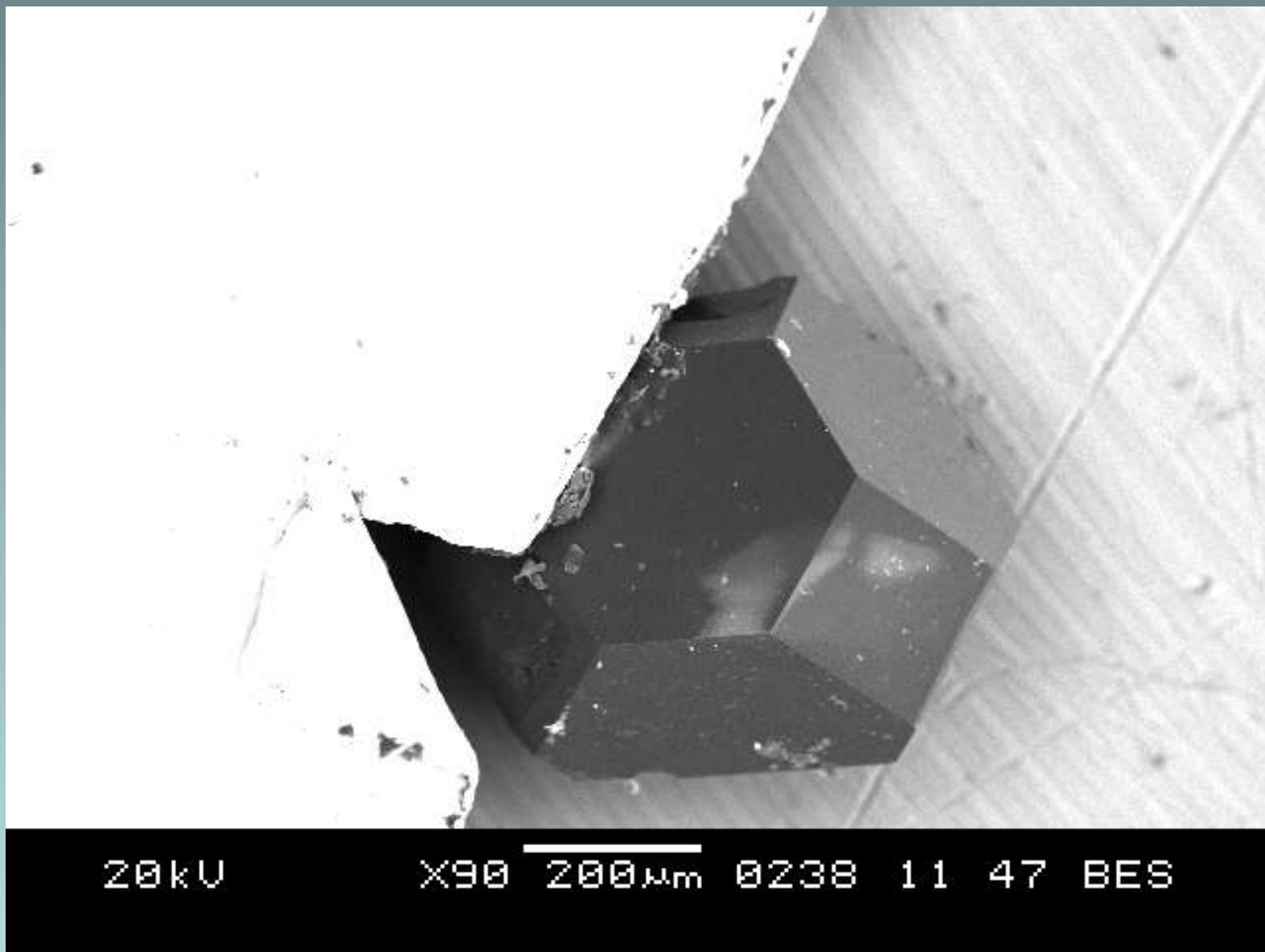
Минералогия, Петрология



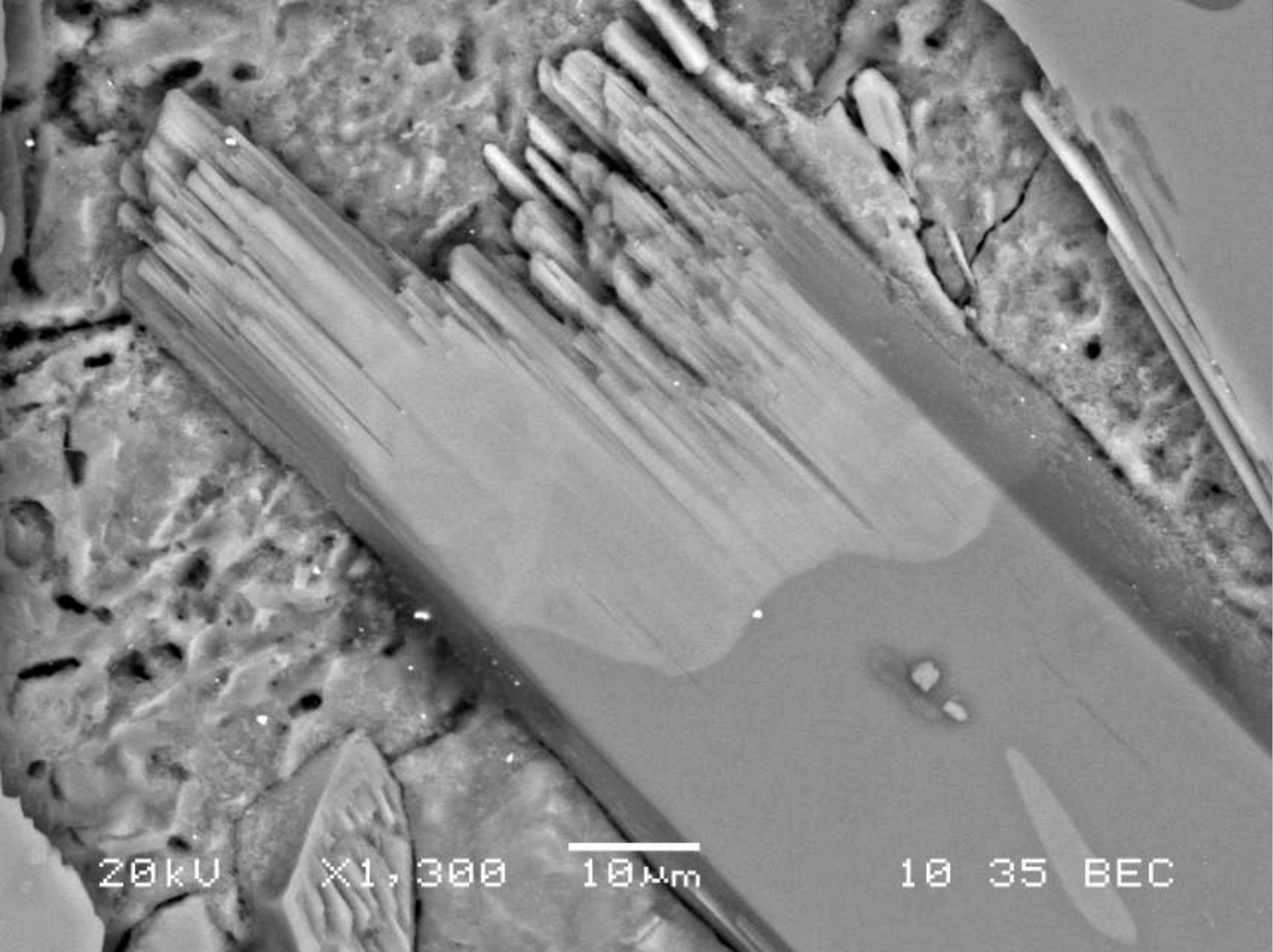
Кристаллы халькопирита (ВКМ)



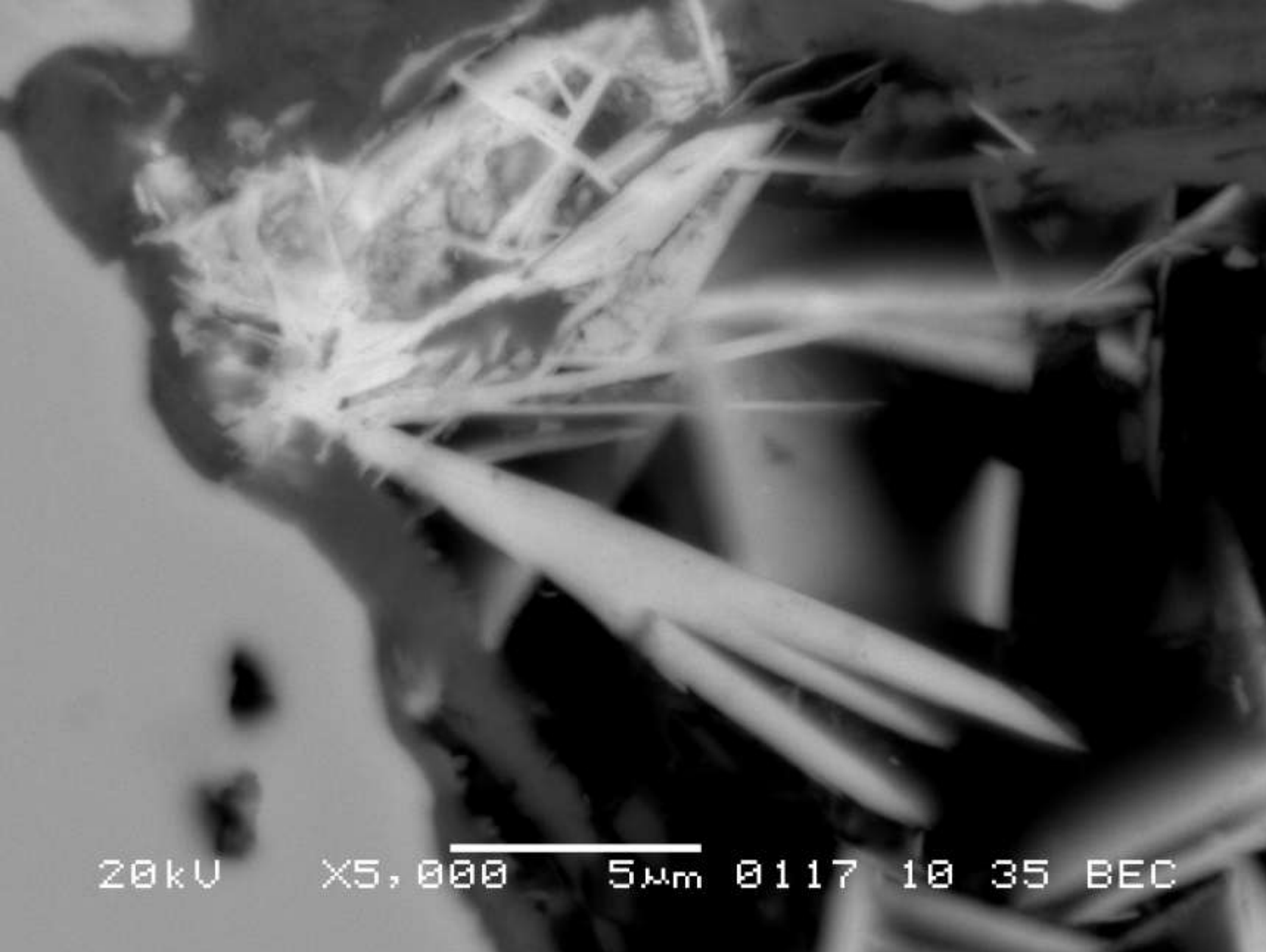
Кристаллы слюды (ВКМ)



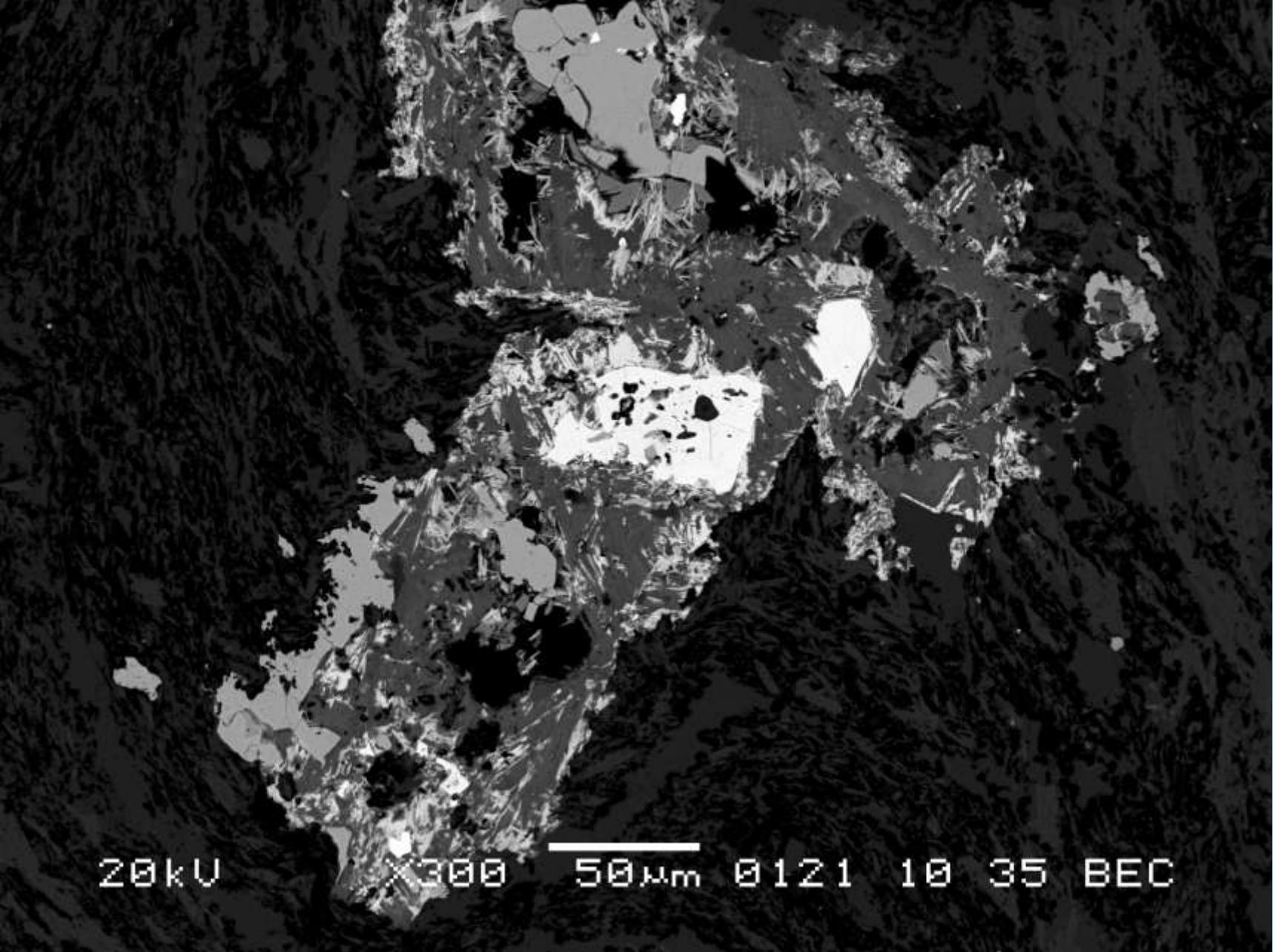
Кристалл алмаза из кимберлитовой трубки Мир (Якутия)



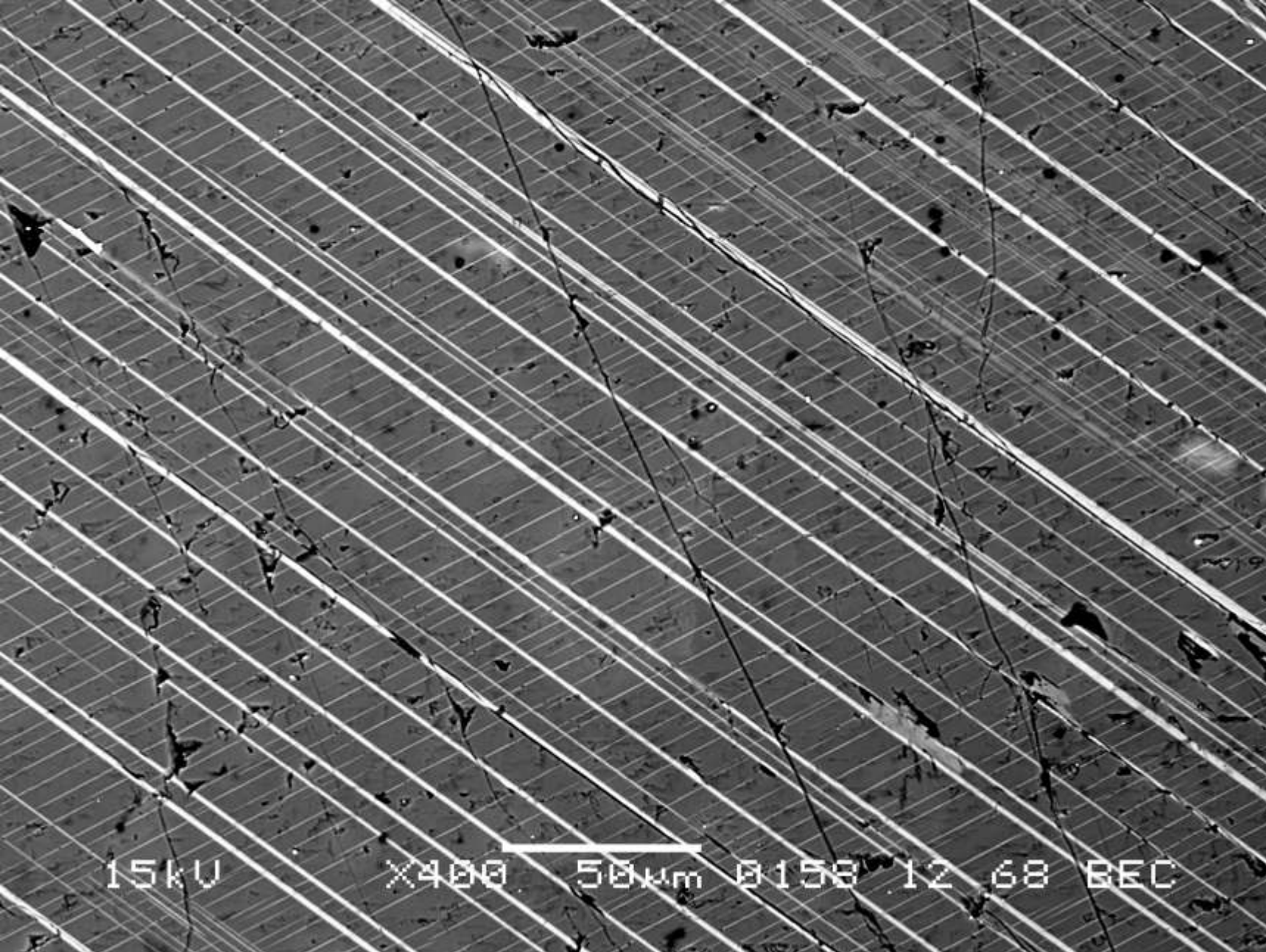
Замещение магнезиорибекита железистым рибекитом



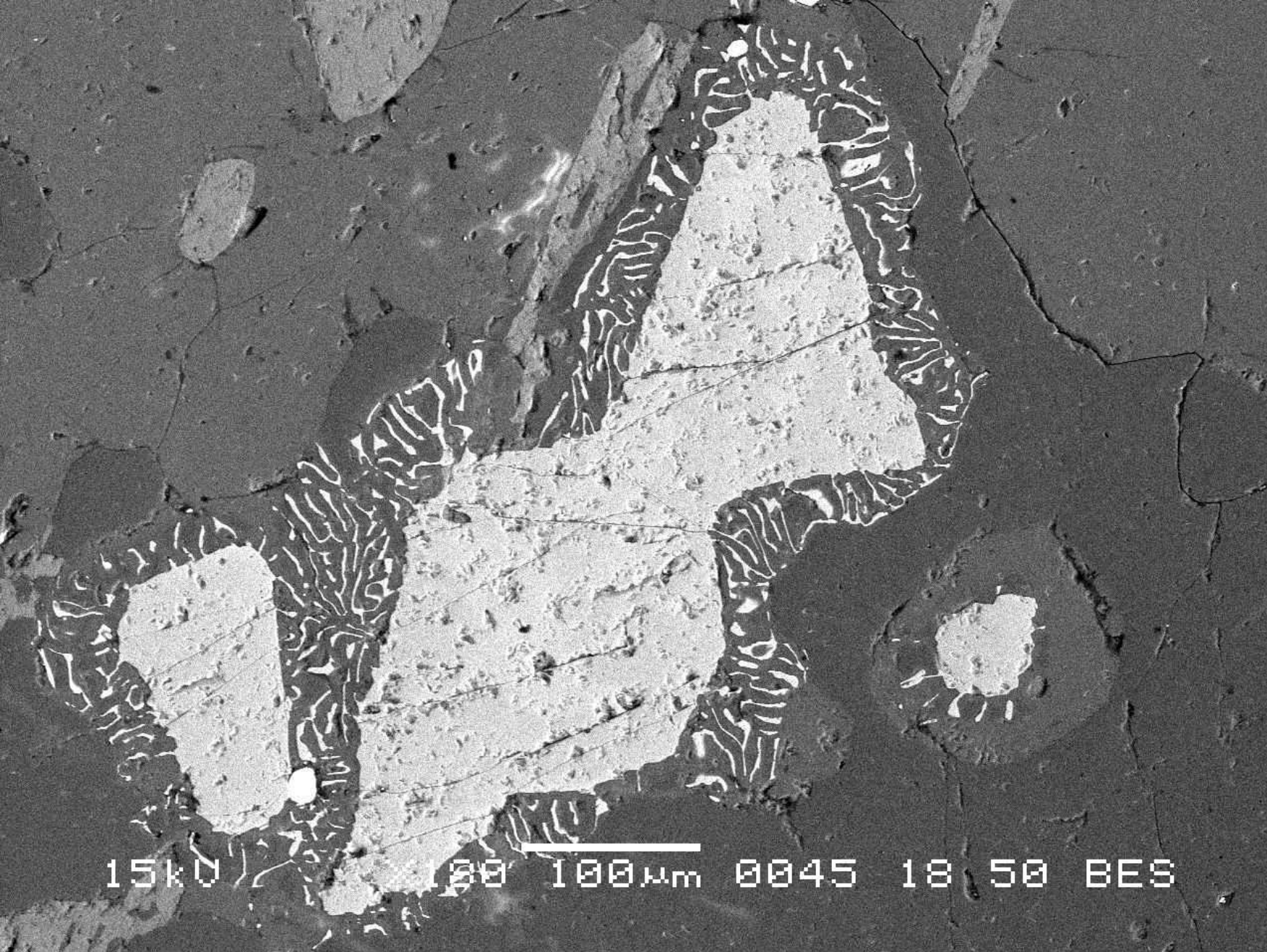
Игольчатый бастнезит из углеродистых сланцев Тим-Ястребовской структуры ВКМ



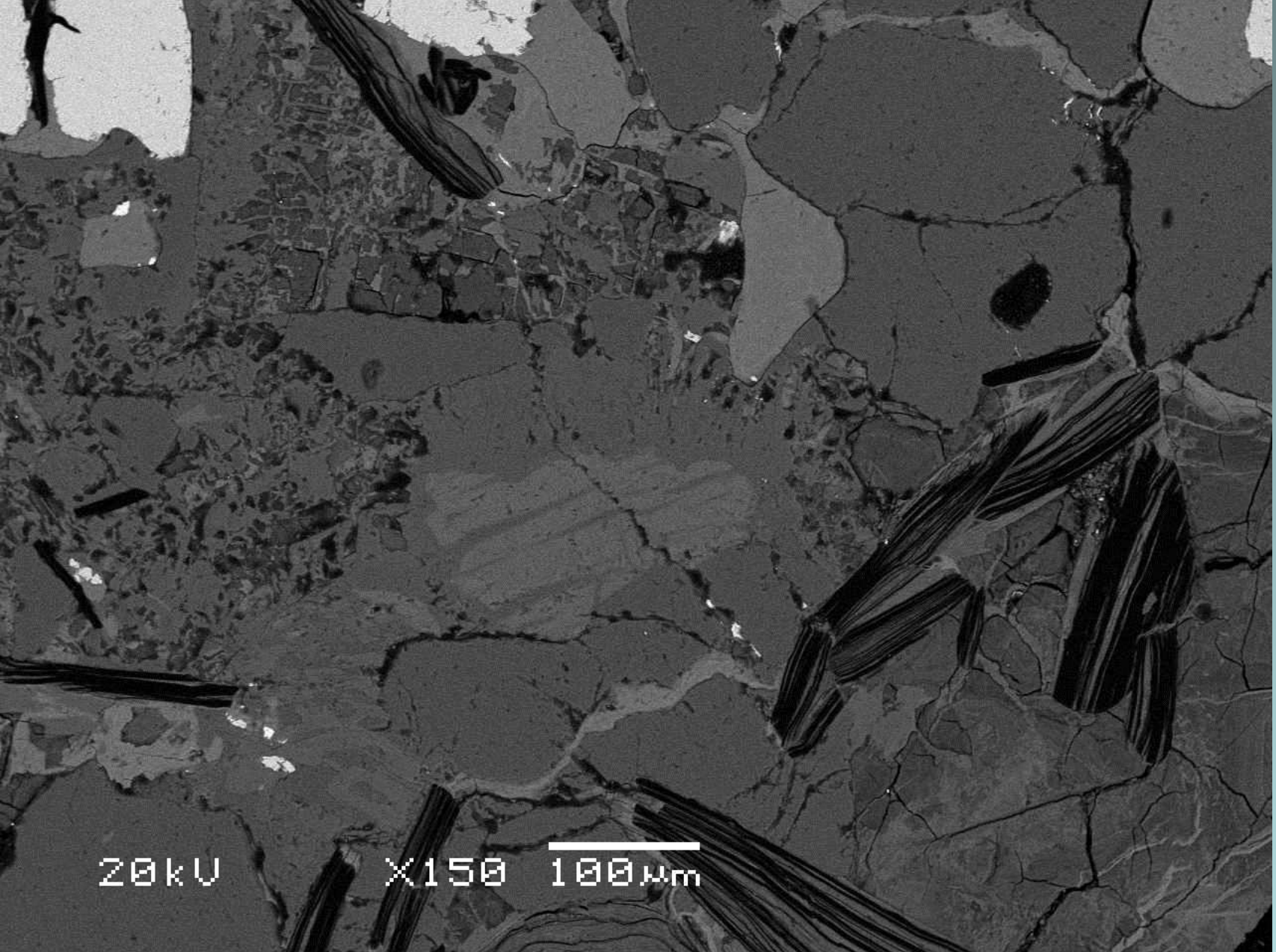
Хлоритовые кластеры в углеродистых сланцах Тим-Ястребовской структуры



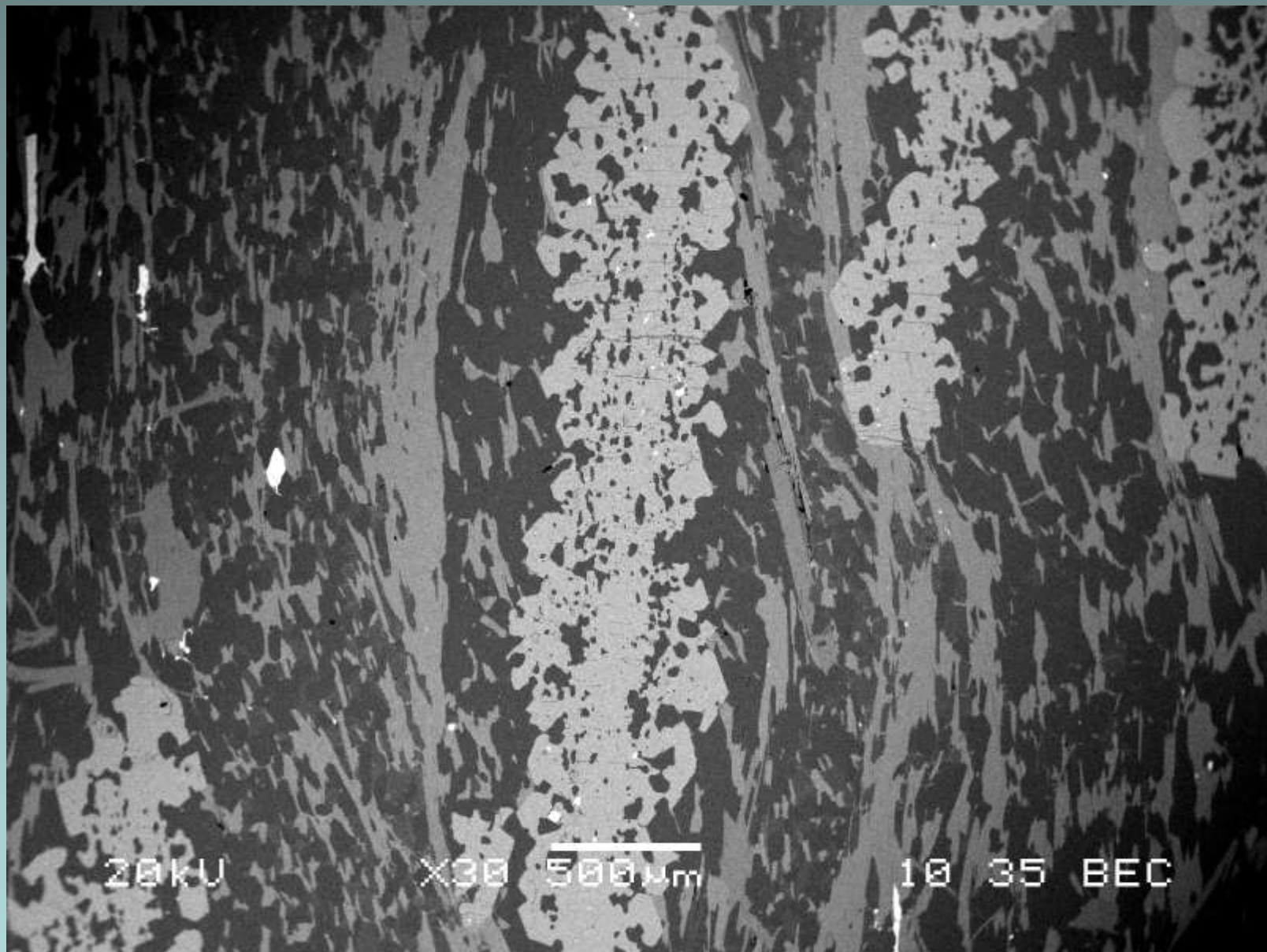
Структуры распада в зерне клинопироксена (AR магнетитовые кварциты КМА)



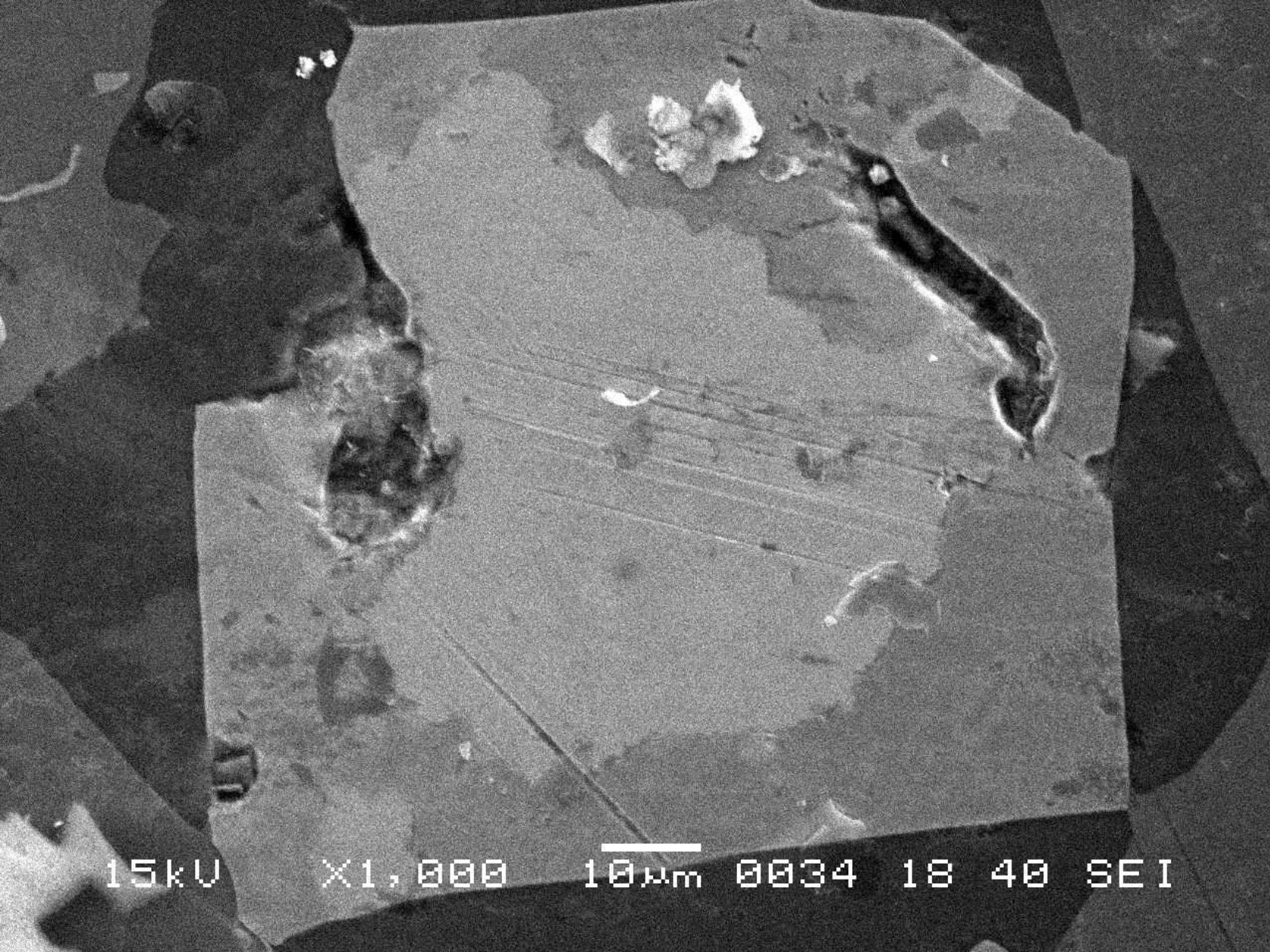
Реакционные каймы шпинели (метапелиты КМА)



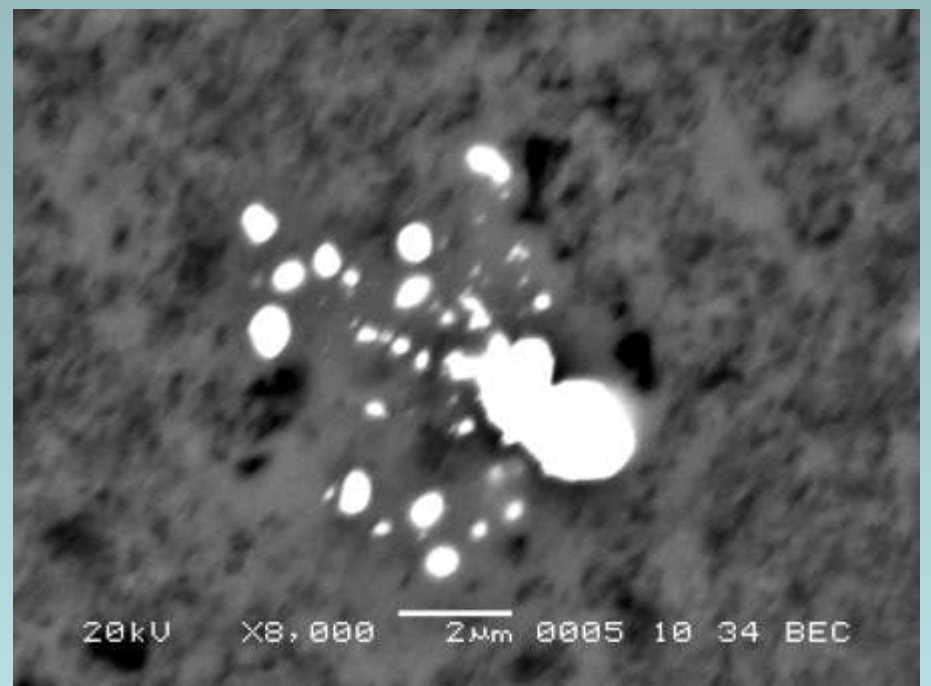
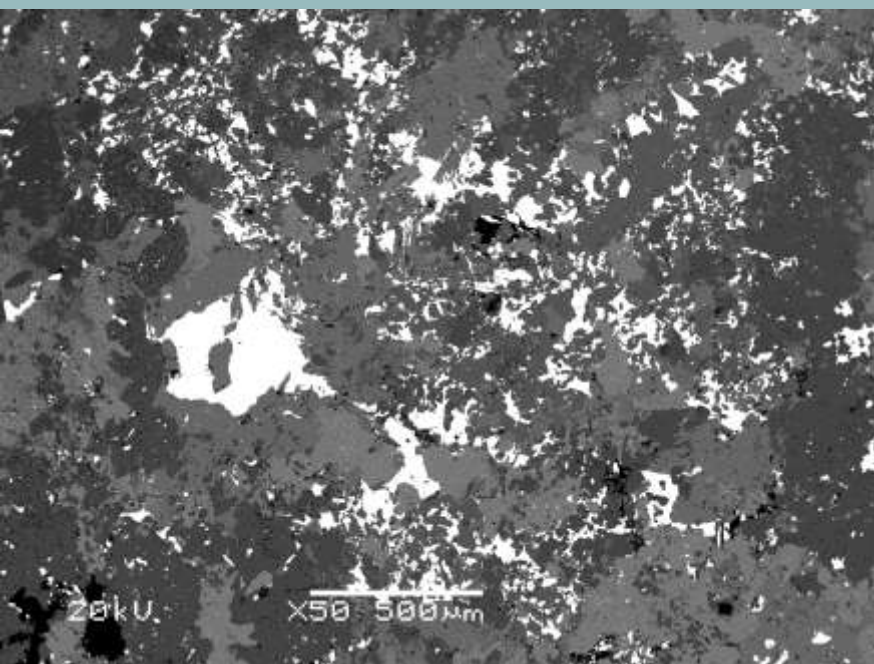
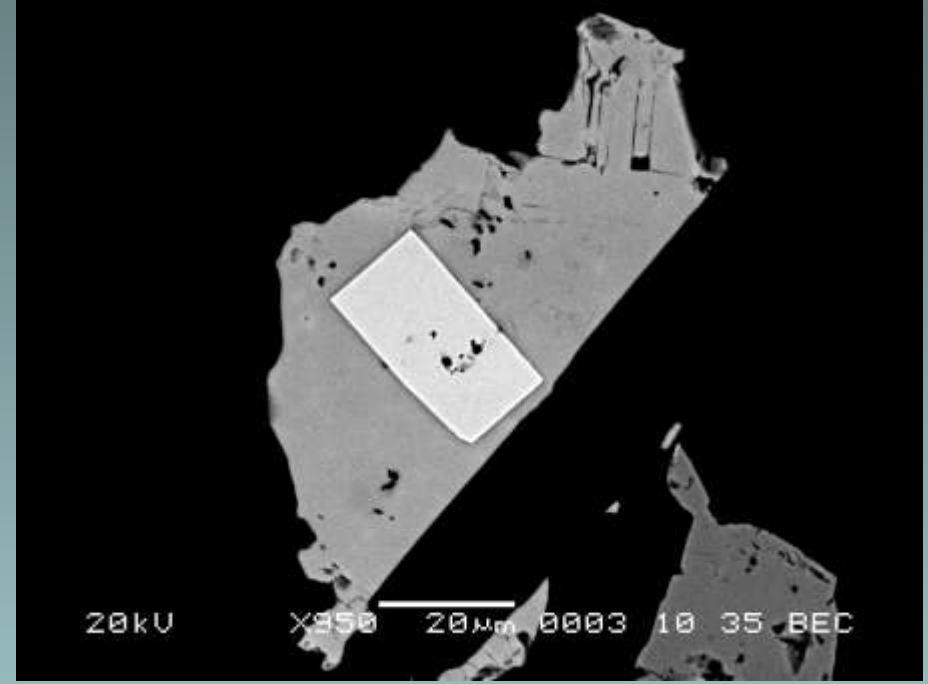
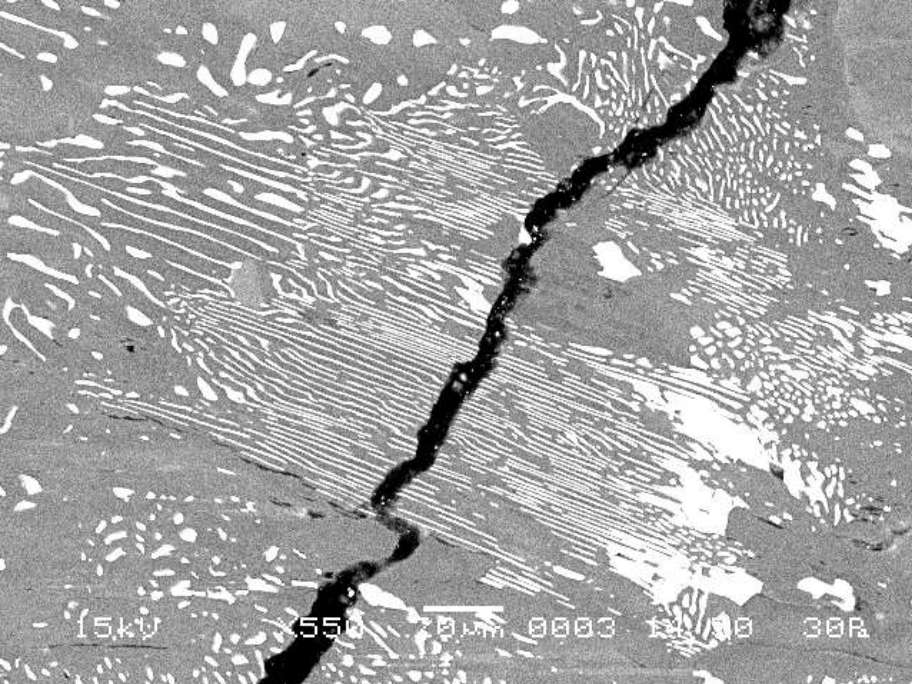
Углеродистые кластеры в метаморфических породах ВКМ



Скелетные формы граната из метаморфических сланцев КМА

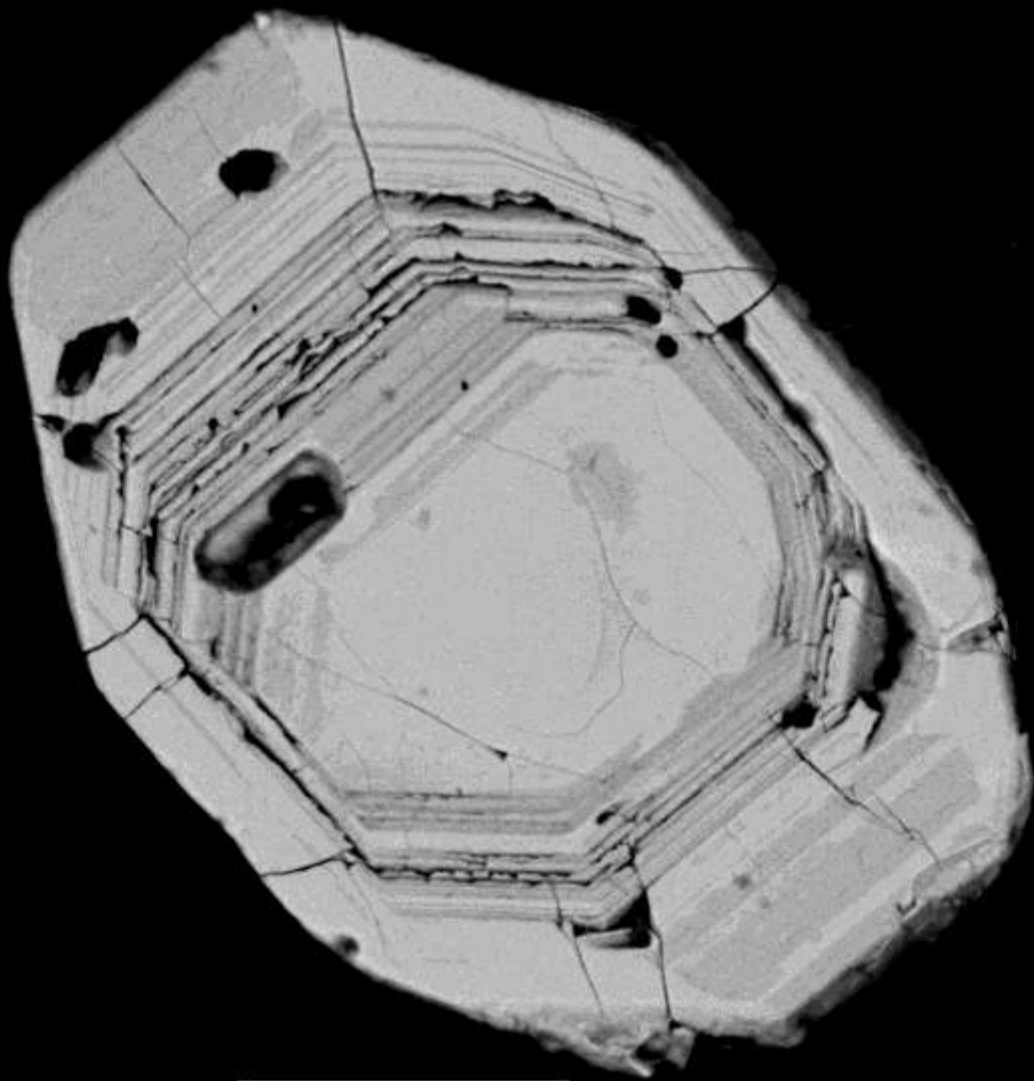


Магнетит и маггемит в гранулитах ВКМ



Генерации рудных минералов

Минералы геохронометры



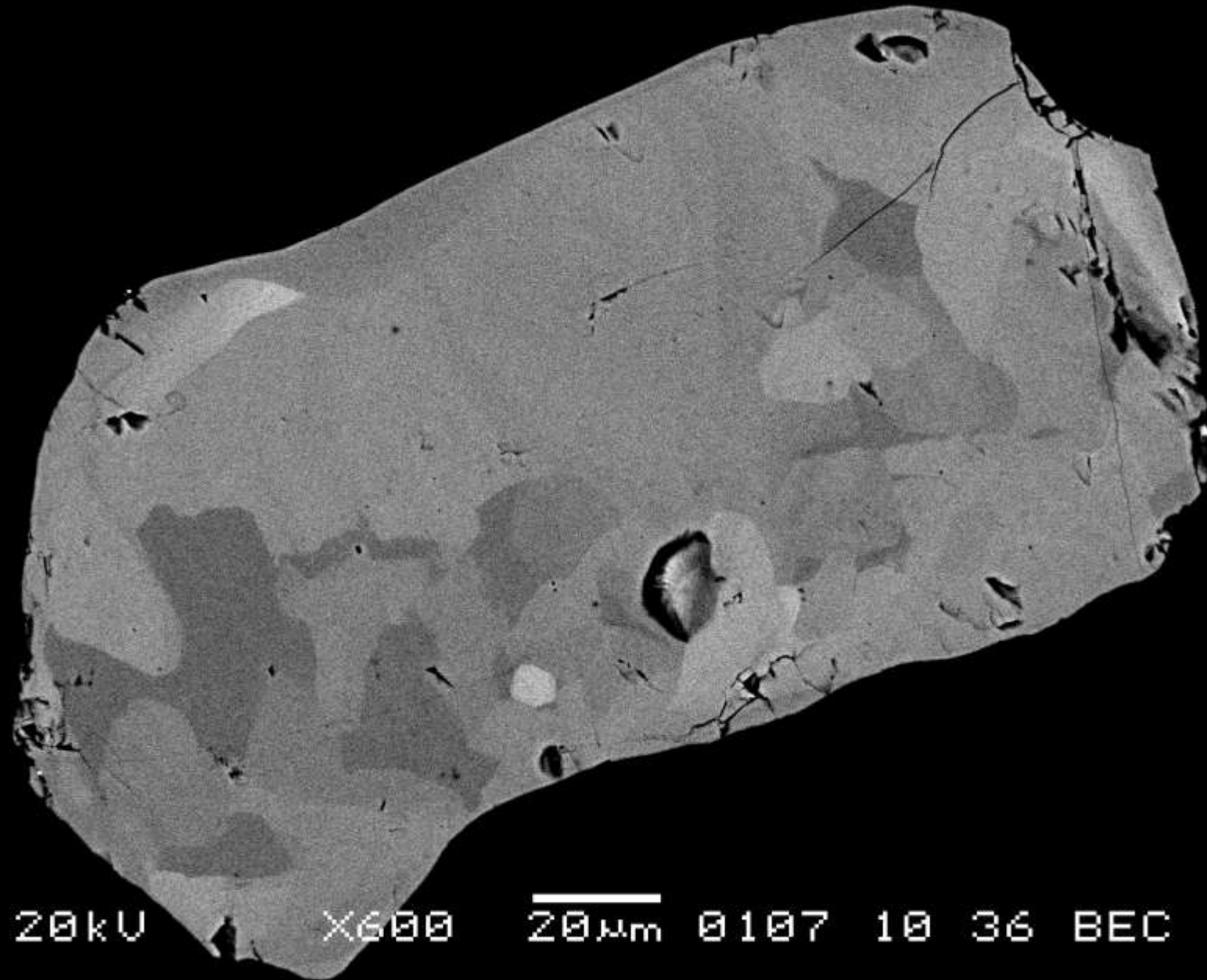
20kV

X500

50 μ m

10 35 BSE

Циркон



20kV

X600

20μm

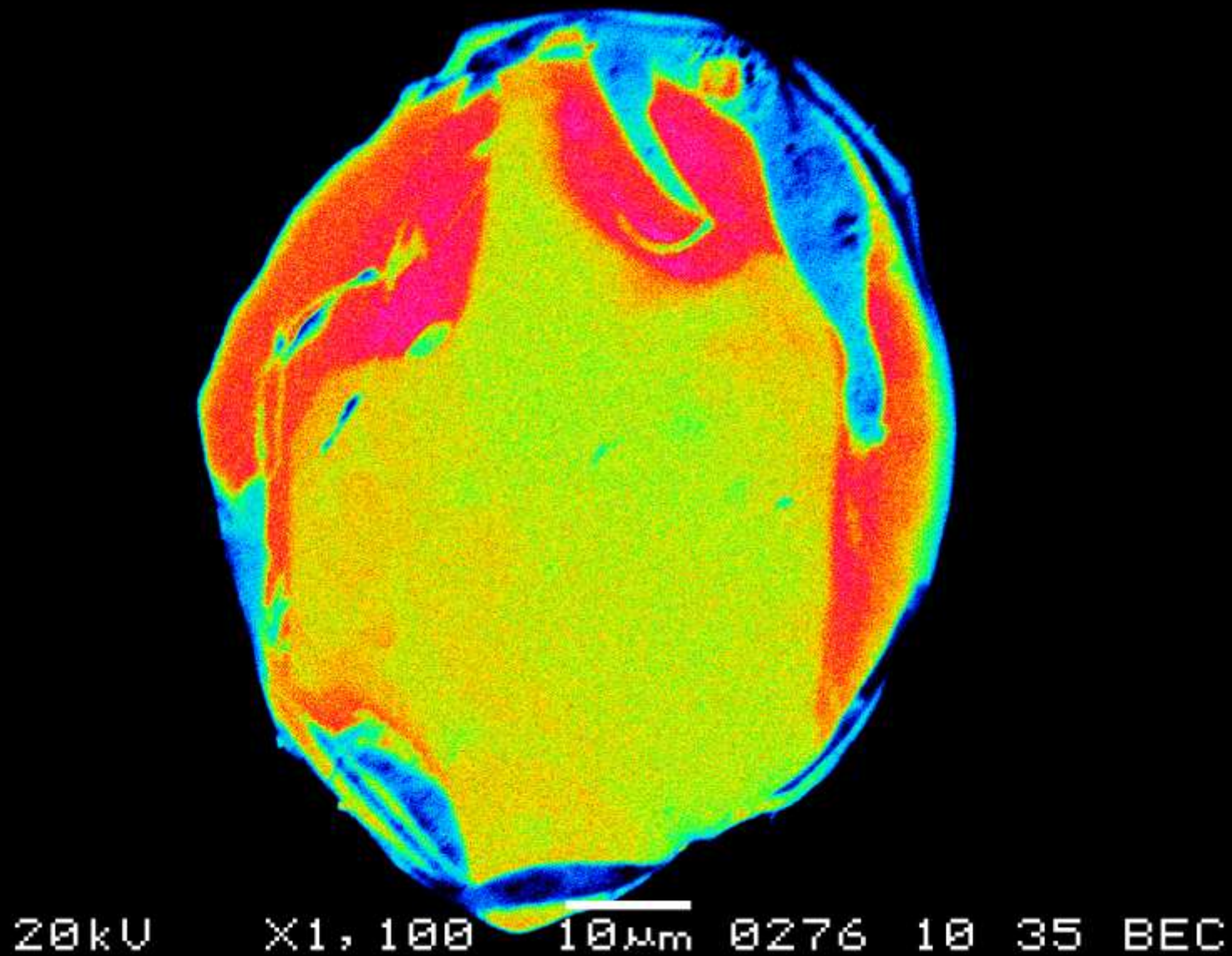
0107

10

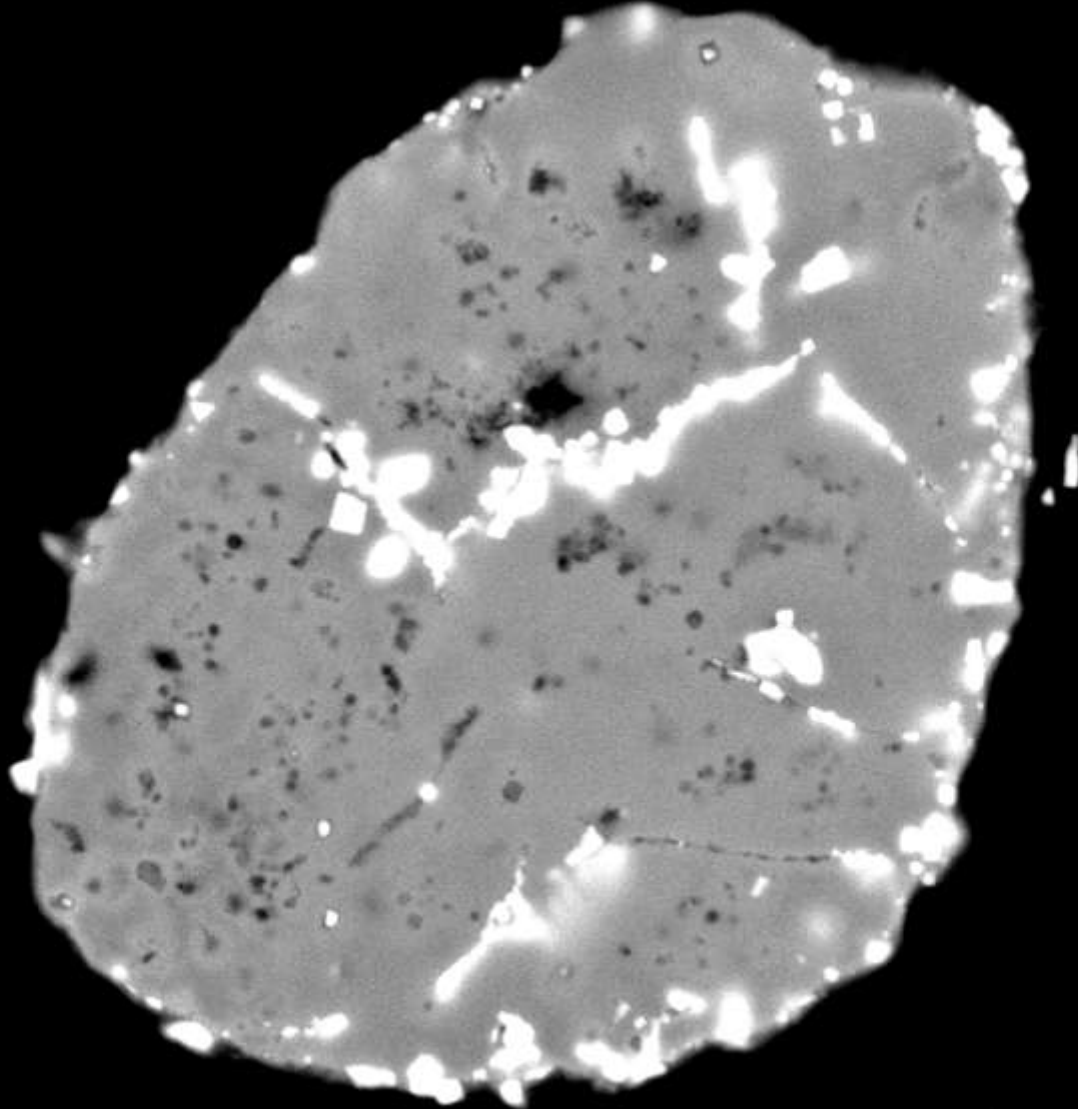
36

BEC

Монацит мозаично-блокового строения (гранулиты ВКМ)

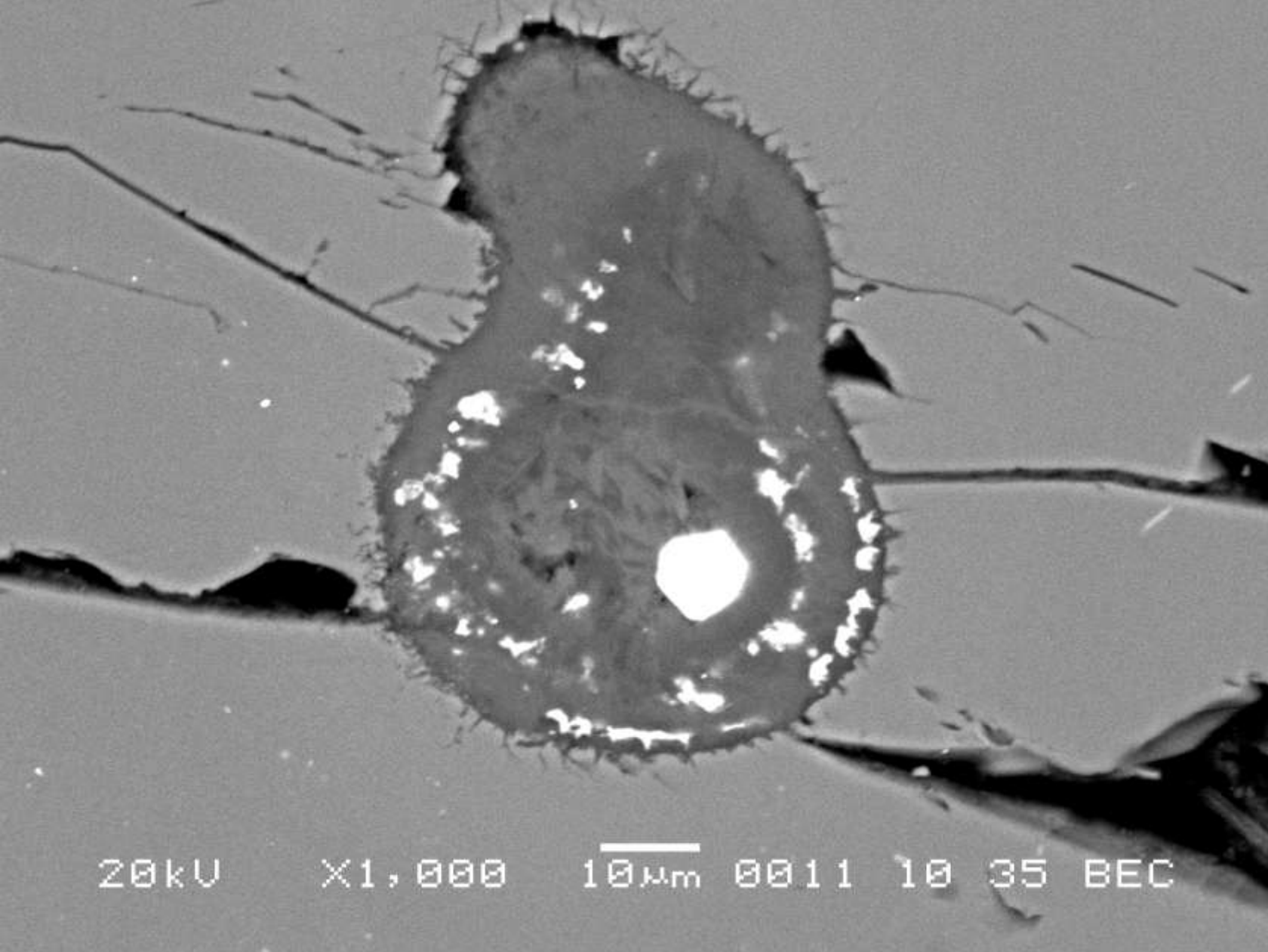


Химическая зональность (Th-U-Pb) в зерне монацита (метапелиты ВКМ)

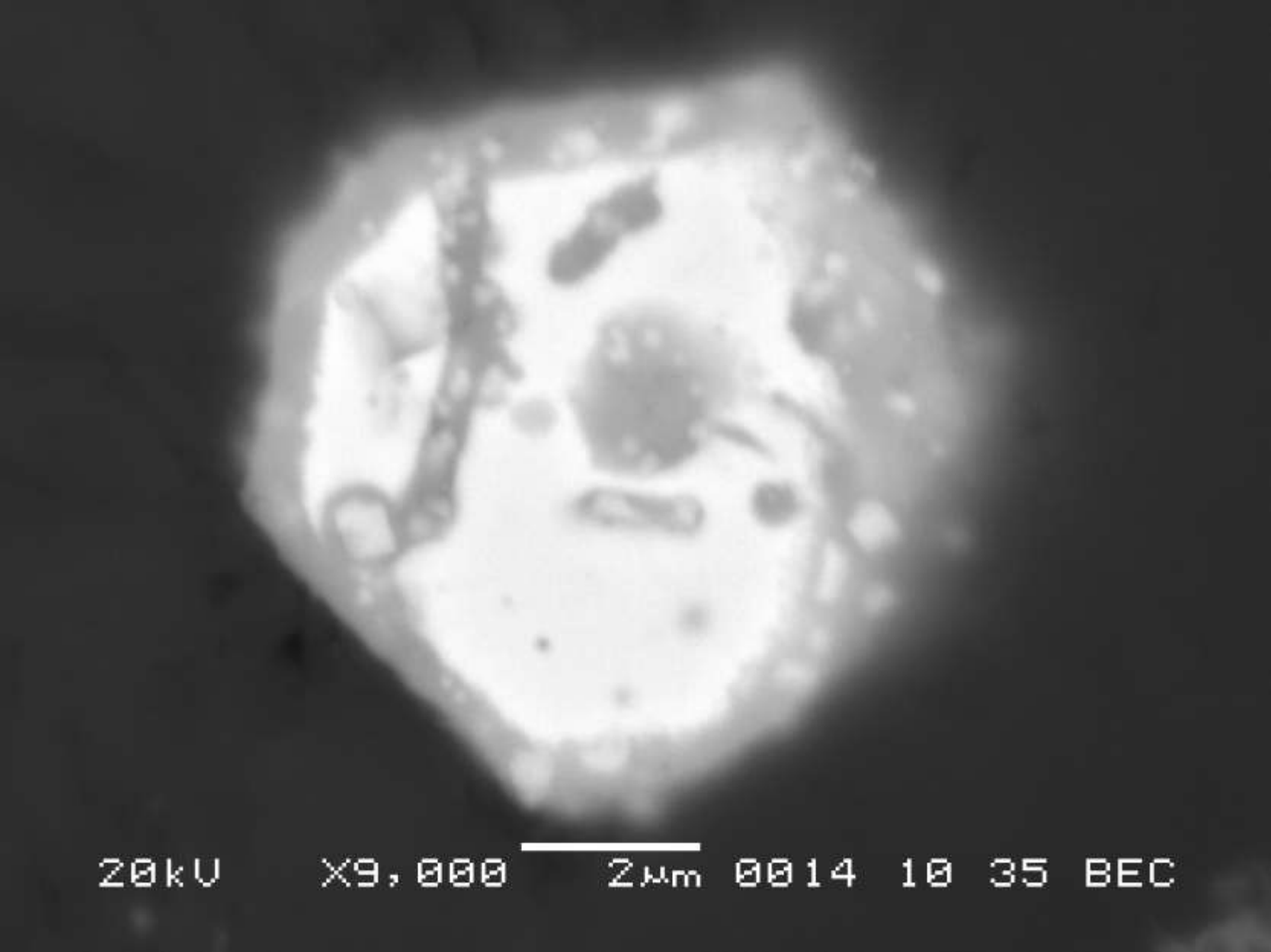


20kV X4,000 5μm 0108 10 36 BSE

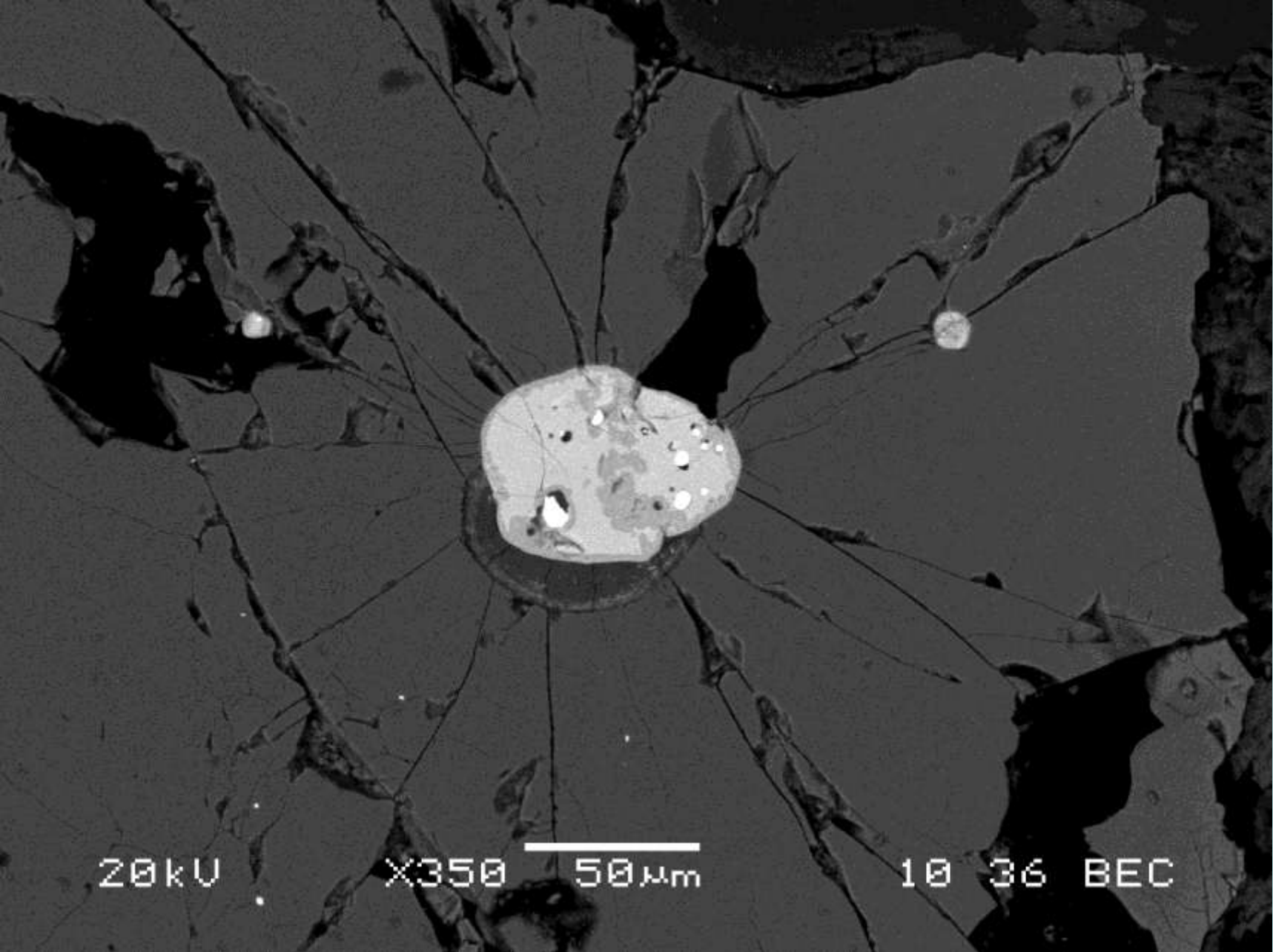
Ксенотим с включениями галенита (гранулиты ВКМ)



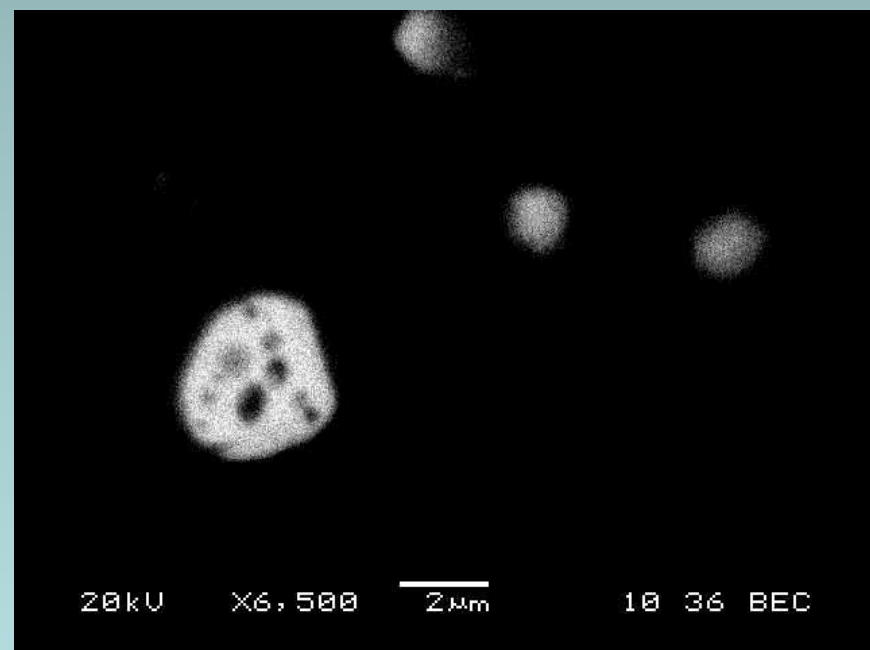
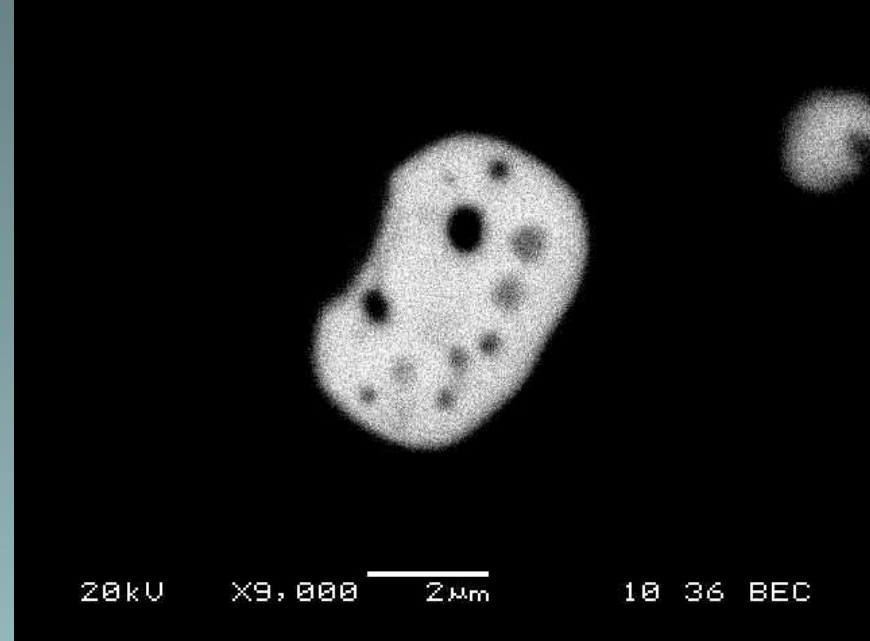
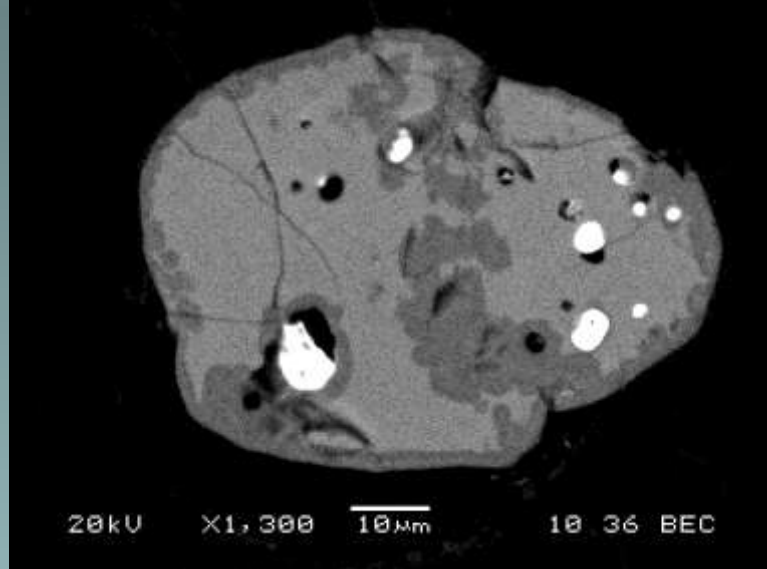
Хлоритовый кластер с уранинитом в гранате (гранулиты ВКМ)



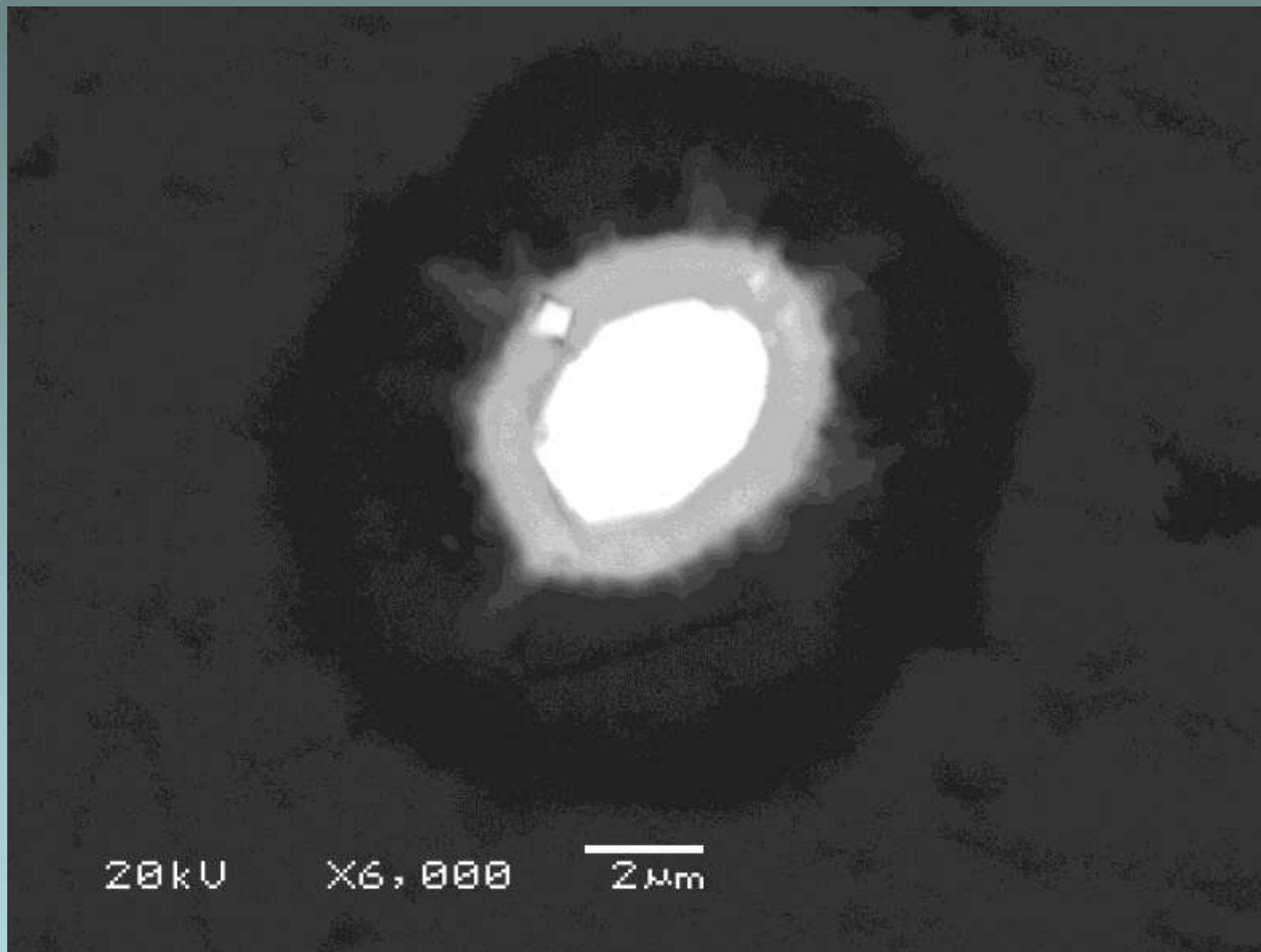
Уранинит (увеличенный участок предыдущего слайда)



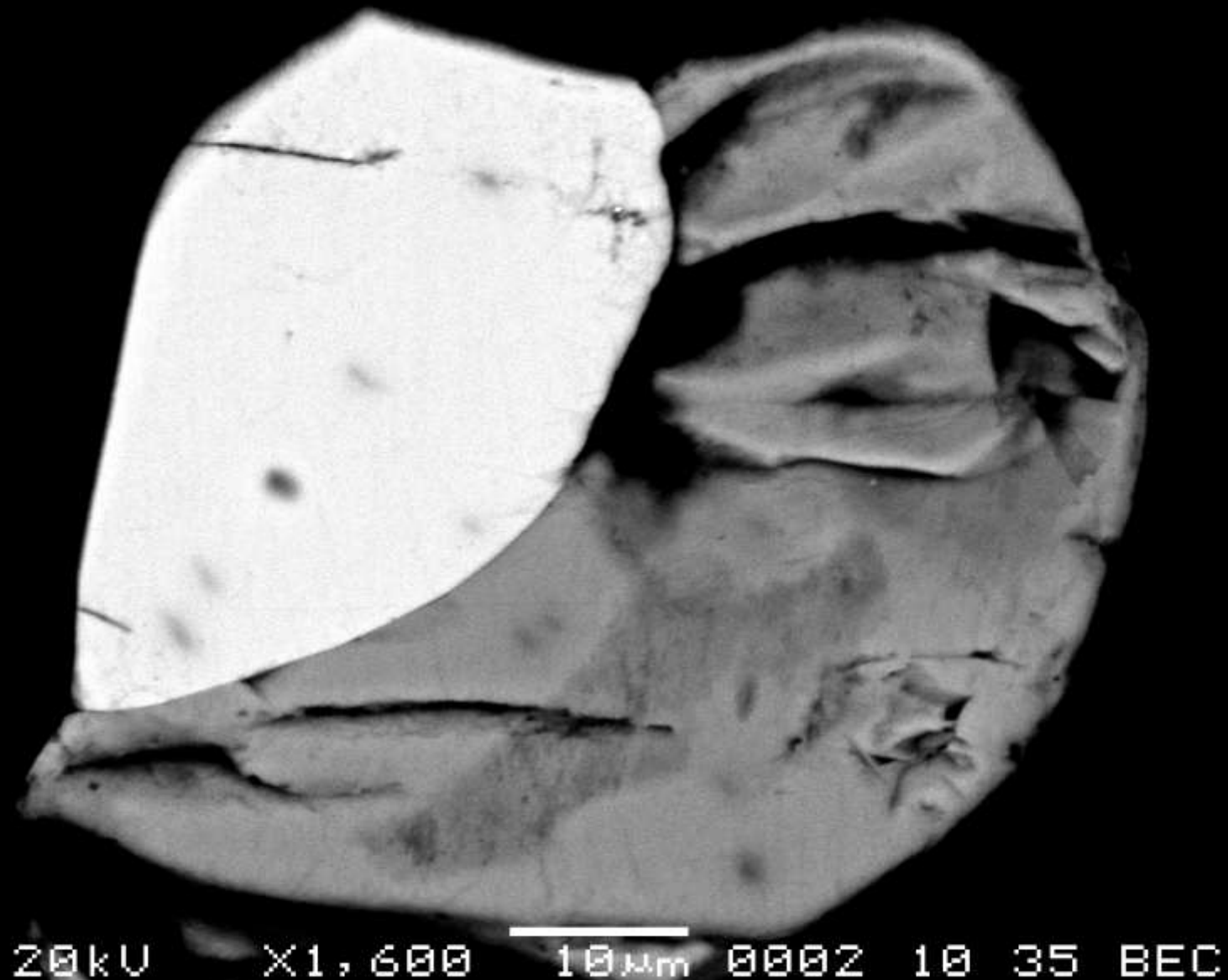
Циркон с включениями уранинита находящийся в гранате



Зерна уранинита тоже содержат включения



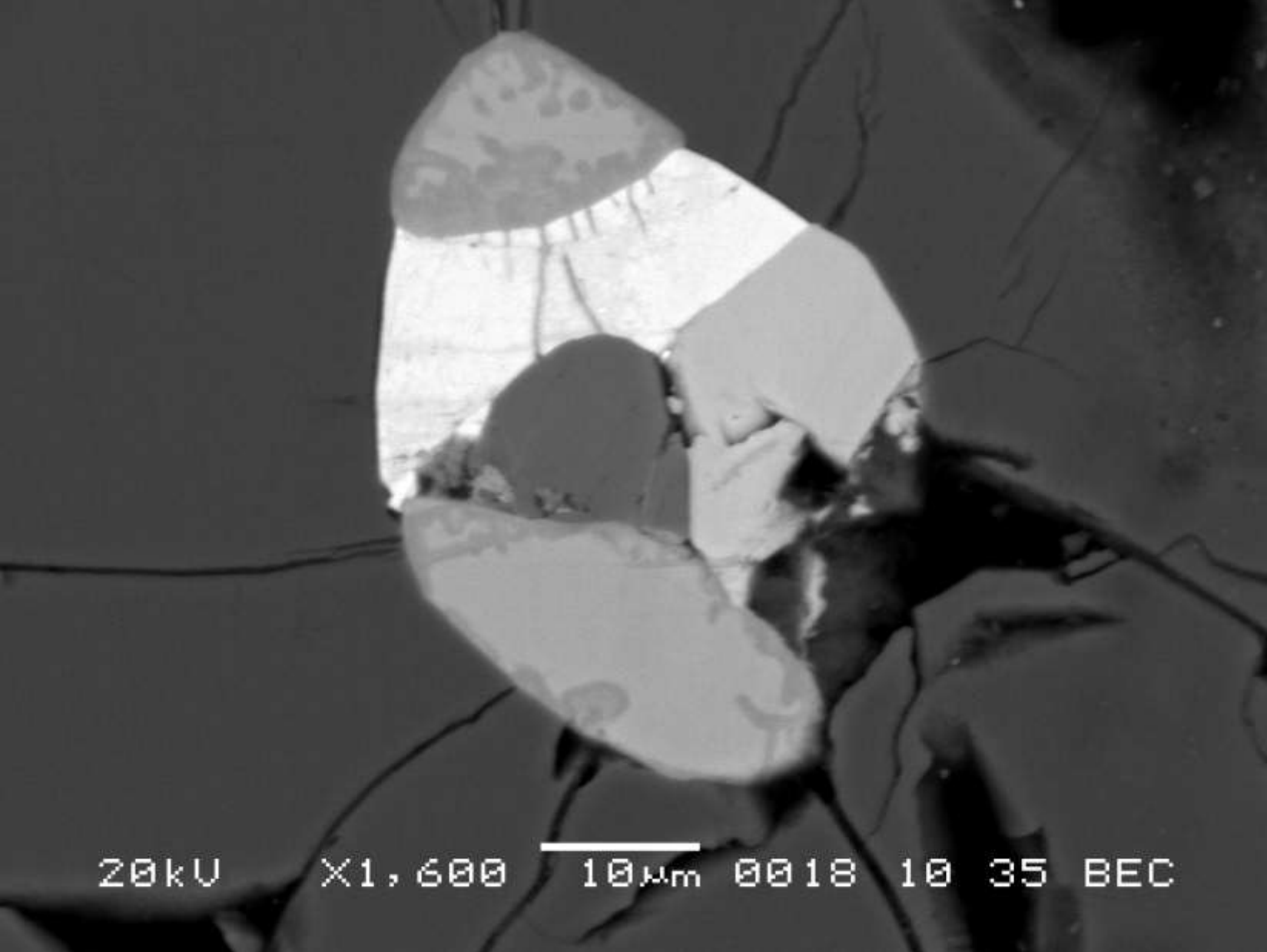
Химический аналог плеохроичных «двори́ков» в уранините



Срастание монацита и ксенотима (УНТ -гранулиты ВКМ)

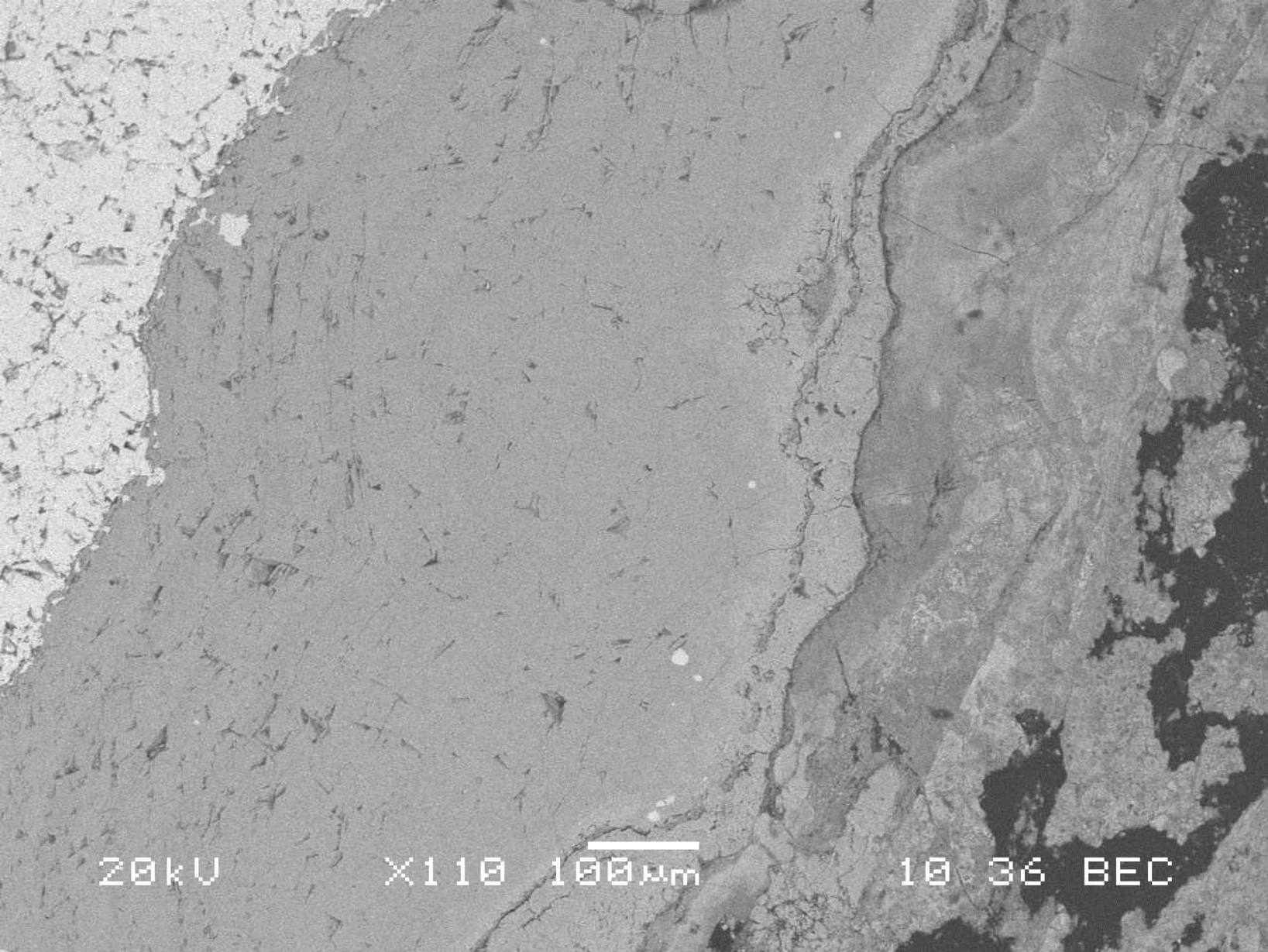


Срастание монацита и циркона

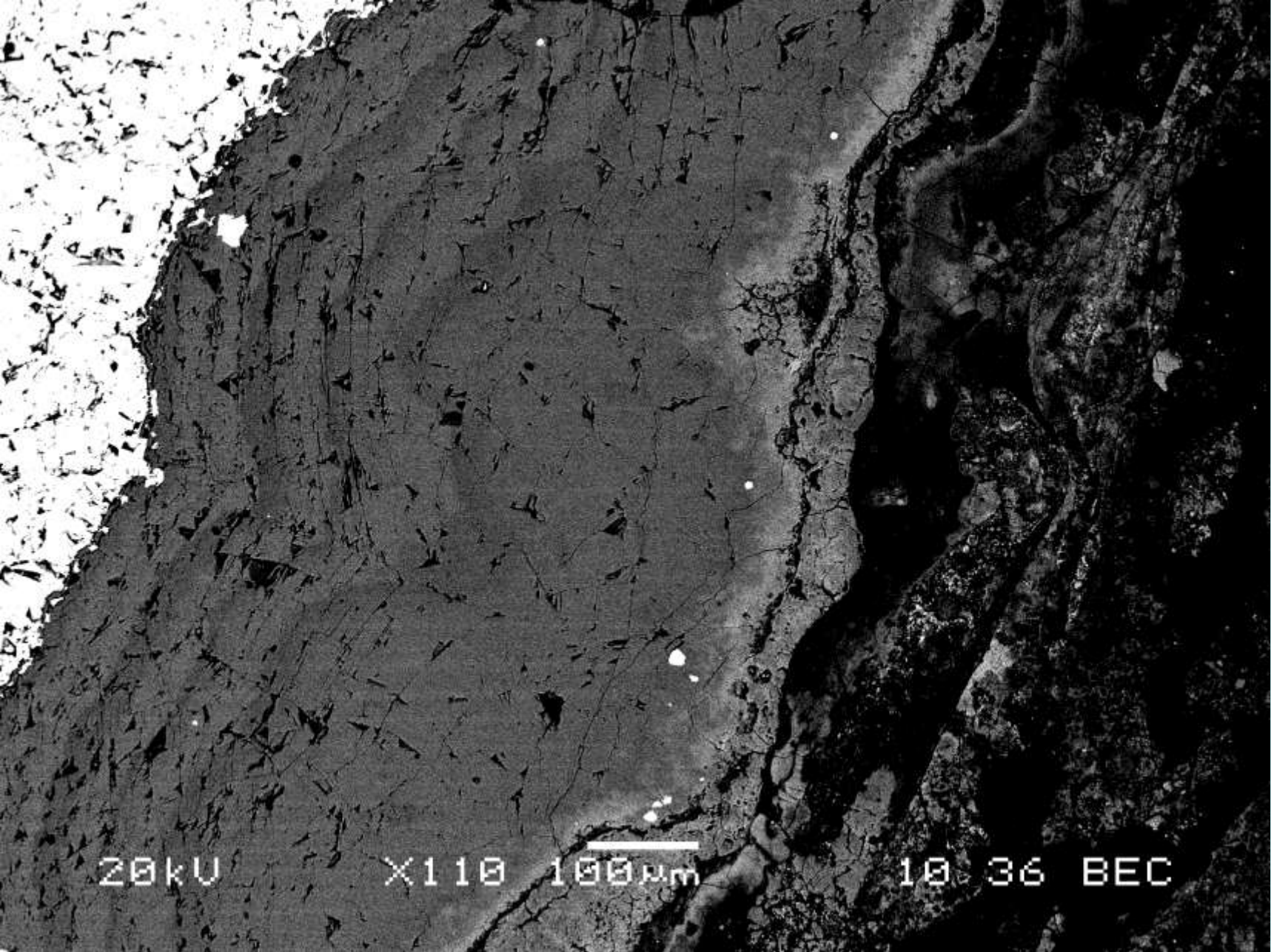


Срастание монацита, ксенотима, циркона и рутила находящиеся в гранате (УНТ-гранулит ВКМ). Подобные срастания могут быть использованы в качестве термохронометров

Примеры различного подхода к анализу



Гидроокислы железа из коры выветривания железистых кварцитов КМА



20kV

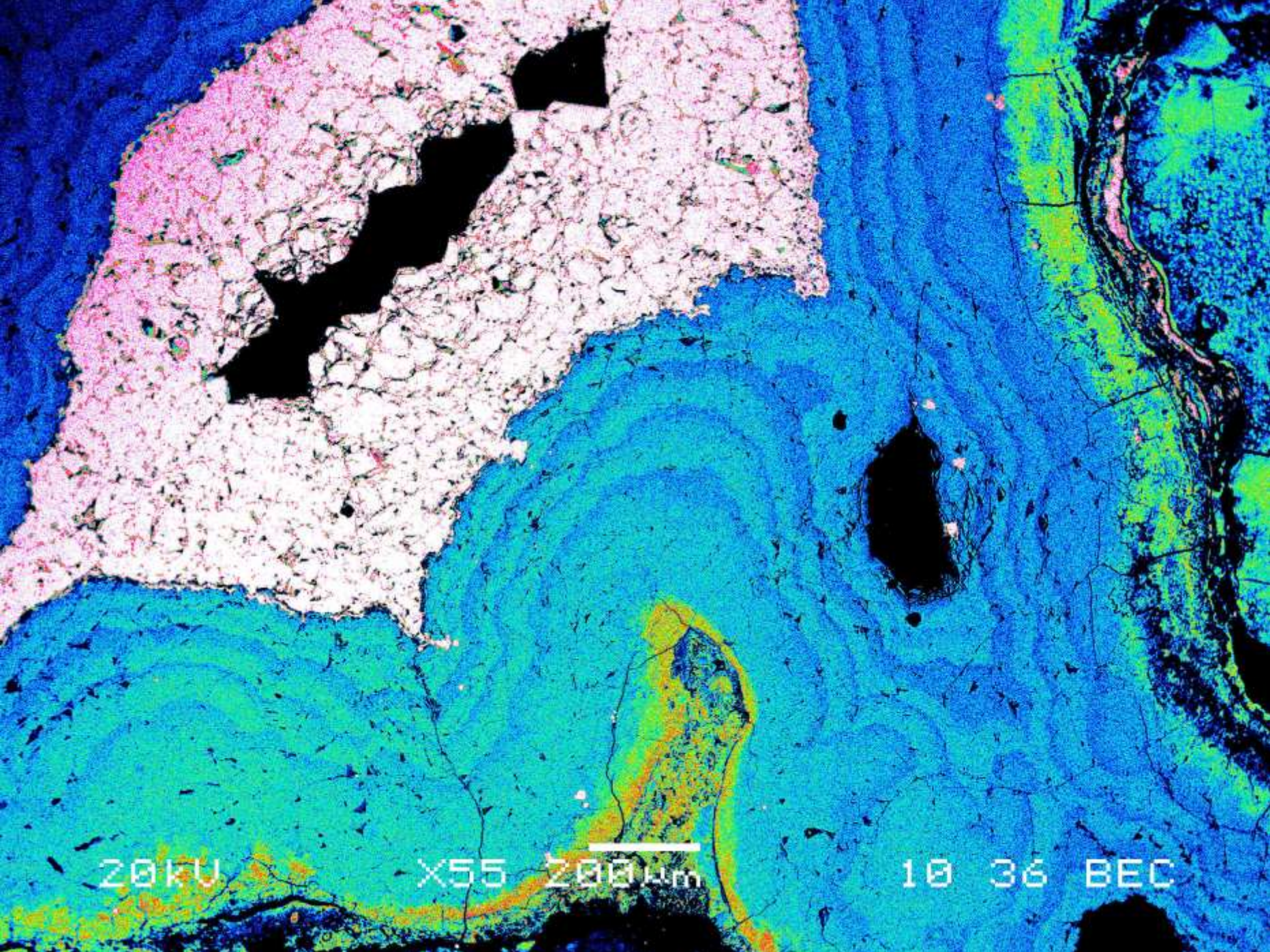
X110

100µm

10 36

BEC

Тоже при высококонтрастном сканировании



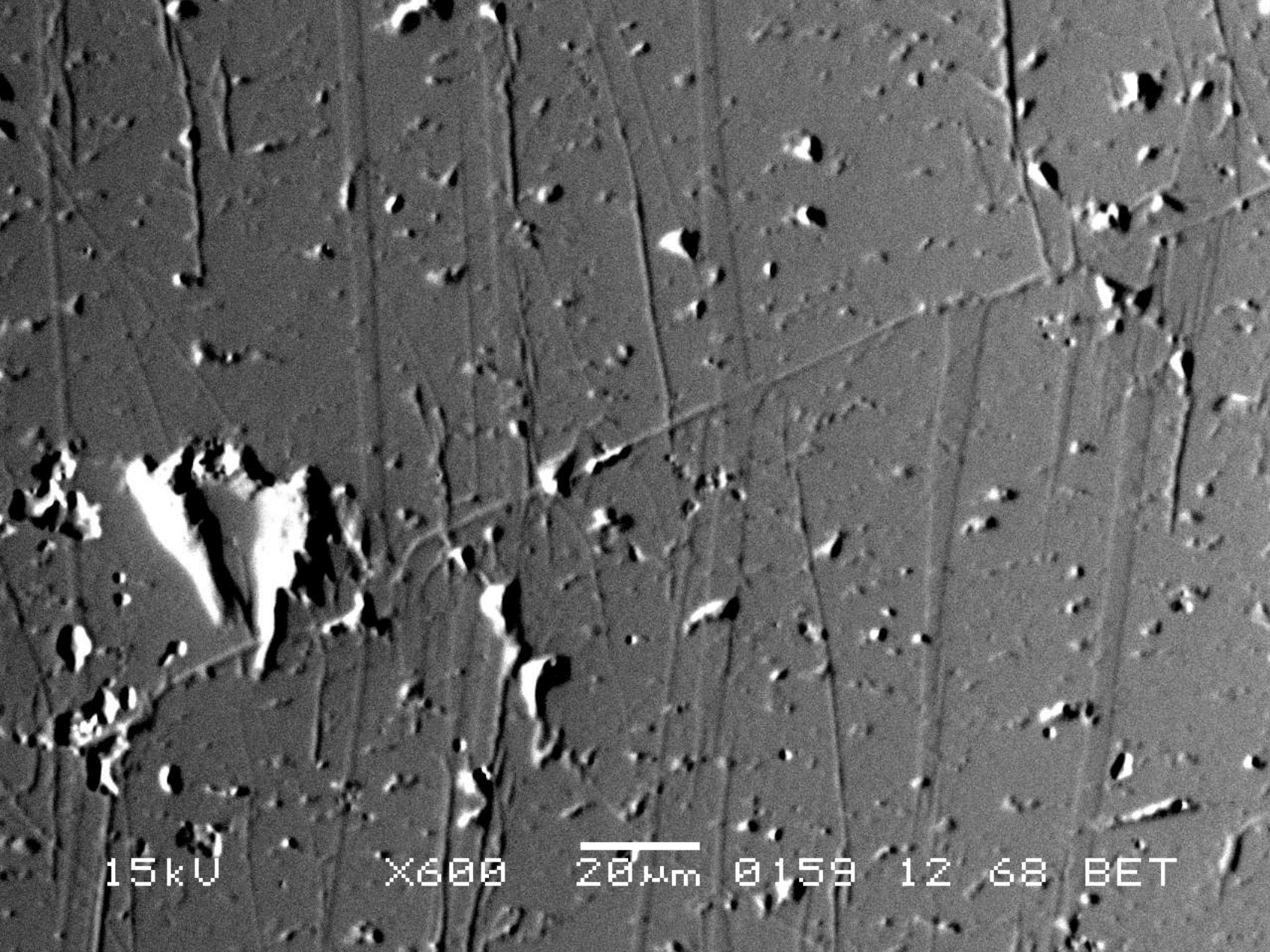
20KV

X55 200µm

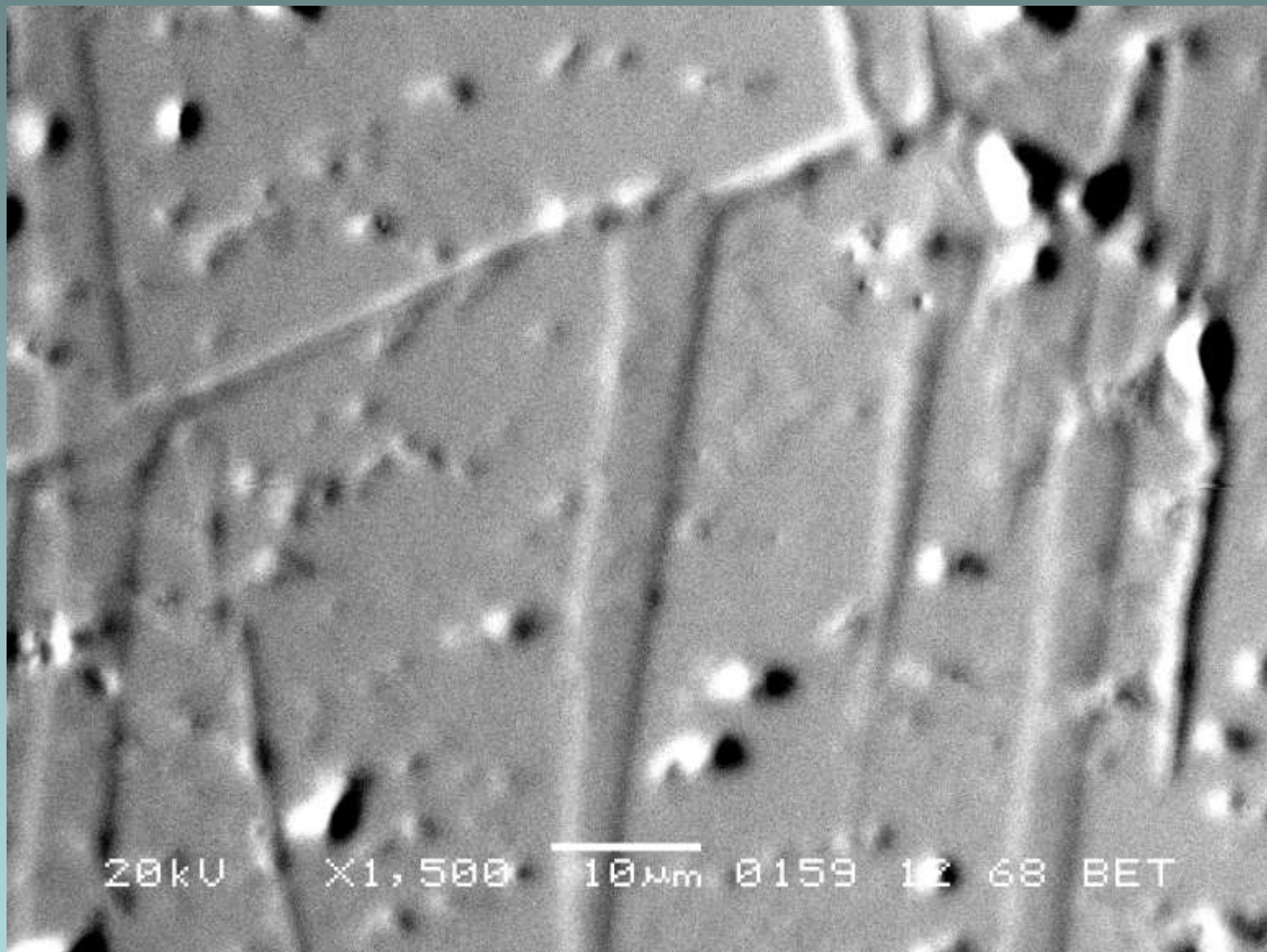
10 36 BEC



Поверхность шлифа со структурами распада при BSE сканировании

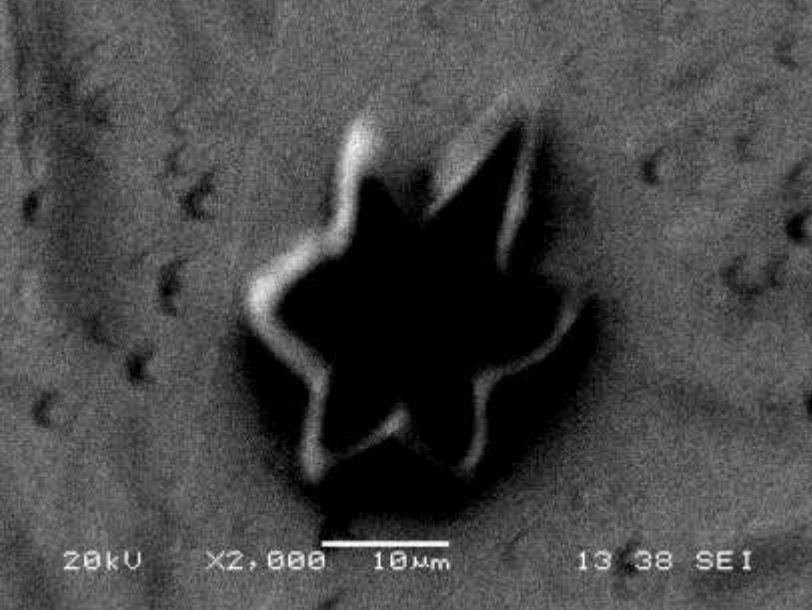


Тоже при сканировании рельефа поверхности



Отрицательный рельеф может затруднить проведение химического анализа

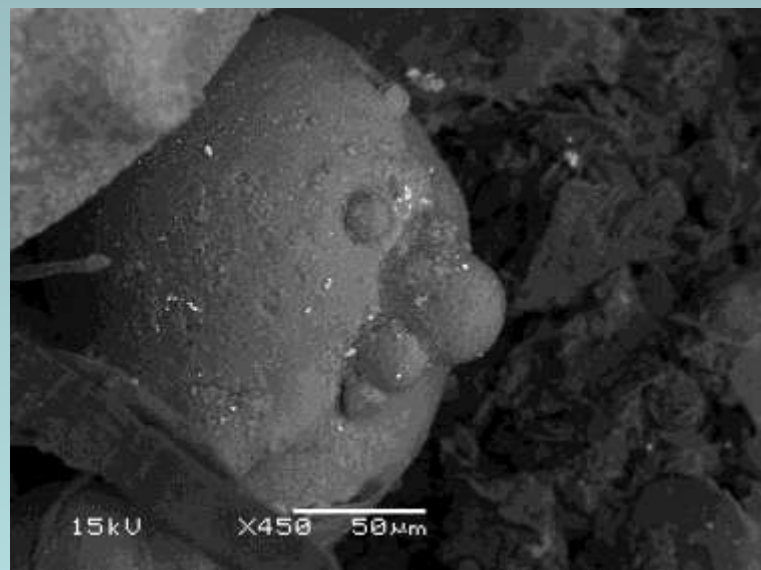
Что только не повстречаешь под
детекторами электронного микроскопа



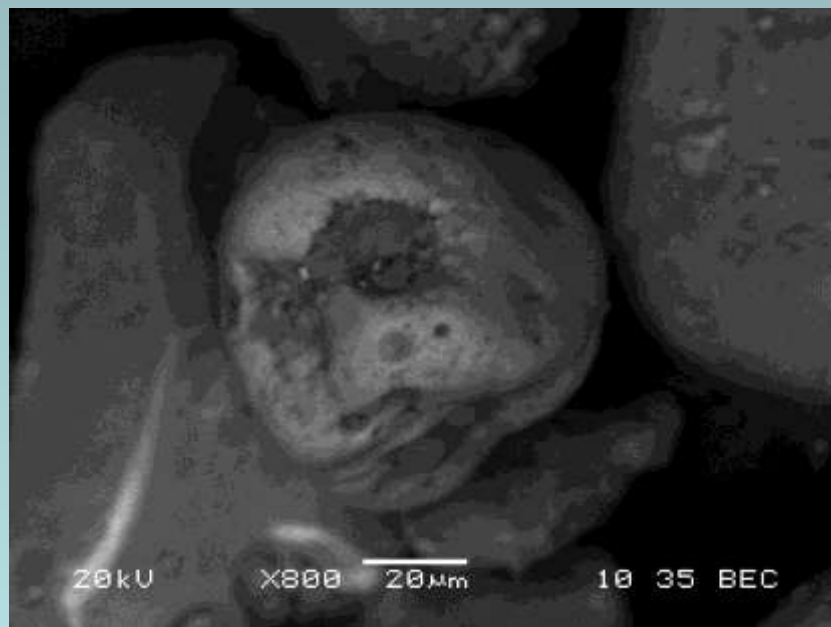
Звезды



Кресты

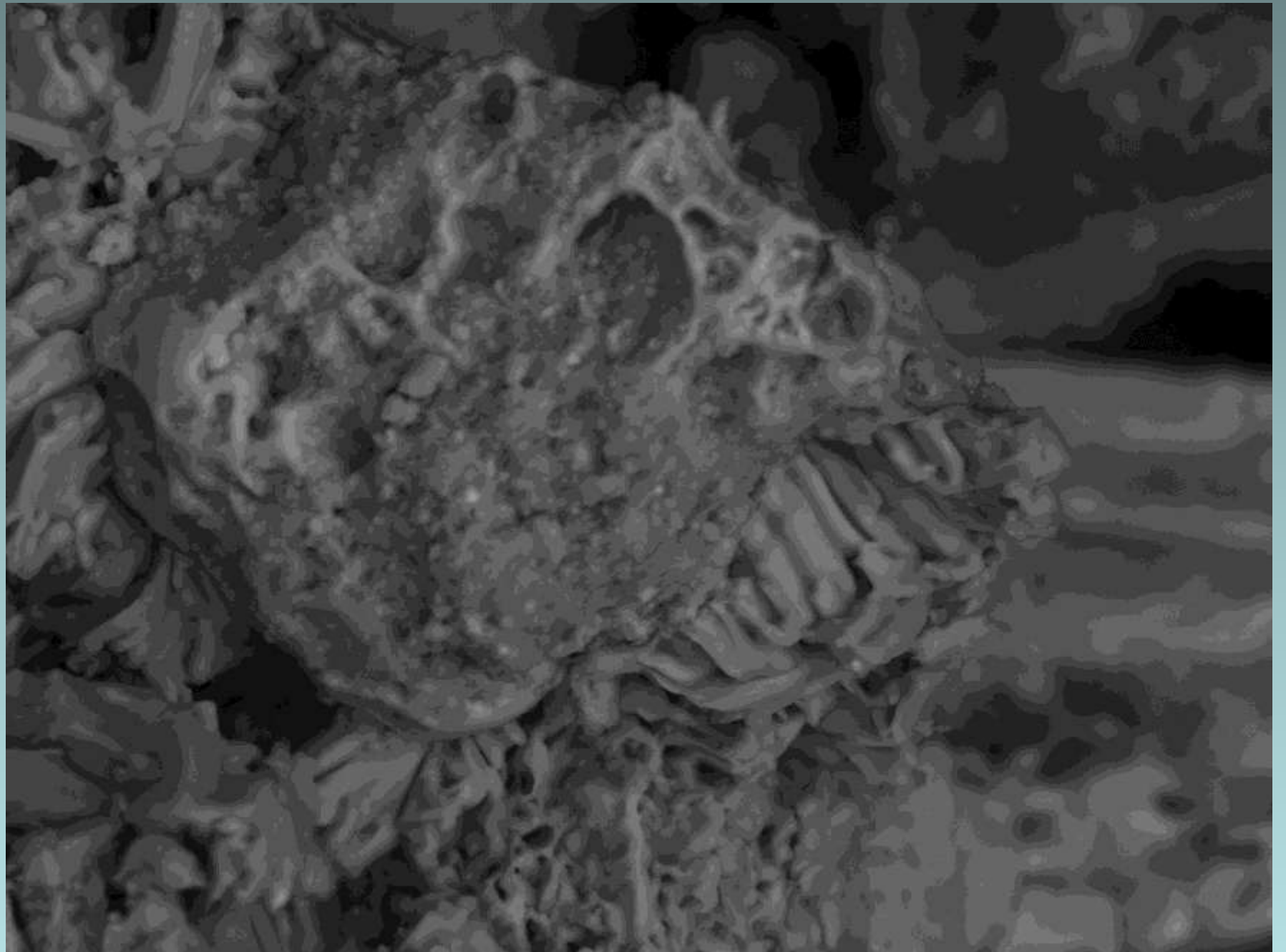


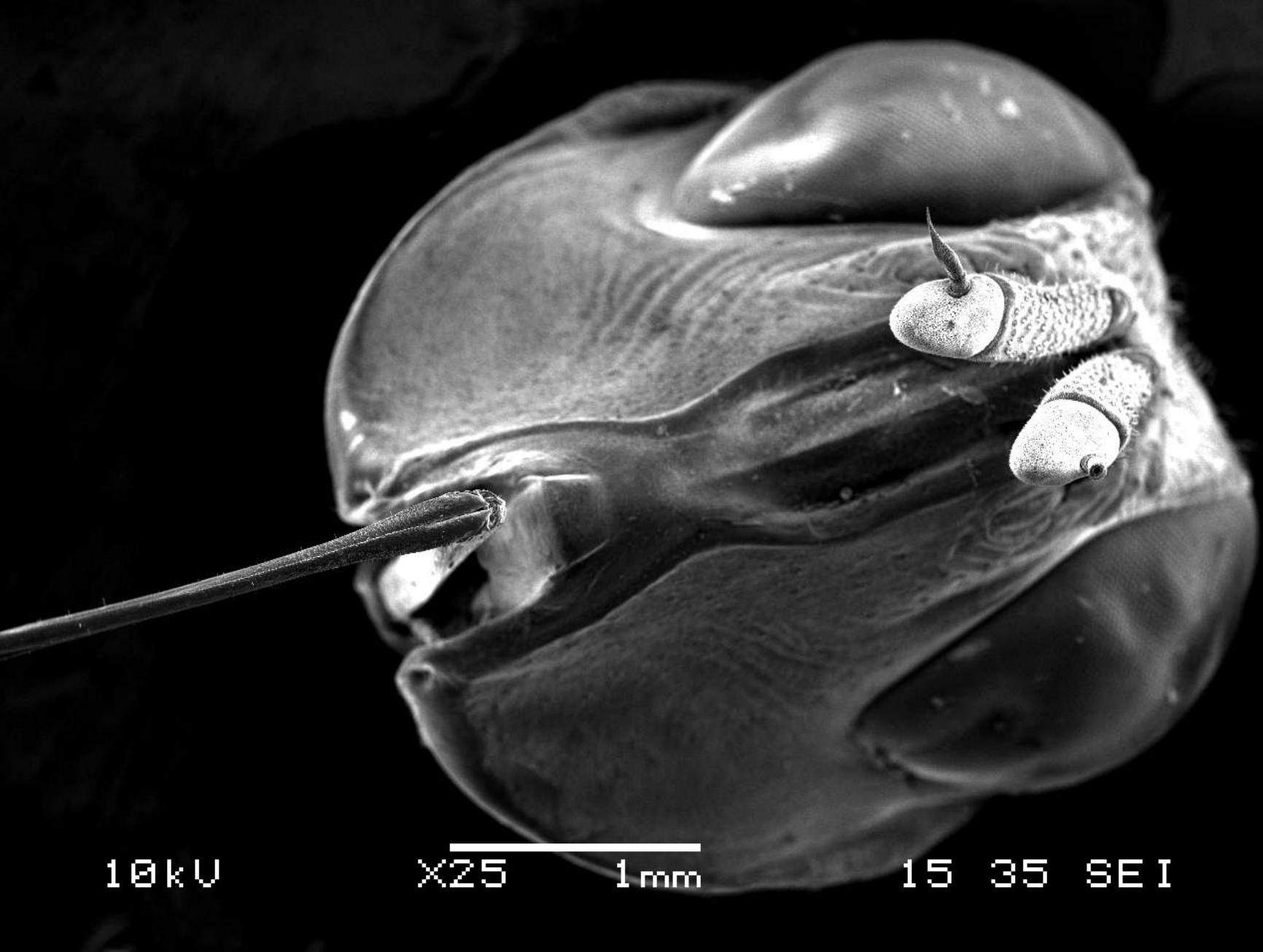
Лица



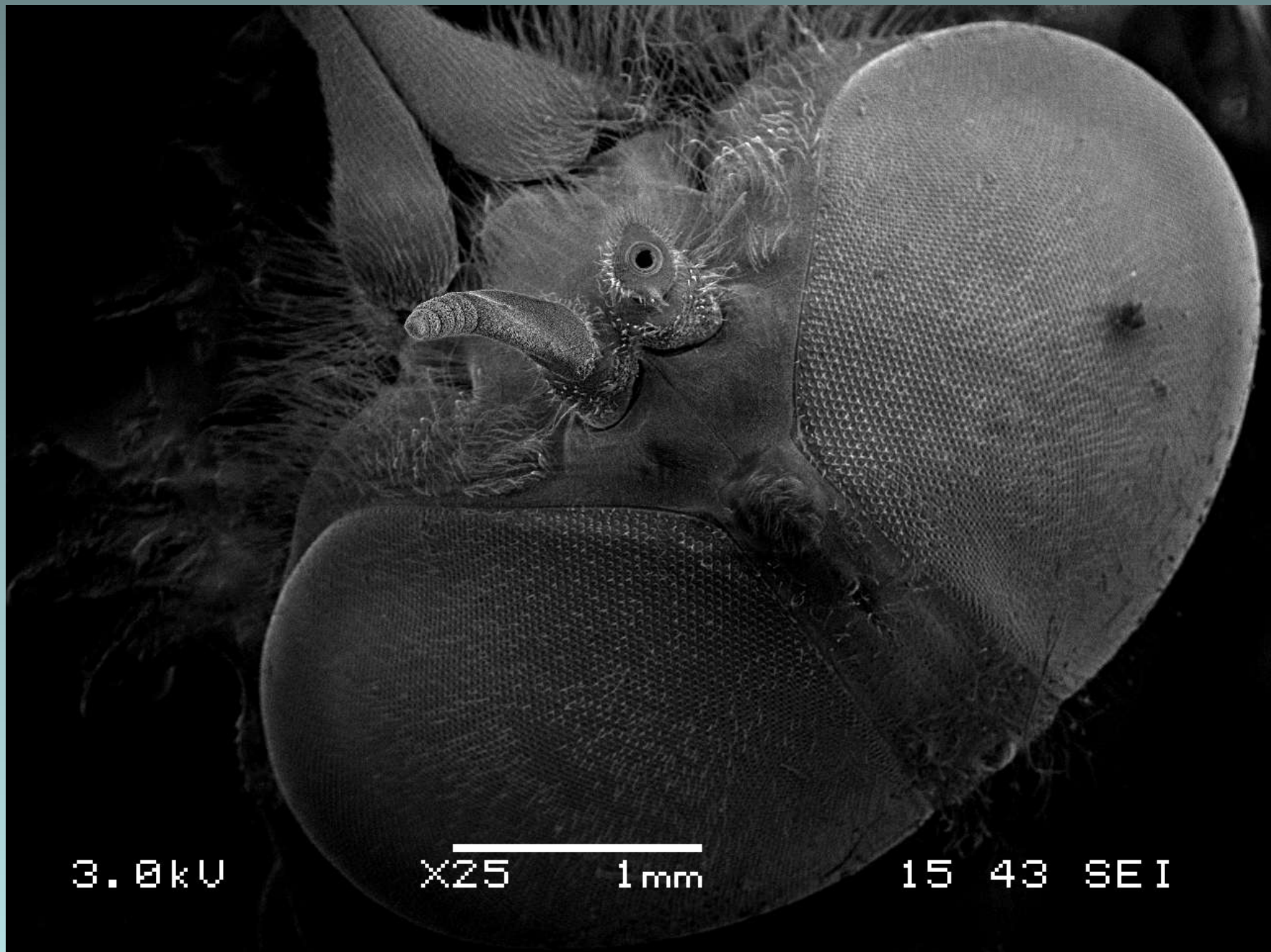


Даже окаменелого фараона в египетских копролитах обнаружили





Насекомые



3.0kV

X25

1mm

15 43 SEI

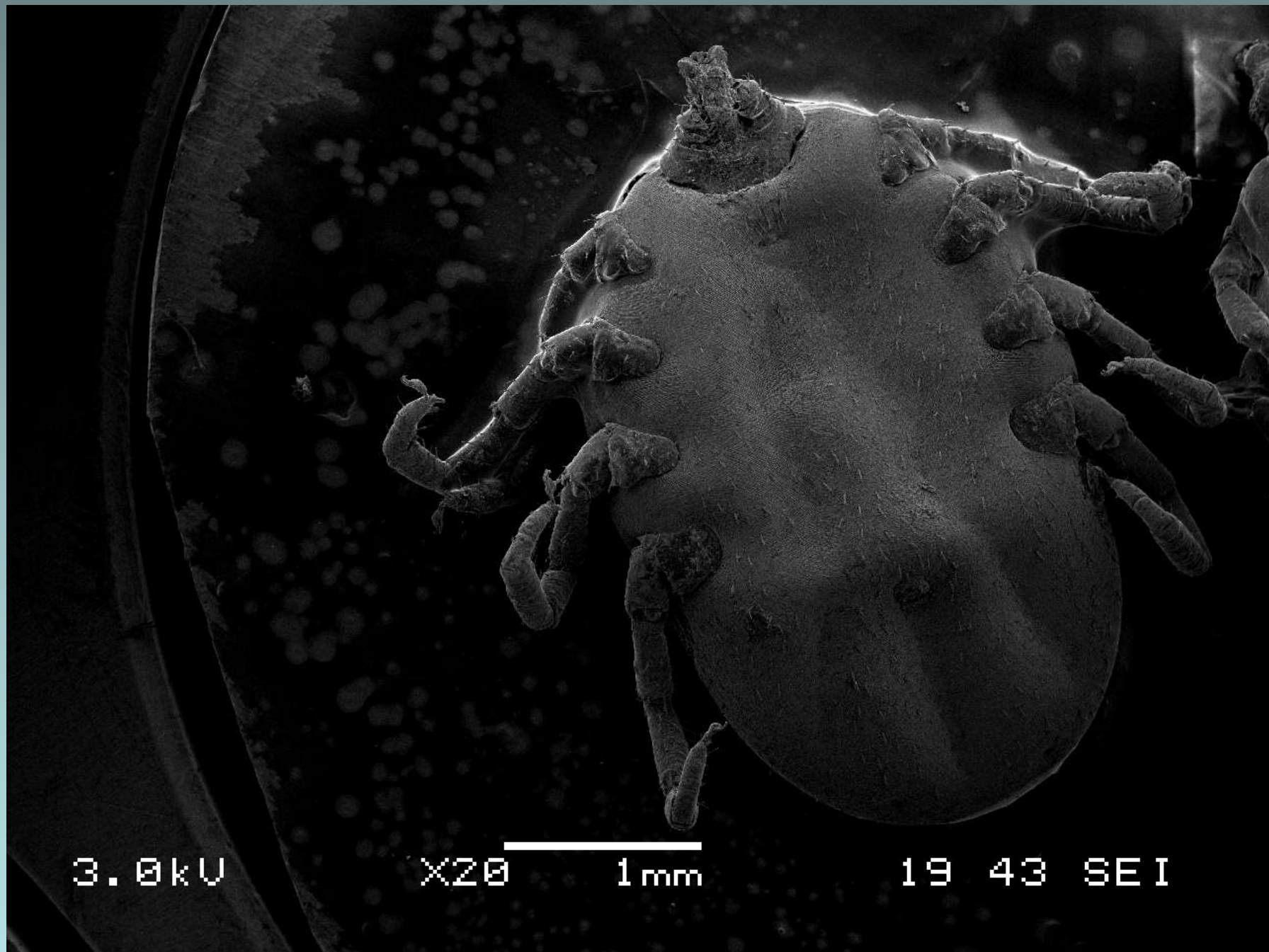


3.0kV

X30 500µm

18 43 SEI





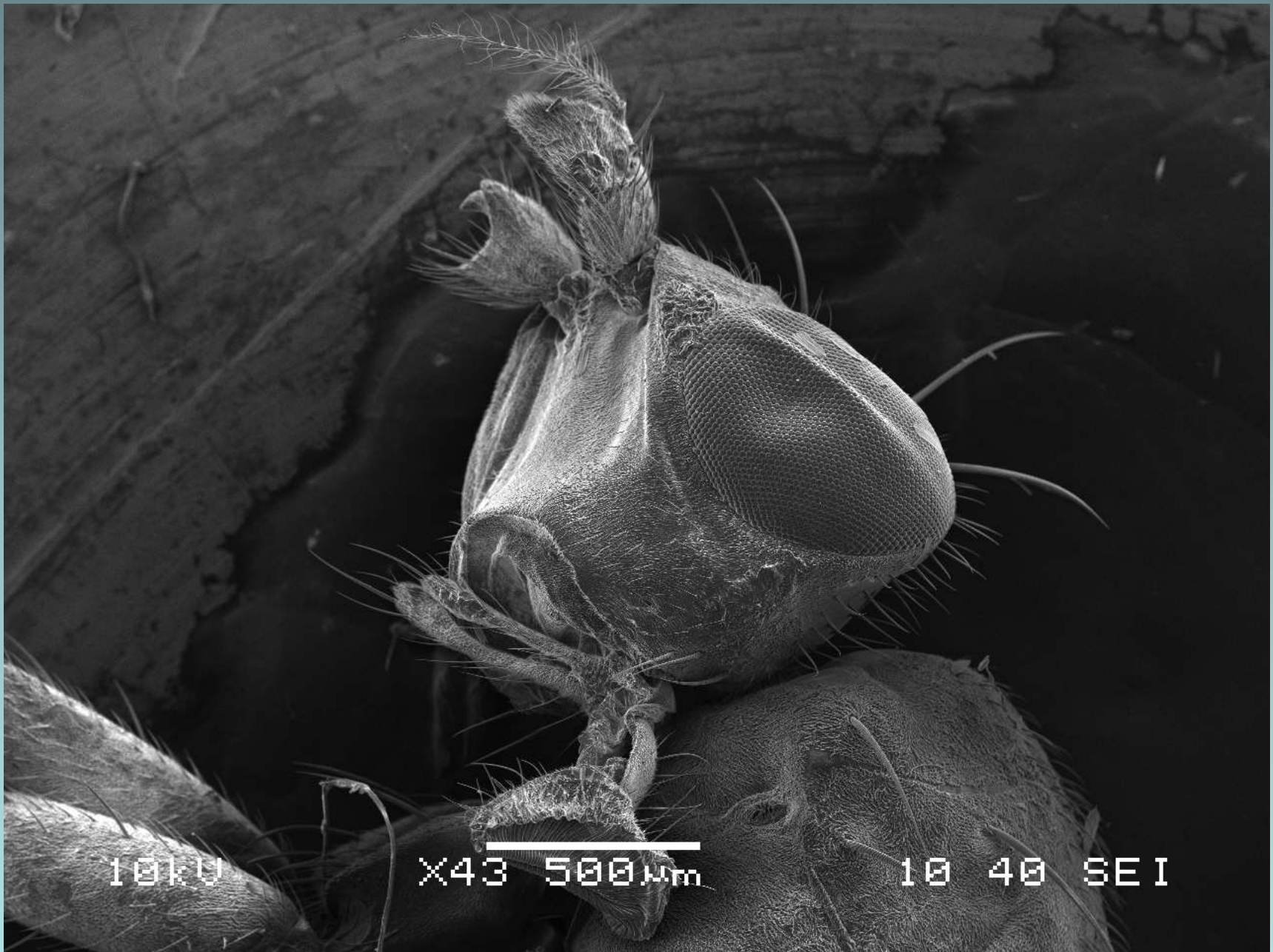
3.0kV

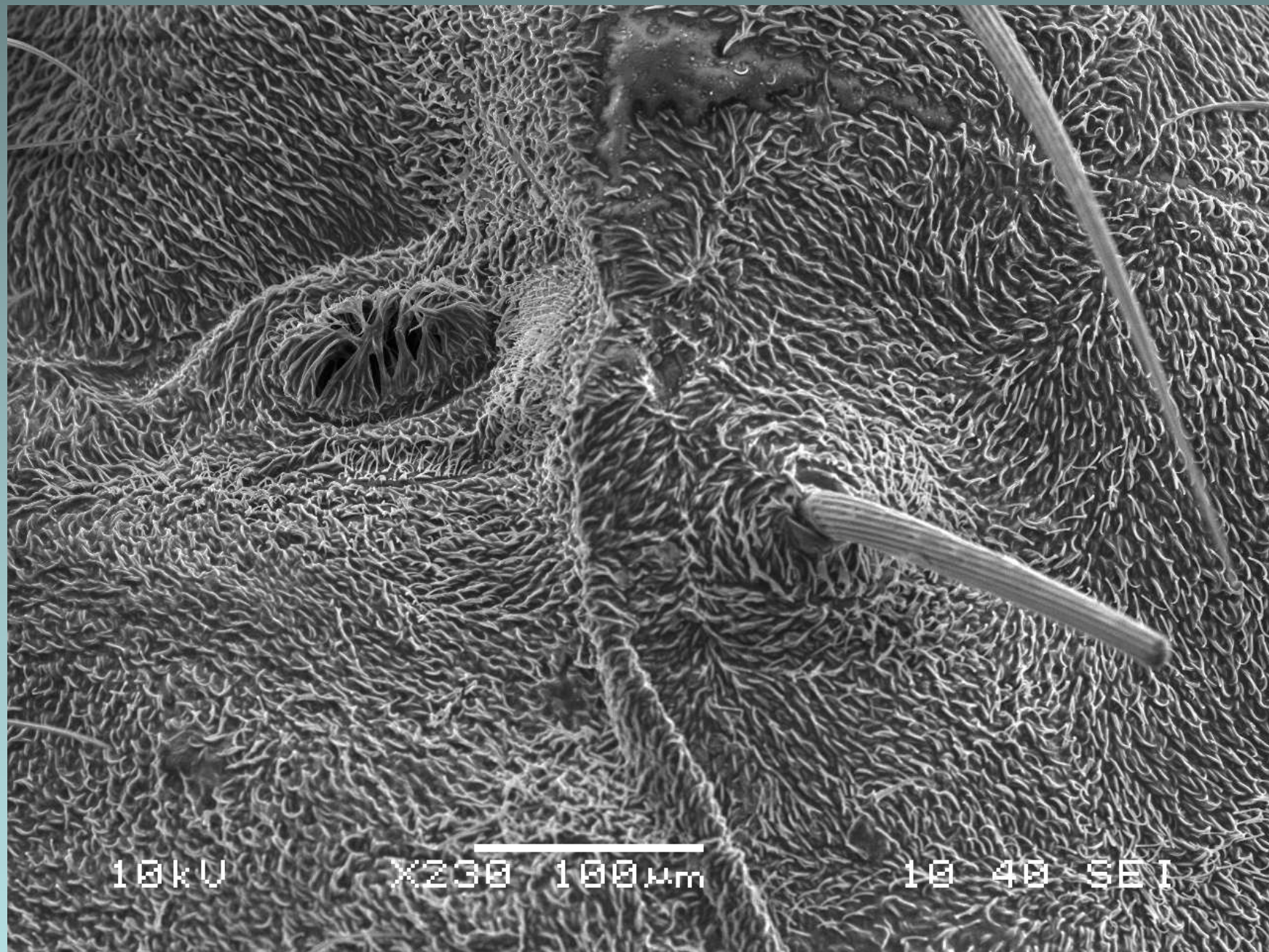
X20

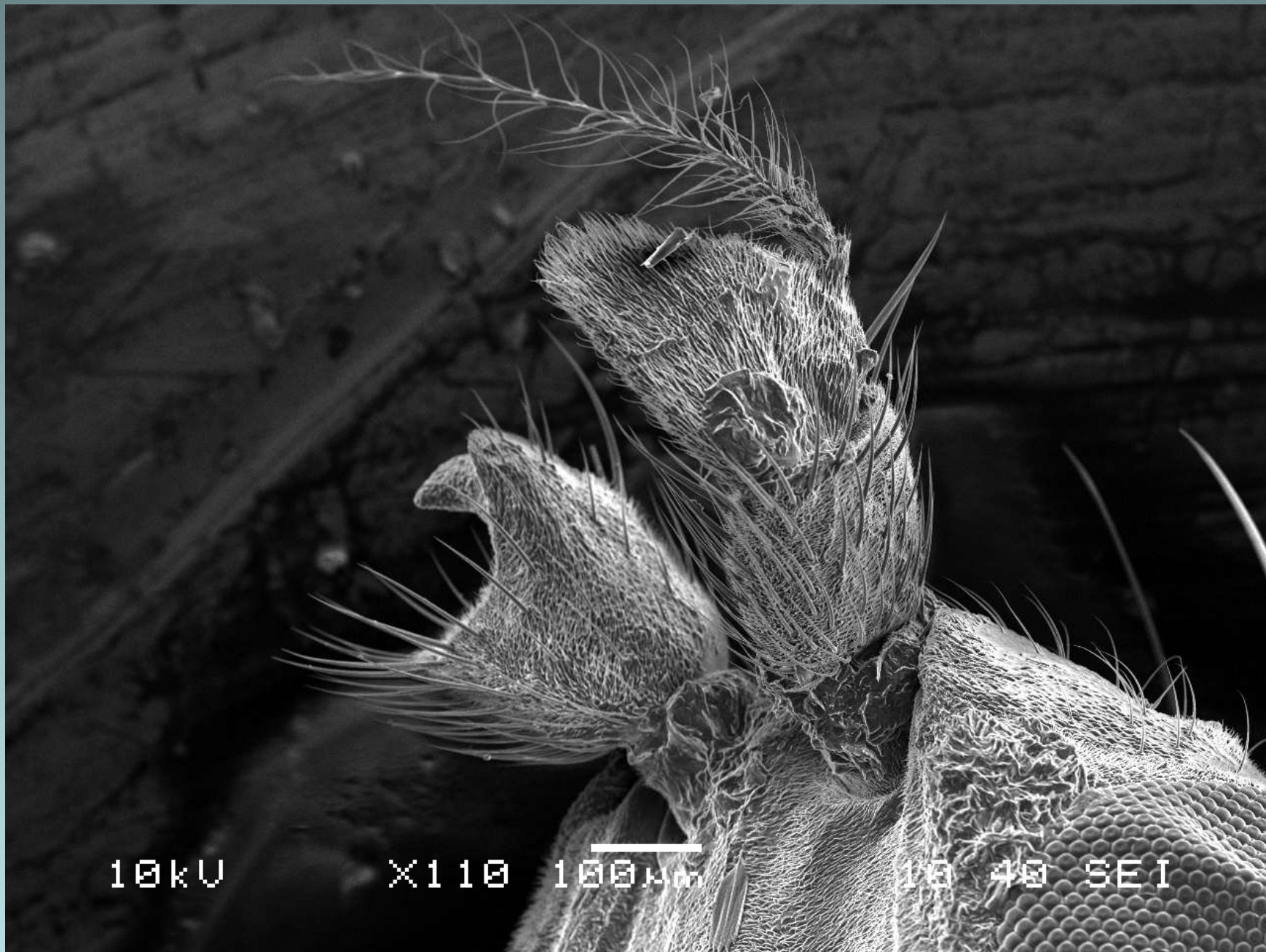
1mm

19 43 SEI









Пути развития

- **Получение микрофотографий отражающих особые свойства минералов (изображения на основе магнитного контраста, каналирование электронов, катодолюминесцентные изображения)**
- **Увеличение пределов обнаружения элементов-примесей в минералах за счет использования правильно подобранных природных эталонов**

Законы Мерфи в рентгеноспектральном микроанализе

- Нестабильность тока электронного зонда имеет место только в процессе количественного анализа и никогда не наблюдается при измерении тока зонда
- При наклоне образца на угол более 30° , электроны будут скатываться с него и засорять вакуумную систему
- Чем хуже поверхность образца, тем лучше результаты количественного анализа
- Количественный анализ получается лучше всего на образцах чистых элементов
- В любом образце присутствуют все элементы, но с содержаниями ниже предела обнаружения
- Вероятность обнаружения Ar в образце падает с ростом опыта работы оператора
- Чем выше быстродействие компьютера, тем выше качество анализа
- Аксиома Ньюбери (Newbury): электроны хитры и злобны