

П. Д. Котлер, И. Ю. Сафонова



# ПРОБОПОДГОТОВКА ГОРНЫХ ПОРОД И МИНЕРАЛОВ ДЛЯ ГЕОХИМИЧЕСКИХ И ГЕОХРОНОЛОГИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ





МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НОВОСИБИРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

Геолого-геофизический факультет

Лаборатория эволюции палеоокеанов и мантийного магматизма

П. Д. Котлер, И. Ю. Сафонова

**ПРОБОПОДГОТОВКА ГОРНЫХ ПОРОД И МИНЕРАЛОВ  
ДЛЯ ГЕОХИМИЧЕСКИХ И ГЕОХРОНОЛОГИЧЕСКИХ  
ИССЛЕДОВАНИЙ**

Методическое пособие

по работе с оборудованием для измельчения проб и сепарации цирконов  
в Центре пробоподготовки Лаборатории эволюции палеоокеанов  
и мантийного магматизма ГГФ НГУ

Новосибирск  
2019

УДК 550.4.07 + 550.4.08

ББК 26.30+26.31+35.116

К734

Рецензент

д-р геол.-минер. наук А. Э. Изох

**Котлер, П. Д.**

К734 Пробоподготовка горных пород и минералов для геохимических и геохронологических исследований / П. Д. Котлер, И. Ю. Сафонова ; Новосиб. гос. ун-т. – Новосибирск : ИПЦ НГУ, 2019. – 40 с.

ISBN 978-5-4437-0963-5

В пособии приведены методические рекомендации по пробоподготовке горных пород и минералов для геохимических, минералогических и геохронологических исследований на примере Центра пробоподготовки геолого-геофизического факультета Новосибирского государственного университета, созданного в рамках мегагранта Правительства РФ № 14.Y26.31.0018.

Рекомендуется для лаборантов и научных сотрудников академических институтов, университетов и иных организаций, занимающихся исследованиями в области наук о Земле.

УДК 550.4.07 + 550.4.08

ББК 26.30+26.31+35.116

ISBN 978-5-4437-0963-5

© Новосибирский государственный университет, 2019

© П. Д. Котлер, И. Ю. Сафонова, 2019

## Оглавление

<b>Введение</b> .....	4
<b>Часть 1. Пробоподготовка – Линия 1</b> .....	5
1.1. Дробление крупных проб .....	5
1.2. Распил образцов .....	6
1.3. Дробление проб .....	8
1.4. Тонкое измельчение .....	10
1.5. Просеивание .....	13
<b>Часть 2. Сепарация – Линия 2</b> .....	16
2.1. Промывка проб .....	16
2.2. Магнитная сепарация .....	17
2.3. Сепарация в тяжелых жидкостях .....	18
2.4. Фильтрация тяжелой жидкости .....	22
2.5. Отбор монофракций. Работа с микроскопом / биноклем .....	24
<b>Часть 3. Изготовление и обработка шашек – Линии 2 и 3</b> .....	28
3.1. Приготовление формы для заливки шашек .....	28
3.2. Эпоксидная смола и заливка шашек .....	29
3.3. Шлифовка и полировка шашек, углеродное напыление .....	32
<b>Часть 4. Получение катодолуминесцентных изображений – Линия 4</b> .....	37

## Введение

Аналитические исследования, в первую очередь геохимические и геохронологические, играют важнейшую роль в науках о Земле. Без данных о составе породообразующих и редких элементов в породах и минералах и микронановключениях в них, об их изотопном составе, изотопном возрасте пород невозможны современные фундаментальные и прикладные геологические исследования. Но недостаточно просто получить аналитические данные. Надо обеспечить их высокую достоверность, которая зависит от чистоты исходного материала, например, порошка горных пород, мономинеральных фракций и т.д. Иначе говоря, для получения максимально достоверных результатов по составу и возрасту пород необходима современная высококачественная пробоподготовка. В последние годы во многих научных и образовательных центрах появилось дорогостоящее оборудование для анализа химического и изотопного состава и возраста пород и минералов (установки РФА, ICP MS, одно- и мультиколлекторные масс-спектрометры и т.д.), что можно только приветствовать. При этом качественной подготовке проб для анализа (порошки пород, зерна минералов) уделялось гораздо меньше внимания, хотя именно качество собственно образчика (зерна минералов в шашках, стекла, изготавливаемые из издробленных пород) и определяет качество анализа и, главное, достоверность полученных результатов и сделанных выводов. Если в процессе подготовки пробы была допущена контаминация (засорение) исходного материала чужеродным, если подбор зерен того или иного минерала не был достаточно равномерным или, наоборот, был недостаточно селективным, если внутренняя структура зерен недостаточно качественно исследована с помощью фото-, катодолюминесцентных и иных изображений, то полученные результаты могут оказаться недостоверными. Поэтому важно создание специализированных центров пробоподготовки и, что крайне важно, их методическое обеспечение. В данном методическом пособии представлены рекомендации по пробоподготовке пород и минералов на примере Центра пробоподготовки (ЦПП) Геолого-геофизического факультета Новосибирского государственного университета, созданного в рамках мегагранта Правительства РФ № 14.Y26.31.0018. ЦПП включает подготовку на четырех линиях: 1) дробления и тонкого измельчения пород; 2) сепарации минералов и изготовления шашек с зернами минералов; 3) сплавления стекол для анализа их химического состава на установках РФА и ICP MS; 4) катодолюминесцентного изучения внутренней микроструктуры зерен минералов.

Авторы пособия выражают благодарность рецензенту А. Э. Изоху за ценные замечания, а также С. К. Кривоногову, А. В. Гуровой и А. А. Перфиловой за консультативную и техническую помощь в подготовке методического пособия.

## ЧАСТЬ 1. ПРОБОПОДГОТОВКА – Линия 1

*Исходный материал* – проба горной породы, из которой надо получить тонкий порошок (пудру) для определения состава, пластину для изготовления шлифа и/или монофракцию циркона или иного минерала для проведения геохронологических и петрологических исследований.

**Внимание! Все процедуры, связанные с выделением цирконов для геохронологических исследований, должны быть нацелены на минимизацию риска заражения проб чужеродными зёрнами!**

### 1.1. Дробление крупных проб

Зачастую размер имеющейся пробы не позволяет использовать щековую дробилку, поэтому необходимо провести предварительное дробление. Для этого используется кувалда Estwing V3-4lb1 и наковальня (рис. 1). Наковальня представляет собой металлическую болванку, стоящую в углу хранилища образцов. Стены места дробления защищены от осколков камня пенопластовыми листами. Образец располагают на наковальне, кувалда берётся в руку за прорезиненный конец. Необходимо наносить удары по камню кувалдой до тех пор, пока он не раздробится на несколько более мелких кусков.

*Безопасность:* крайне рекомендуется пользоваться плотными перчатками и прозрачным щитком для лица.

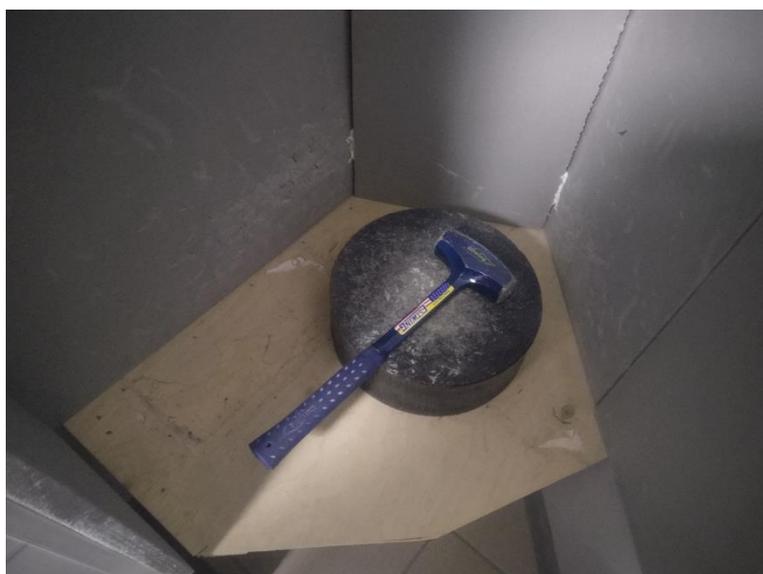


Рис. 1. Кувалда Estwing и наковальня, используемые для предварительного дробления

*Обслуживание:* по завершению работы необходимо убрать помещение – подмести пол, используя щетку и совок, мусор убрать в небольшой пакет – затем в мусорный бак.

## 1.2. Распил образцов

Распиливание образца является более деликатным, чем работа кувалдой, способом уменьшения размера образцов; оно необходимо также и для изготовления шлифов и аншлифов. Оборудование – левый сектор отрезного станка Metkon Geoform (рис. 2).

Последовательность действий:

- 1) включить питание станка (черный тумблер справа-сзади);
- 2) нажать зелёную кнопку «Start» для запуска пилы;
- 3) на пульте управления переключатель «Water» надо повернуть в левое положение для подачи охлаждения на алмазный отрезной диск. Убедиться, что вода поступает на отрезной диск (при включении она начинает брызгать в область перед диском);
- 4) поднять пластиковый защитный бокс левой части;
- 5) расположить на рабочем столе образец, затем подать его на алмазный диск с лёгким, но уверенным нажимом;
- 6) по окончании распиливания нажать черную кнопку «Stop».

**Внимание:** в верхней части панели управления есть **большая красная кнопка** для экстренной остановки работы станка. Если кто-то по каким-то причинам использовал эту кнопку, то необходимо будет отключить блокировку пилы. Производится это лёгким поворотом и отщёлкиванием этой кнопки. Если не произвести это действие, то все функции пилы останутся отключены.



Рис. 2. Положение образца при распиливании на отрезном станке (слева); открытая крышка левого отсека станка для прочистки (справа)

**Внимание:** возможны ситуации, когда, например, в результате очищения пилы, задевается шланг для охлаждения воды и меняет своё направление. В таком случае вода может не попадать на отрезной диск. Чтобы это исправить, надо поднять крышку левого отсека и изогнуть шланг в нужном направлении.

Как сказано выше, подача камня осуществляется лёгким нажимом – не надо давить на него всем весом. В ходе работы может возникнуть закусывание отрезного диска пилы, это происходит в результате разворота камня или поворота линии распила в процессе пиления. Чтобы этого избежать, необходимо следить за подачей камня и не отклоняться от траектории, по которой вы начали пилить камень. Если диск закусывает и начинает «бить» – надо прекратить распиловку. Аккуратно «снимите» камень с диска, перехватитесь, поверните камень, чтобы уже сделанный распил соответствовал линии диска, и продолжайте работу.



*Рис. 3. Система охлаждения отрезного станка*

*Обслуживание:* по завершению работы необходимо очистить и протереть рабочий стол пилы; открутить два черных болта, поднять крышку левой части станка и очистить полость от каменных опилок. Защитный кожух протереть сухой салфеткой и оставить открытым, чтобы высыхала скопившаяся вода. Необходимо следить за уровнем и чистотой воды в системе охлаждения (металлический бак под столом) – периодически необходимо менять воду и добавлять новую, а также очищать систему охлаждения от камней, которые могли попасть в нее (рис. 3).

#### **Общие рекомендации и безопасность:**

- *распиловка каменного материала – довольно шумный процесс, поэтому рекомендуется пользоваться защитными наушниками, чтобы не заработать тугоухость;*
- *работать в халате, так как струя воды от диска будет попадать на одежду. Оптимальный вариант – прорезиненный фартук;*
- *размещать образец на столике плоской стороной вниз, чтобы он не раскачивался;*
- *предварительно разметить маркером на образце линию желаемого распила*
- *в процессе работы с пилой образец можно вращать, чтобы увеличить длину пропила и ускорить процесс;*
- *если камень большой и диаметр диска не позволяет распилить его за один проход – переверните камень. Также если пройдена большая часть образца, то можно «добить» распил аккуратным ударом кувалды на наковальне.*

### 1.3. Дробление проб



*Рис. 4. Красная кнопка экстренной остановки и чёрная кнопка запуска дробилки*

Дробление производится на щековой дробилке Retsch BB250XL. Перед её запуском необходимо отщелкнуть предохранитель, делается это вращением большой красной кнопки экстренной остановки. Запуск дробилки производится нажатием черной кнопки в правой части станка (рис. 4). Следует помнить, что дробилка не запустится, если не установлен или установлен не до упора металлический приёмный ящик.

Перед запуском убедитесь, что в верхнюю часть дробилки вставлен шланг промышленного пылесоса, который обеспечивает удаление пыли, образующейся при дроблении. Пылесос во время дробления должен быть включен.

После запуска образец горной породы помещается в приёмное отверстие дробилки; полученная «дроблёнка» ссыпается в приёмный ящик. При дроблении крупных и твердых образцов следует прикрывать приёмное отверстие чем-нибудь металлическим, для предотвращения выброса материала, например, поддоном (имеются на Линии 1). Также можно использовать приёмное устройство, идущее в комплекте с дробилкой, но могут возникнуть проблемы с его очисткой вследствие его сложной формы. Дробилка автоматически выключается при начале извлечения приёмного ящика. Также можно её отключить нажатием красной кнопки.

*Сколько дробить?* Если нужно изучить химический состав, то достаточно одного цикла дробления – размер получаемых частиц не превышает 2 мм. Если нужно выделить циркон на геохронологию, то для получения большого количества материала нужной фракции необходимо провести цикл дробления около трёх раз. Для этого вам понадобится второй приёмный ящик. Дробим пробу три раза, затем просеиваем полученный материал, затем опять дробим и опять просеиваем. Повторять данный цикл столько раз, сколько нужно, чтобы получить достаточное количество нужной нам фракции. Надо иметь в виду, что объём получаемой в результате дробления нужной фракции может оказаться ничтожно мал.

*Очистка дробилки.* Проводить очистку дробилки необходимо после каждого образца. Есть два вида очистки: полная и поверхностная. Поверхностная очистка производится при дроблении большого количества небольших близких по составу проб, например, для определения состава. Для проведения поверхностной очистки необходимо 1) вставить специальный приемный ящик для мусора (стоит под дробилкой); 2) открутить два винта у фиксированной щеки, открыть размольную камеру и очистить камеру от остатков предыдущей пробы щёткой. Также удалить небольшие камни с верхней плоскости дробилки и очистить приёмный сосуд. Можно приступать к дроблению следующей пробы.



*Рис. 5. Этапы проведения полной очистки при помощи пневматического пистолета*

Полная очистка дробилки производится при дроблении проб для выделения цирконовых монофракций, дробления проб, значительно отличающихся по составу (например, дробление известняков после урановой руды), а также по окончании работы с дробилкой. Данный вид очистки включает в себя, как и предыдущий, очистку размольной камеры и приёмного сосуда. После этого необходимо взять пневматический пистолет и совершить продувку (рис. 5): 1) зазоров по сторонам подвижной щеки; 2) зазоров на задней поверхности дробилки (сзади-сверху); 3) внутренней части дробилки (необходимо засунуть пистолет в дробилку снизу); 4) после продувки необходимо тряпкой протереть «полочку» внутри дробилки (дробилка не запустится, если не установлен приёмный сосуд, поэтому можно спокойно засовывать туда руки). Также можно провести очистку размольной камеры влажной тряпкой. После проведения полной очистки можно приступать к дроблению следующей пробы или же покинуть рабочее место.

#### **Общие рекомендации и безопасность:**

- *отметиться в журнале учета работ в ЦПП;*
- *прежде чем дробить, не забудьте оставить запасной кусочек пробы;*
- *при дроблении и продувке вместе с пневмопистолетом нужно пользоваться пылесосом, чтобы уменьшить количество выбрасываемой в воздух пыли;*
- *после проведения влажной очистки дробилки удалить излишки влаги сухой тряпкой, чтобы избежать коррозии металлических частей;*
- *не подглядывать за дробящимися камнями (!) – если камень застрял между щеками, необходимо отключить дробилку, открыть щёку, достать камень и закинуть ещё раз.*

Обслуживание: помимо очистки дробилки требуется периодическая смазка движущихся частей маслом. Масло и шприц идут в комплекте с дробилкой и лежат в тумбочке. Необходимые отверстия для заливки масла можно найти в документации к дробилке.

#### **1.4. Тонкое измельчение**

Тонкое измельчение проводится на шаровой планетарной мельнице Retsch PM400 и ножевой мельнице HT Machinery SM-3. Шаровая планетарная мельница используется для получения пудры, необходимой для исследования химического состава пород. Ножевая мельница необходима для обработки небольших объёмов проб на сепарацию цирконов.

Работа с планетарной шаровой мельницей. В данном оборудовании для измельчения используются мелющие стальные шары и стальные стаканы (рис. 6). Исходным материалом

служит дроблёнка, полученная на щековой дробилке. Сначала в стакан загружается 6 мелющих шаров, затем засыпается 4 чайных ложки дроблёнки (можно с горкой). Стаканы устанавливаются в гнезда мельницы – необходимо вращать стакан, пока паз на дне стакана не совпадёт со штырём в гнезде. Должны быть установлены все стаканы с одинаковым количеством шаров и измельчаемого материала. Если нужно измельчить одну пробу, то она должна быть разделена на два стакана, размещенные напротив друг друга. Два других стакана могут быть пустыми. Далее необходимо зафиксировать стаканы зажимным устройством – зажим устанавливается в пазы, одной рукой приподнимается за красную пластиковую юбку, а другой закручивается, до тех пор пока юбка не опустится и не зафиксируется.

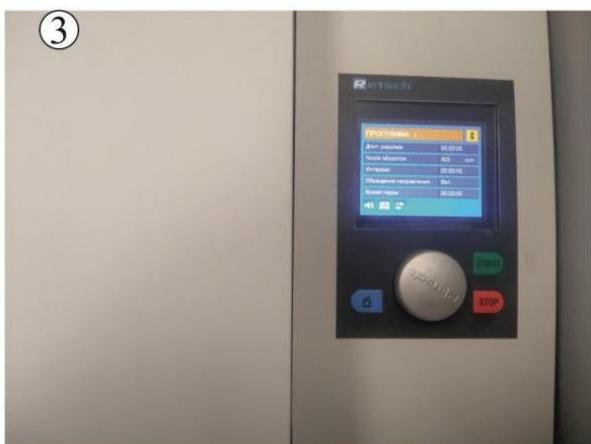
Мельница закрыта, пока не включено питание. Питание мельницы включается тумблером на задней стороне прибора. Всё управление происходит с помощью джойстика на панели, который можно вращать и нажимать. При использовании необходимо следовать инструкциям на экране (прибор будет просить открыть/закрыть крышку).

Для истирания рекомендую использовать «Программу 1» (если её не поменяли на пользовательскую программу) – 4 минуты, скорость 400 оборотов/мин, 2 изменения направления вращения (хотя для большинства пород достаточно двух минут). Можете создать свою программу в зависимости от своих задач.

**Внимание:** мельница не будет работать, пока не заняты все 4 гнезда. Даже если вам надо истереть одну пробу, вы должны дополнительно установить 3 стакана (см. выше).

**Внимание:** не забудьте пронумеровать стаканы, чтобы по завершению истирания не перепутать пробы.

**Очистка:** очистка стаканов проводится после истирания каждой пробы. Из стаканов извлекаются мелющие шары, стаканы опорожняются, всё складывается в раковину, где при помощи щётки и струи воды очищается. Затем всё необходимо протереть сухим полотенцем или лабораторной одноразовой бумажной салфеткой, чтобы удалить капли влаги. Прикипевшие загрязнения следует удалять при помощи мойки в ультразвуковой ванне – имеет смысл выполнять эту процедуру по завершению истирания большой группы однотипных пород. По завершению истирания и очистки весь использовавшийся инвентарь должен быть промыт и просушен.



*Рис. 6. Работа с планетарной шаровой мельницей: 1 – размольные стаканы для PM400; 2 – размольные шары и крупное сито для их сбора и промывки; 3 – панель управления PM400 с выставленной программой; 4 – мельница SM-3 и два размольных стакана*

#### **Рекомендации по использованию мельницы PM400:**

- *после истирания удобно собрать все мелющие шары в крупное сито (0,5 см) и промывать их в нём;*
- *работать с дроблёнкой на лабораторном столе, работать с пудрой под вытяжным шкафом;*
- *при истирании первой партии проверить качество истирания путём раскатывания небольшого количества пудры между пальцами или по коже руки. При наличии в ней маленьких камушков – скорректировать программу и повторить процедуру истирания.*

Работа с ножевой мельницей («кофемолкой»). Данное оборудование используется для доведения пробы малого объёма до необходимой фракции при просеивании. Использование данного устройства актуально: 1) при малом объёме пробы; 2) слишком малом размере

фракции пробы, недостаточном для просеивания, то есть повторные циклы дробления на щековой дробилке выдают слишком мало материала для просеивания.

В работе мельница чрезвычайно проста: устройство включается в розетку, в стакан загружается небольшое количество дроблёнки или просто небольшие кусочки породы (1-2 см), выбирается скорость вращения, нажимается кнопка «Start», затем нажимается кнопка «Stop», измельченная порода высыпается из стакана.

#### **Рекомендации по использованию мельницы SM-3 и безопасность:**

- *после открывания стакана из него вылетает очень много пыли. Можно слегка приподнять крышку, подставить пылесос, удалить летящую пыль и потом приступить к просеиванию;*
- *длительность истирания 5-10 секунд, в любом случае не более 1 минуты – слишком длинный интервал работы приведёт к переистиранию пробы и разрушению зерен;*
- *у прибора отсутствуют системы безопасности и блокировки, поэтому сначала закрыть крышку и только потом включать.*

По завершении работы – обязательно вымыть и высушить размольные стаканы.

### **1.5. Просеивание**

Для выделения цирконов основной фракцией являются частицы с размерностью 0,25 – 0,1 мм. Для получения данной фракции необходимо провести просеивание через 2 сита: 0,25 и 0,1 мм. Исходным материалом служит дроблёнка после щековой дробилки или после ножевой мельницы. Помимо двух сит понадобятся поддон и крышка. Просеивание можно проводить руками или с помощью просеивающей машины.

Процедура просеивания руками довольно простая: составить колонной (снизу-вверх) поддон, сито 0,1 мм, сито 0,25 мм, засыпать дроблёнку, накрыть крышкой. Сочетать движения руками вперёд-назад, вправо-влево, вращательные и постукивания. Примерно после 30-60 секунд просеивания ссыпать две фракции менее 0,1 и 0,25-0,1 мм в два разных пакета. Фракцию более 0,25 мм издробить еще раз на ножевой мельнице или щековой дробилке. Для улучшения просеивания можно прочищать щёткой сита после каждого пересыпания. Повторять действия, пока не наберётся необходимый объём фракции 0,25-0,1 мм (объём зависит от породы и содержания в ней циркона). По завершению процедуры просеивания необходимо очистить сита с помощью ультразвуковой ванны, щётки, тряпки,

пинцета, иголки и пр. Щетку также нужно хорошо прочистить водой и/или сжатым воздухом, чтобы не загрязнить другие пробы. Тем не менее, все эти способы не гарантируют чистоты пробы, поэтому предпочтительным является использование одноразовых синтетических сит, вставляемых в металлические кольца (рис. 7).



*Рис. 7. Одноразовые синтетические сита, вставляемые в металлические кольца*

*Использование просеивающей машины Retsch AS 200 Basic (рис. 8). Собирается колонна, аналогичная описанной ранее, устанавливается на машину, закрепляется зажимным устройством. Выбирается длительность просеивания – обычно около 1 минуты. Амплитуда колебания устанавливается в зависимости от веса колонны и должна быть установлена экспериментально, в зависимости от параметров просеиваемого материала. Оптимальную амплитуду определяют по достижению в процессе отсева состояния статистического резонанса, т.е. время подбрасывания частицы соответствует периоду колебаний контрольного сита. В этом случае частица при каждом ходе контрольного сита попадает с другой ориентацией в другую ячейку. При малых амплитудах частицы не отрываются достаточно высоко от ситовой ткани, следовательно, не могут свободно двигаться над ситовой тканью. При очень больших амплитудах частицы подбрасываются слишком высоко, и вероятность их попадания в ячейки сита уменьшается. Наилучшие результаты достигаются при значениях амплитуды от 1.0 до 1.5 мм. По завершению процедуры просеивания необходимо тщательно очистить сита перечисленными выше способами.*



*Рис. 8. Просеивающая машина Retsch AS200*

В результате проведённых в первой части процедур будет получен некоторый объём фракции 0,25-0,1 мм измельченной горной породы. Далее все работы с этой фракцией будут сводиться к постепенному уменьшению ее объёма за счёт отделения различными способами «ненужных» частиц: отделения магнитной фракции и выделения тяжелой фракции. Если практически все процедуры первой части проводились на Линии 1 с дробильным оборудованием, то последующие работы будут проходить на Линии 2 со шлифовальным станком и лабораторным оборудованием и посудой.

## ЧАСТЬ 2. СЕПАРАЦИЯ – Линия 2

### 2.1. Промывка проб

Данная процедура необходима для очистки пробы от частиц пыли. Если пропустить данный этап, то под бинокляром будет видно, что зёрна пробы облеплены маленькими пылевыми частицами, мешающими работе. Эти частицы удаляются промывкой. Кроме того, промывка пробы несколько уменьшает её объём за счёт удаления самых лёгких частиц.

Промывание пробы проводится с помощью проточной воды. Следует отметить, что данный процесс необходимо проводить очень осторожно, так как если зёрна циркона в породе очень мелкие, то есть риск их смыть, другими словами, лучше пробу немного недомыть, чем перемыть. Есть несколько вариантов промывки: 1) с помощью лотка; 2) с помощью лабораторного стакана; 3) с помощью ультразвуковой ванны. Вариант 1 – проба высыпается в лоток, заливается водой, взмучивается круговыми движениями лотка, и муть аккуратно сливается через край. Процедуру повторить 2-3 раза. Вариант 2 – проводится либо с помощью выпарительной чашки, либо с помощью стакана с носиком. Он отличается от первого варианта тем, что взмучивание производится ложкой, а слив производится через носик стакана. При работе с ультразвуковой ванной проба помещается в стеклянный стакан, заливается водой и ставится во включенную УЗ-ванну (рис. 9). Ультразвук должен приводить к подъёму мути в стакане, которую следует сливать. В УЗ-ванне также промываются шашки в процессе полировки, чтобы отделить от них полировочный материал.



Рис. 9. Ультразвуковая ванна Elmasonic S70 (слева) и Elmasonic S10H (справа)

## 2.2. Магнитная сепарация

Поскольку практически все магнитные минералы входят в состав тяжелой фракции, то данный этап является одним из основных для сокращения объема тяжелой фракции для последующей сепарации в тяжелых жидкостях. На данный момент в ЦПП используется магнитная сепарация при помощи неодимовых магнитов. Для её проведения потребуется два стакана с водой, два пакета (zip-lock) и отмытая проба. Магнит помещается в маленький пакет, затем в большой. Проба, помещённая в стакан с водой, взмучивается ложкой, затем туда опускаются пакеты с магнитом – магнитные минералы прилипают к поверхности пакета. Пакеты с магнитом и налипшей магнитной фракцией перемещаются в другой стакан с чистой водой. Извлекается внутренний маленький пакетик с магнитом, магнитные минералы отлипают от пакета и оказываются в другом стакане. Процедура повторяется. Из минусов данного способа следует отметить его трудоёмкость – на обработку одной пробы уходит около часа. Также при работе с породами с большим количеством магнитных минералов (например, базальты) происходит механический захват других минералов, в том числе и цирконов. Лучшей альтернативой ручной сепарации является использование электромагнитного сепаратора.

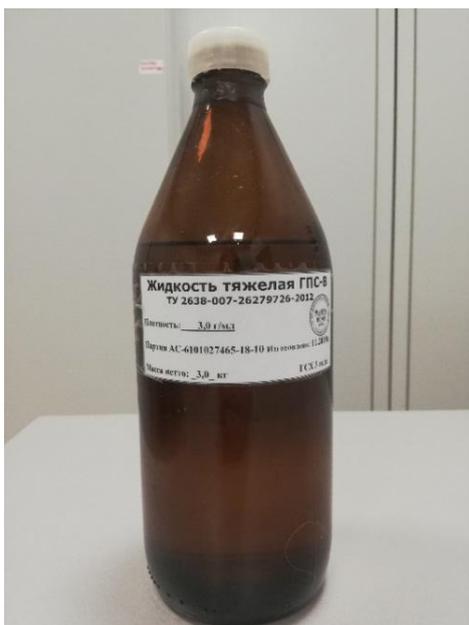
Альтернативный и простой вариант – сухое отделение магнитной фракции магнитом, помещенным в пластик. При работе с большими пробами песка и песчаника, которые обычно содержат достаточное количество цирконов, этот простой и быстрый способ весьма эффективен.

### **Рекомендации по магнитной сепарации минералов:**

- *не соединять два неодимовых магнита между собой – они сильные и их довольно сложно разъединить;*
- *не допускать попадания магнитных частиц непосредственно на поверхность магнитов;*
- *следить за целостностью пакетов во время сепарации – они периодически рвутся.*

В реальности полностью очистить пробу от магнитных минералов с помощью ручной сепарации практически невозможно, поэтому эта работа проводится до тех пор, пока объём прилипающего магнитного материала станет ничтожно мал. Чем тщательнее проведена магнитная сепарация, тем легче потом работать с тяжелой фракцией под микроскопом.

### 2.3. Сепарация в тяжелых жидкостях



*Рис. 10. Тяжёлая жидкость в стандартной упаковке*

Следующим этапом является минеральная сепарация в тяжелых жидкостях. В ЦПП в качестве тяжелой жидкости (ТЖ) используется гетерополивольфрамат натрия (рис. 10). Максимальная плотность данной жидкости 3,05 г/мл, минимальная – 1 г/мл (по сути это уже просто вода). Температура кипения ТЖ 110 °С. Хранить ТЖ желательно в пластиковой посуде при температуре не ниже 10 °С. Также следует избегать контакта жидкости с металлами во избежание коррозии.

Плотность ТЖ варьирует в зависимости от содержания воды в растворе, т.е. если мы хотим уменьшить плотность жидкости, то следует добавить воды, если необходимо увеличить плотность – выпарить лишнюю воду. Упаривание жидкости проводить при температуре около 100 °С в сушильном шкафу. Контроль плотности осуществляется путём взвешивания известного объёма жидкости. Упаривание следует останавливать заранее, не достигая желаемой плотности на 0,1-0,15 г/мл, т.е. если мы хотим получить жидкость с плотностью 3,0 г/мл, необходимо довести плотность до 2,9-2,85 г/мл и остудить; если 2,8 г/мл, соответственно до 2,7-2,65 г/мл. Самая часто используемая плотность ТЖ – 2,8 г/мл, что позволяет отделить кварц и большинство полевых шпатов. Использование жидкости 3,0 г/мл может позволить отделить часть минералов с высокой изменяющейся плотностью, например, амфиболы и пироксены. Поэтому следует ориентироваться на интервал плотности ТЖ 2,75-3,0 г/мл.

**Внимание:** в жидкости возможно выпадение кристаллов. Для того чтобы избавиться от них, необходимо её нагреть и дождаться растворения кристаллов.

**Внимание:** несмотря на низкую токсичность ТЖ, при работе рекомендуется использовать средства защиты: резиновые перчатки, халаты. Избегать попадания ТЖ в глаза, раны и на кожу.

**Внимание:** при работе с тяжелыми жидкостями используется дистиллированная вода. Для её получения необходимо использовать дистиллятор.

**Внимание:** крайне нежелательно доводить ТЖ до кристаллизации, т.е. плотности, превышающей 3,05 г/мл. Если это произошло – залить дистиллированной водой, перемешать и ждать растворения кристаллов.

Работа с сушильным шкафом. В ЦПП используется сушильный шкаф Экрос ES-4610, обеспечивающий нагрев до 300 °С. Для его включения требуется нажать зелёный переключатель «Сеть». На панели управления есть два экрана с цифрами: верхний показывает текущую температуру внутри шкафа, нижний – установленную температуру, до которой он должен прогреться. Для установки необходимой температуры нагрева нажимается кнопка «Ввод» (рис. 11).

На верхнем экране загорается параметр «Sp», на нижнем экране с помощью стрелочек на панели управления устанавливается необходимая температура и повторно нажимается «Ввод». На верхнем экране загорается параметр «St», который отражает желаемую длительность нагрева, т.е. мы выставляем значения параметра «St» 80 минут, если нам необходимо, чтобы шкаф нагрелся до определённой температуры за 80 минут. Обычно данный параметр равен 0, что значит максимально быстрый нагрев. Повторно нажимается «Ввод», и шкаф начинает работать согласно установленным параметрам. Если текущая температура внутри шкафа превышает установленную более чем на 15°С, шкаф начинает издавать сигнал о перегреве. Поэтому если вам необходимо снизить температуру внутри шкафа, проще его выключить, открыть и подождать, пока он остынет.

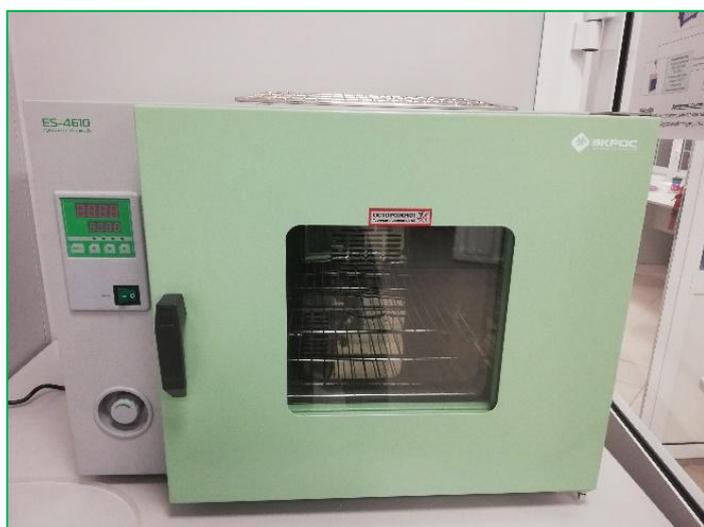


Рис. 11. Сушильный шкаф и его панель управления

**Сепарация.** При проведении сепарации в тяжелых жидкостях используются пробирки 50 мл. Их следует заполнять в соотношении 3-2.5/1 тяжелая жидкость/шлих. Пример: засыпаем пробы до отметки 15 мл, доливаем ТЖ до 45-50 мл (не забывайте подписывать пробирки!). Из-за высокой вязкости тяжелой жидкости процесс сепарации проходит долго – несколько часов. Этот процесс можно ускорить при помощи центрифугирования. Пробирки с пробой, залитые тяжелой жидкостью, устанавливаются в гнезда центрифуги. Центрифуга закрывается. Скорость вращения ротора устанавливается в интервале 2500- 3000 об/мин., длительность вращения 4-5 минут.

**Внимание:** при центрифугировании не принципиально, насколько заполнены пробирки – главное, чтобы устанавливаемые пробирки были примерно уравновешены относительно центра ротора. То есть если вам необходимо отсепарировать пробу в одной пробирке, вы должны либо разделить вещество на две пробирки, либо уравновесить ротор пробиркой с жидкостью, но без илиха.



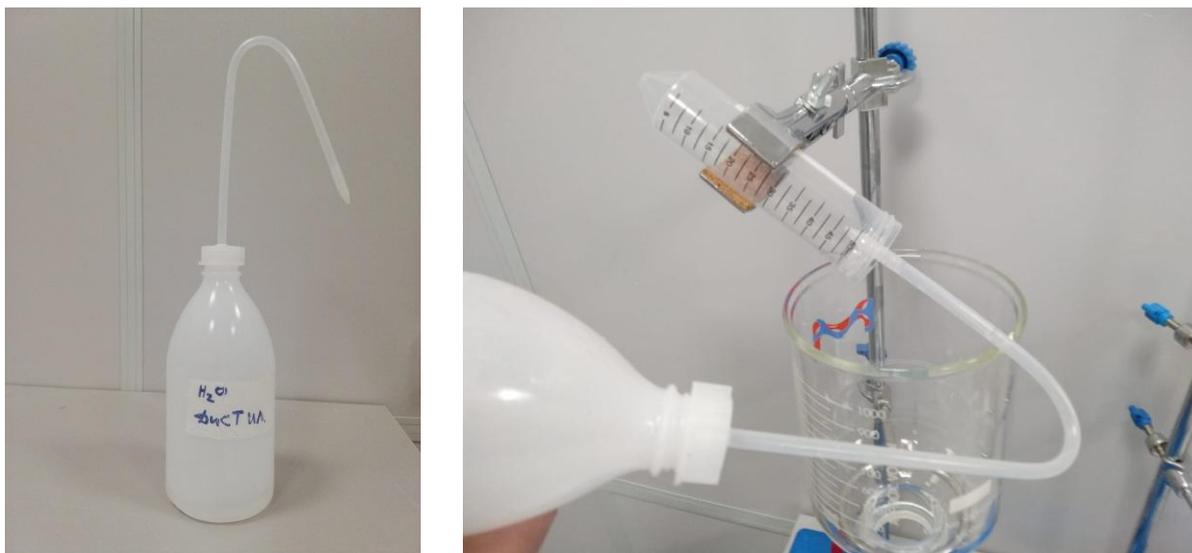
*Рис. 12. Минералы в тяжелой жидкости до (слева) и после (справа) центрифугирования*

Пробирки после окончания центрифугирования извлекаются и устанавливаются в штатив. В верхней части пробирки образуется «шапка» из минералов легкой фракции, средняя часть пробирки заполнена тяжелой жидкостью (иногда в ней могут плавать отдельные зёрна минералов с промежуточной плотностью), минералы тяжелой фракции оседают в нижней части пробирки (рис. 12).

**Извлечение минералов тяжелой фракции.** Для того чтобы извлечь минералы тяжелой фракции, есть два способа: ручного удаления и заморозка жидким азотом. При ручном методе из пробирки, установленной на штативе, при помощи ложки/шпателя/палочки извлекается «шапка», сложенная минералами лёгкой фракции (можно и просто аккуратно слить «верх» в воронку с бумажным фильтром). Удаляемые минералы легкой фракции вместе с тяжелой жидкостью перемещаются в систему фильтрации, о которой будет написано ниже. При снятии лёгкой фракции вручную надо собирать материал с верхней части и стараться, чтобы граница лёгкой фракции и ТЖ оставалась ровной. После удаления

основного объёма минералов легкой фракции следует аккуратно при помощи пипетки удалить остатки лёгкой фракции вместе с ТЖ, начиная с верхних слоёв. Так как тяжелая жидкость будет удаляться из пробирки быстрее, чем частицы лёгкой фракции, то следует аккуратно долить в пробирку дистиллированной воды, чтобы получилась следующая слоистая структура (сверху вниз): дистиллят – легкая фракция – ТЖ – тяжелая фракция. Это позволит извлекать частицы лёгкой фракции вместе с водой и не допустить полного откачивания ТЖ и смешивания легкой и тяжелой фракций. После полного удаления «шапки» из частиц лёгкой фракции в пробирке должны остаться только минералы тяжелой фракции и небольшое количество тяжелой жидкости.

Для того чтобы извлечь минералы тяжелой фракции из пробирки, потребуется бутылка для промывания («промывалка») с дистиллированной водой и система фильтрации с чистым фильтром. Если вы работаете в паре, то один держит пробирку, другой, направляя струю из промывалки, вымывает тяжелую фракцию. Если вы один, то воспользуйтесь металлическим штативом, закрепив на нём пробирку в наклонном положении (рис. 13).



*Рис. 13. Бутылка для промывания и устройство для извлечения тяжелой фракции из пробирки (другие варианты описаны в тексте)*

Другой ручной способ – это откачка легкой фракции из пробирки пластиковой лабораторной пипеткой с гофропомпой. Для этого надо аккуратно собрать легкую фракцию с поверхности, потом слить оставшуюся тяжелую жидкость, а тяжелую фракцию вымыть промывалкой в лоток, несколько раз промыть водой и поставить в сушильный шкаф, предварительно закрыв лоток фольгой, чтобы избежать засора пробы.

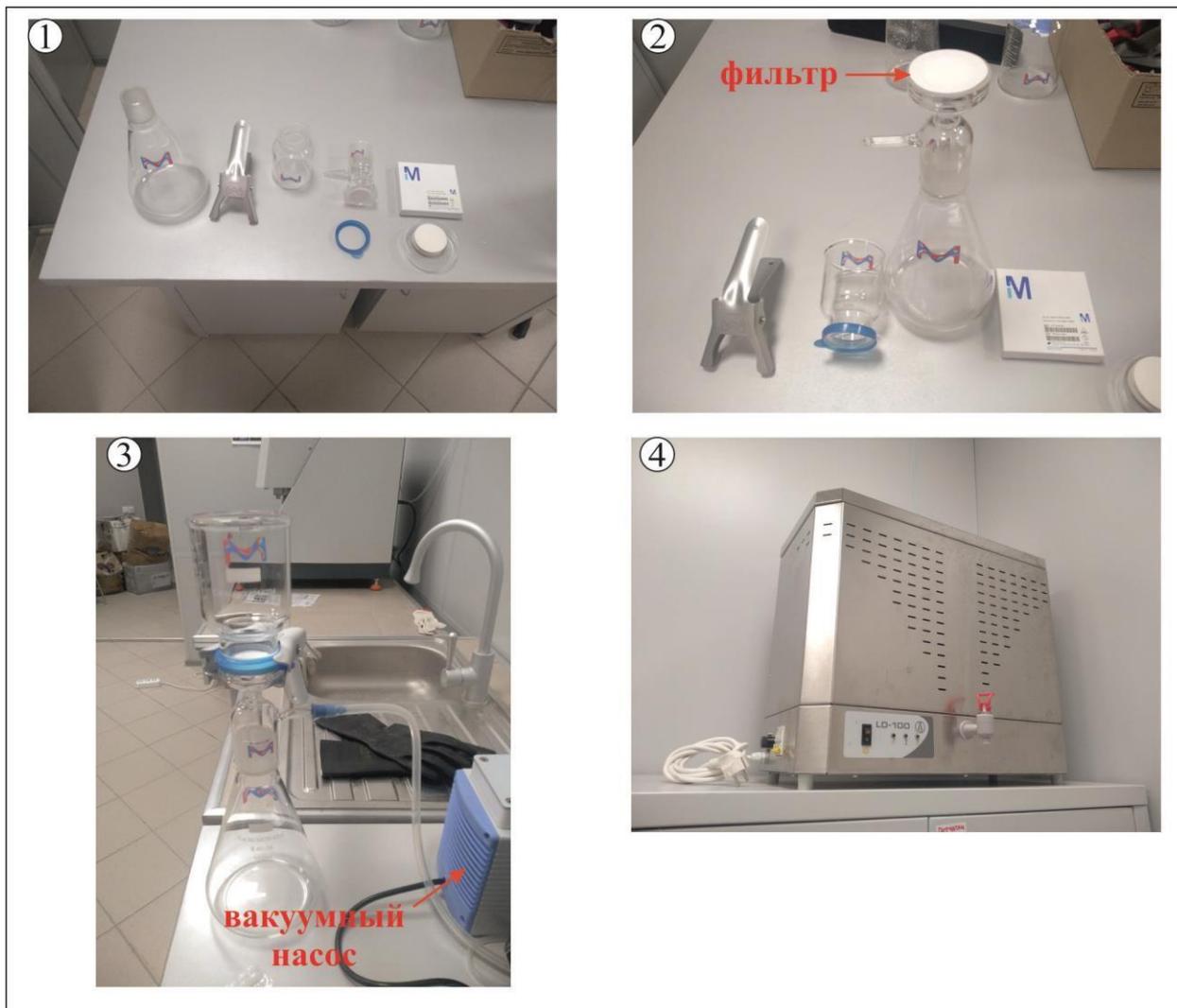
Если объём тяжелой фракции в пробирке большой, то лучше извлекать её в два или несколько этапов на разные фильтры, что в дальнейшем несколько облегчит работу за микроскопом.

Использование заморозки жидким азотом при извлечении минералов тяжелой фракции несколько ускоряет и упрощает процесс. Для этого пробирка с ТЖ помещается в неширокую пластиковую чашу; основание пробирки заливается жидким азотом до уровня тяжелой фракции, что приводит к замерзанию жидкости в накопителе пробирки. Примерно через 30-50 секунд или после испарения азота содержимое пробирки сливается в систему фильтрации, на дне пробирки остаётся замерзший осадок минералов тяжелой фракции, который растает после добавления небольшого количества дистиллированной воды. Данный способ несколько быстрее, чем работа с пипеткой, минимизирует возможность попадания лёгкой фракции в тяжёлую, а также уменьшает объём добавляемого в ТЖ дистиллята, что сокращает время на его восстановление для повторного использования. Но для этого способа необходимо оборудование для хранения жидкого азота.

#### **2.4. Фильтрация тяжелой жидкости**

Особенностью применяемой ТЖ является возможность её очистки и повторного использования. Для очистки используется *система вакуумной фильтрации* (рис. 14). Система фильтрации состоит из колбы, вакуумной насадки, воронки, прокладки, зажима и фильтров. В ЦПП есть два вида фильтров, совместимых с данной системой: префильтр AP15 и фильтр «синяя лента». AP15 имеет малый размер пор, его использование целесообразно при заключительной фильтрации ТЖ или при работе с малыми объёмами твердого материала (если попытаться профильтровать через него легкую фракцию из нескольких пробирок, то он быстро забьётся и не будет фильтровать). Поэтому для рутинного применения рекомендуется использовать фильтр «синяя лента». Система фильтрации собирается в колонну снизу вверх: колба – вакуумная насадка – фильтровальный диск – воронка с заранее натянутой на неё прокладкой. Зажимом закрепляется место сочленения воронки и насадки поверх прокладки. Затем вакуумная насадка с помощью шланга присоединяется к вакуумному насосу. После заполнения воронки осадком с тяжелой жидкостью и водой запускается вакуумный насос. Насос должен работать до полного высыхания осадка на фильтре.

После высыхания осадка следует разобрать систему фильтрации: снять зажим и воронку, фильтр с осадком поместить в чашку Петри или иную подходящую емкость, снять вакуумную насадку, перелить отфильтрованную тяжелую жидкость из колбы в пластиковую чашу и поставить выпариваться в сушильный шкаф. Все элементы фильтрации необходимо промыть после использования. Тяжелую фракцию для дальнейшего использования следует пересыпать в пакетик.



*Рис. 14. Система вакуумной фильтрации: 1, 2, 3 – элементы и этапы сборки системы фильтрации; 4 – дистиллятор*

Помимо данной системы вакуумной фильтрации можно использовать пластиковую систему фильтрации Millipore. Для её использования необходимо проложить основание воронки фильтром «Синяя лента» большого диаметра. Использование пластиковой системы фильтрации целесообразно при фильтровании большого объёма минералов лёгкой фракции – данный фильтр имеет большую площадь, и его сложнее будет «забить».

**Внимание:** при большом количестве тяжелой фракции в приёмной воронке после фильтрации следует обратить внимание на материал, который прилипает к краю воронки (ободок воронки). Его следует также смыть на фильтр дистиллированной водой.

## 2.5. Отбор монофракций. Работа с микроскопом / бинокляром

Следующим этапом является ручной отбор монофракции циркона под бинокляром. Используется бинокляр Carl Zeiss Discovery V12 (рис. 15). Суть процесса очень проста: необходимо под увеличением найти зёрна циркона и переместить их либо в отдельную тару или сразу в заготовку для будущей шашки (предпочтительнее). Данный этап представляет собой долгую и кропотливую работу, требующую опыта и аккуратности.

Для включения Discovery V12 требуется подключить его и осветитель в розетку. Включение происходит нажатием кнопки «On» на панели управления, расположенной с правой стороны на штативе микроскопа. Микроскоп имеет встроенный нижний осветитель, который включается поворотом выключателя справа-снизу на рабочей поверхности. Также осветитель оснащён шторкой, которая при необходимости может его полностью закрыть. Для верхнего освещения служит кольцевой осветитель. Источник света для кольцевого осветителя стоит рядом с микроскопом. Для его включения требуется нажать переключатель снизу на передней панели, затем постепенно увеличить мощность света до необходимого уровня. Микроскоп оснащён двумя объективами 1x и 1,5x. Для сепарации цирконов используется объектив 1x. Объектив 1,5x менее удобен для сортировки зерен, так как имеет небольшое рабочее расстояние. Увеличение/уменьшение происходит нажатием на колёсико на панели управления вниз/вверх соответственно. Настройка фокуса проводится вращением синих макро- и микровинтов в задней части штатива. Для фотографирования используется камера AxioCam 506, установленная на бинокляре сверху. Для работы с камерой необходимо подключить её к розетке, включить компьютер и приложение «ZEN», в котором и происходит обработка данных с камеры. Также перед работой с камерой необходимо повернуть переключатель на тубусе микроскопа справа. Помимо фото данная камера может делать файлы видео формата (не надо ставить наивысшее качество, так как файлы будут иметь огромный размер).

**Внимание:** объективы Discovery V12 имеют два положения, отличающиеся на 20°. Если в окуляры вы видите картинку только одним глазом, значит, необходимо слегка прокрутить револьверное устройство переключения объективов для появления полного изображения. Положение для одного глаза используется при фотографировании для увеличения количества света, идущего на фотокамеру.

В качестве рабочей поверхности используется матовое стекло или чашка Петри (предпочтительно). На ее поверхности тонким слоем рассыпается выделенная тяжелая фракция. При малом-среднем увеличении проводится общий осмотр шлиха, находятся

потенциальные зёрна. Затем при большом увеличении проводится отбор зёрен. В качестве инструмента для отбора служит тонкая игла, которая для удобства приклеивается либо к ручке, либо к деревянной палочке (можно использовать китайские/японские палочки для еды). Часто используют зубочистки – их надо предварительно наточить на наждачной бумаге. Удобно переносить цирконы с рабочего стола микроскопа на скотч. Чтобы они прилипали к игле, для этого ее следует смочить водой или прикоснуться к влажной салфетке. Если цирконы складываются в отдельную баночку (не заготовку под шашку), то рекомендуется налить туда небольшое количество спирта, чтобы зёрна легко отлеплялись от иглы при обмакивании. Но в большинстве случаев крайне рекомендуется складывать цирконы *только* на скотч, на котором потом будет изготавливаться шашка.

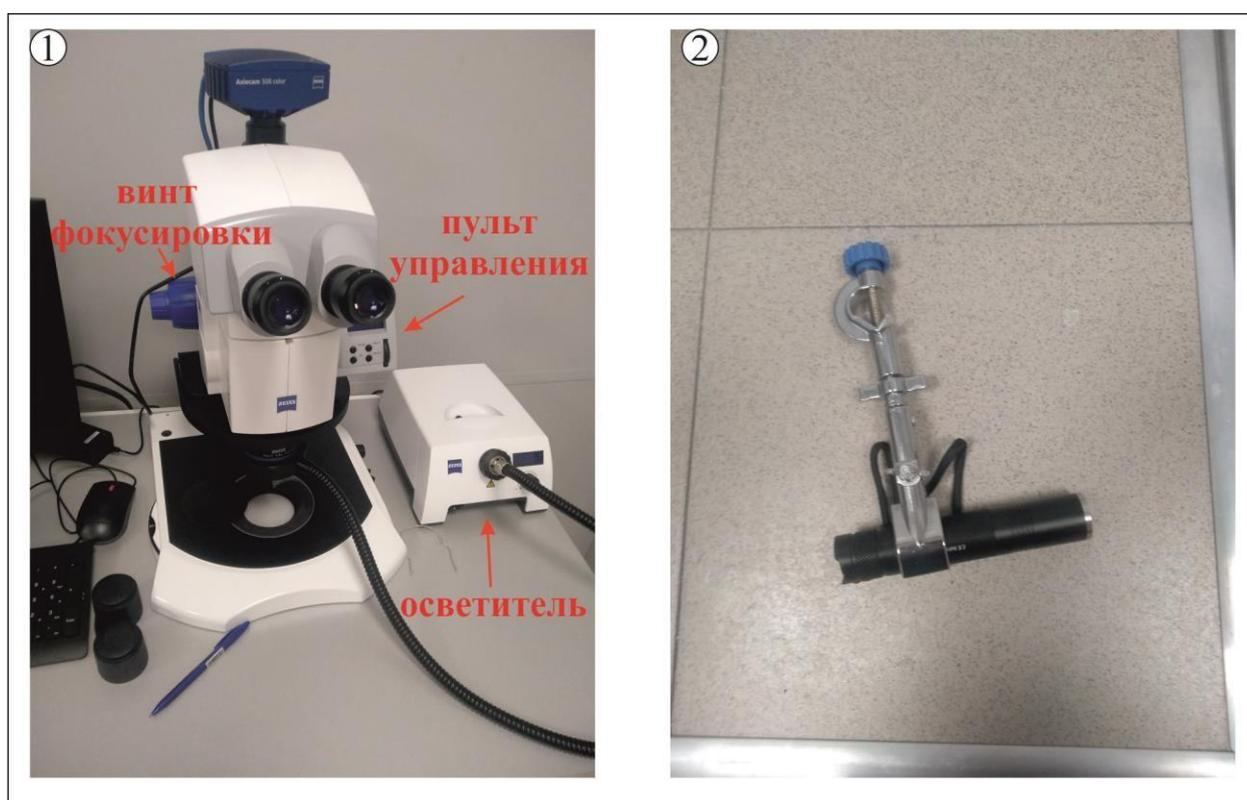


Рис. 15. Работа со стереомикроскопом (бинокуляр): 1 – микроскоп Discovery V12; 2 – ультрафиолетовый фонарь с зажимом от штатива

Как найти циркон, если вы еще не научились его отличать от других бесцветных минералов? Работа с ультрафиолетом. Для диагностики зёрен цирконов в первую очередь следует ориентироваться на форму кристаллов. Обычно циркон имеет кристаллы длиннопризматического и короткопризматического габитуса тетрагональной сингонии с бипирамидой, есть бипирамидальные кристаллы. Блеск алмазный. Цвет желтый, оранжевый, коричневый. Часто в бинокуляре циркон путают с апатитом, образующим длиннопризматические кристаллы; для их различения следует обращать внимание на блеск

цвет и число граней – у апатита гексагональная сингония, стеклянный блеск, чаще всего прозрачные или голубоватые кристаллы. Гранат следует отличать по изометричной форме кристаллов. *Главная черта цирконов, видимая под бинокляром, – широкие очень темные края!* Навык диагностики цирконов нарабатывается с опытом (рис. 16).

Отличным способом для диагностики является использование ультрафиолетового света, например, от фонаря Sofirn. Для его применения следует выключить свет в комнате, настроить и сфокусировать микроскоп на шлихе, погасить кольцевой осветитель и, если включено, нижнее освещение микроскопа. Затем включить УФ-фонарь и направить его свет на шлих в область фокусировки микроскопа.

Если в поле зрения присутствуют зёрна цирконов, то они приобретут характерную оранжевую или желтую окраску, тогда как остальные зёрна – нет. Помимо циркона под ультрафиолетовым светом могут светиться флюорит (голубой, зелёный), апатит (красный) и биологическая материя (волосы и т.п.).

Длина волны данного фонарика не вызывает свечение апатитов, но достаточна для свечения цирконов. Следует помнить, что высокое содержание различных примесей в цирконах, например, железа, может приводить к снижению уровня свечения зёрен в УФ, так что, если поиск с УФ не дал результатов, не значит, что в вашей пробе нет цирконов. Также очень большое значение имеет подложка, на которую выложены зёрна. Так, использование картона или пластика в качестве подложки приводит к невозможности диагностики из-за сильного фонового свечения (зёрна цирконов в эпоксидной смоле в шашке также не светятся). Оптимальным вариантом подложки является матовое стекло.

**Внимание – БЕЗОПАСНОСТЬ!** *данный фонарь светит жестким светом в ультрафиолетовом спектре, что может вызвать рак кожи и отслоение сетчатки, поэтому настоятельно рекомендуется при работе с ним использовать тканевые перчатки и не светить фонариком в глаза и на открытые участки кожи.*

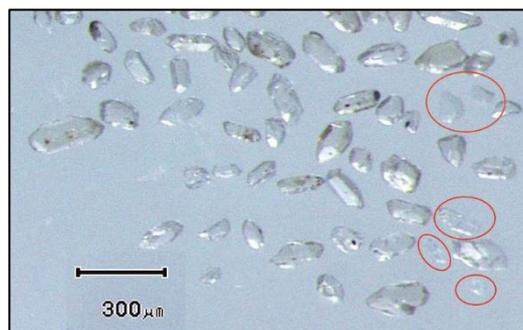
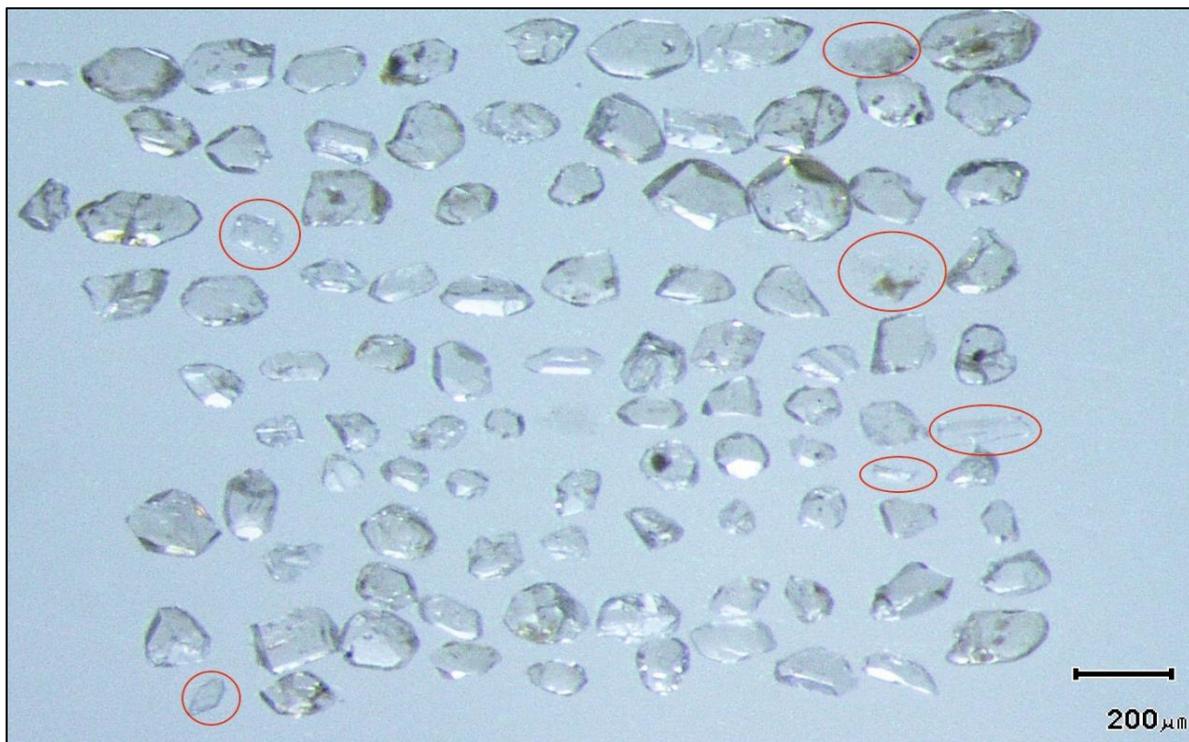


Рис. 16. Визуальная диагностика цирконов. Циркон в ультрафиолетовом свете (верхний ряд фотографий), в видимом свете (нижние ряды). В красных овалах – не цирконы (тонкие края, другая форма)

## ЧАСТЬ 3. ИЗГОТОВЛЕНИЕ И ОБРАБОТКА ШАШЕК – Линия 2

### 3.1. Приготовление формы для заливки шашек



Рис. 17. Шашки разного размера

Итак, у нас есть несколько цирконовых монофракций из одной или нескольких проб, и нам необходимо сделать шашку или шашки из эпоксидной смолы для проведения аналитических работ. Крайне желательно знать заранее, на каком приборе будет производиться датирование – некоторые приборы требуют шашки диаметром 25 мм, некоторые легко адаптируются под шашки любого размера. В последнем случае предпочтительно делать для каждого образца отдельную маленькую шашку диаметром 3-6 мм (рис. 17).

Для изготовления стандартных шашек диаметром 1 дюйм (около 25 мм – верхний ряд рис. 17) можно использовать как самодельные пластиковые кольца, которые нарезают из тефлона или пластиковых трубок (рис. 18, а), так и специальные формы для заливки шашек, которые состоят из непрозрачного круглого основания и накладного кольца (рис. 20, 1). Для выкладки зёрен используют шаблон с размеченными рядами, напечатанный на бумаге. В случае использования самодельных колец шашка изготавливается на пластинке тонкого прозрачного органического стекла. Шаблон наклеивается на нижнюю часть стекла, на верхнюю часть стекла наклеивается полоска прозрачного двустороннего скотча. Затем на двусторонний скотч при помощи иглы/зубочистки рядами выкладываются зёрна цирконов. Чаще стараются придерживаться принципа «один ряд – одна проба». После выкладывания зерен сверху на скотч приклеивается тефлоновое или пластиковое кольцо, в которое заливается эпоксидная смола (рис. 18б). В случае работы с непрозрачными пластиковыми формами круглый бумажный шаблон с размеченными рядами кладётся на круглое основание формы рисунком вверх. Сверху наклеивается двусторонний скотч и обрезается так, чтобы остались небольшие края. Сверху надевается накладное кольцо и слегка прижимается, чтобы

оставить след кольца на скотче и убедиться, что не будет щели. Затем кольцо аккуратно снимается, скотч с шаблоном должны остаться на основании, и на них рядами выкладываются зёрна цирконов. После выкладки всех необходимых зёрен сверху надевается кольцо и заливается эпоксидная смола.



Рис. 18. Формы для заливки шашек (а), этапы подготовки к выкладке цирконов на оргстекле (б)

#### **Рекомендации по изготовлению форм для шашек:**

- зерна цирконов выкладывать плотными рядами, т.е. как можно ближе друг к другу, это критически важно при работе на приборе, в котором большое увеличение, чтобы легче находить нужные зерна;
- не надо сильно глубоко вдавливать зёрна в клей двустороннего скотча при выкладывании рядов, они могут не захватиться эпоксидной смолой;
- в настоящий момент в ЦПП есть несколько видов двустороннего скотча; рекомендуется использовать скотч фирмы DeVente или Scotch; прежде чем использовать другой скотч, надо его протестировать, сделав одну, или пустую шашку, или шашку с несколькими контрольными зёрнами;
- если не получилось сделать шашку сразу (крайне не рекомендуется), надо ее накрыть, чтобы избежать накопления пыли на скотче.
- прежде чем залить шашку, убедитесь в качестве формы и отсутствии под кольцом щелей, через которые эпоксидная смола может вытечь до её застывания.

## **32 Эпоксидная смола и заливка шашек**

Эпоксидный композит готовится из двух частей: смолы (большая банка) и отвердителя (малая баночка). Для того чтобы смола полимеризовалась, необходимо смешать в правильных пропорциях смолу и отвердитель. Сейчас в ЦПП есть два вида смолы Araldite 2020 и Struers EpoFix. Смола Struers – стандартная, одна из самых популярная для изготовления шашек для аналитики, застывает 12 часов при комнатной температуре; Araldite – быстро застывающая. При определённой сноровке можно сделать шашку за 3 часа, но это

требует проведения экспериментов по шлифовке/полировке, так как данная смола несколько мягче, чем Struers.

**Внимание:** перед работой с конкретной эпоксидной смолой необходимо ознакомиться с инструкцией к данной смоле, чтобы определить пропорции смешивания, температуру затвердевания и т.д.

**Внимание:** затвердевшая смола считается относительно безвредной. В жидком состоянии она представляет собой ядовитое соединение, поэтому при работе с ней нужно использовать перчатки, а также избегать попадания на кожу.

*Приготовление эпоксидной смолы.* В пластиковый мерный стакан наливается необходимое количество смолы, затем, согласно инструкции, рассчитывается необходимый объём отвердителя. Отвердитель аккуратно с помощью пипетки добавляется в смолу (рис. 19). С помощью ложки/деревянной палочки/пластиковой мешалки размешивается в течение примерно 5 минут до тех пор, пока смесь не станет гомогенной. Перемешивание производится аккуратно без резких движений, стараясь не задевать стенки стакана, так, чтобы минимизировать появление в смеси пузырьков воздуха. Заливка заготовки производится в два этапа. Сначала необходимо налить небольшое количество смолы в один слой, чтобы оно закрыло зёрна. Потом надо проверить качество заливки под биноклем – на границах зёрен могут образоваться пузырьки воздуха. С помощью иглы следует удалить данные пузыри, стараясь вывести их на поверхность смолы. Как только все зёрна окажутся чистыми от пузырьков, можно долить остатки смолы. Сразу после заливки шашек следует помыть все инструменты и посуду.

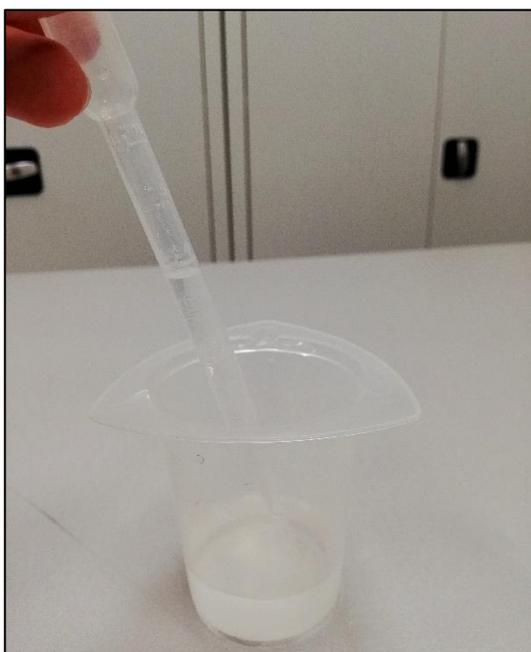


Рис. 19. Инструменты для смешивания смолы

*Работа со смолой на примере Araldite 2020.* Задача: залить две шашки. Потребуется около 10 грамм эпоксидной смолы. Берём весы, ставим на них чашку Петри, в неё ставим мерный стаканчик, обнуляем весы. Из большой банки 2020 А наливаем в стаканчик около 8 граммов смолы; так как точно налить вязкую смолу трудно, то у нас получается, например, 8,28 г. Согласно инструкции, весовые отношения смола: отвердитель – 100:30. Строим пропорцию, где  $x$  – необходимое количество отвердителя:

$$\frac{100}{30} = \frac{8.28}{x}.$$

Соответственно,  $X = 8,28 \times 30/100 = 2,484$  г. То есть нам необходимо добавить в стакан 2,484 г отвердителя. Берём пипетку, набираем в неё отвердитель и аккуратно по каплям добавляем его в стакан до тех пор, пока цифры на дисплее весов не дойдут до значения 10,764 г ( $8,28+2,484=10,764$ ). После этого берём стаканчик и палочку для перемешивания и аккуратно перемешиваем смолу на протяжении 5 минут. Затем заливаем смесь в один слой, проверяем наличие пузырей, удаляем их и выливаем остатки смолы. Помещаем заготовки шашек в чашку Петри и ставим в заранее прогретый до 65°C сушильный шкаф. При такой температуре застывание данной смолы происходит за 3 часа. Через 3 часа необходимо достать шашку и охладить до комнатной температуры. Руками снимается основание заготовки, отрывается шаблон с остатками скотча. Для извлечения шашки из кольца нужно надавить пальцами или слегка ударить тупым предметом по задней части шашки.

#### **Рекомендации по работе с эпоксидной смолой:**

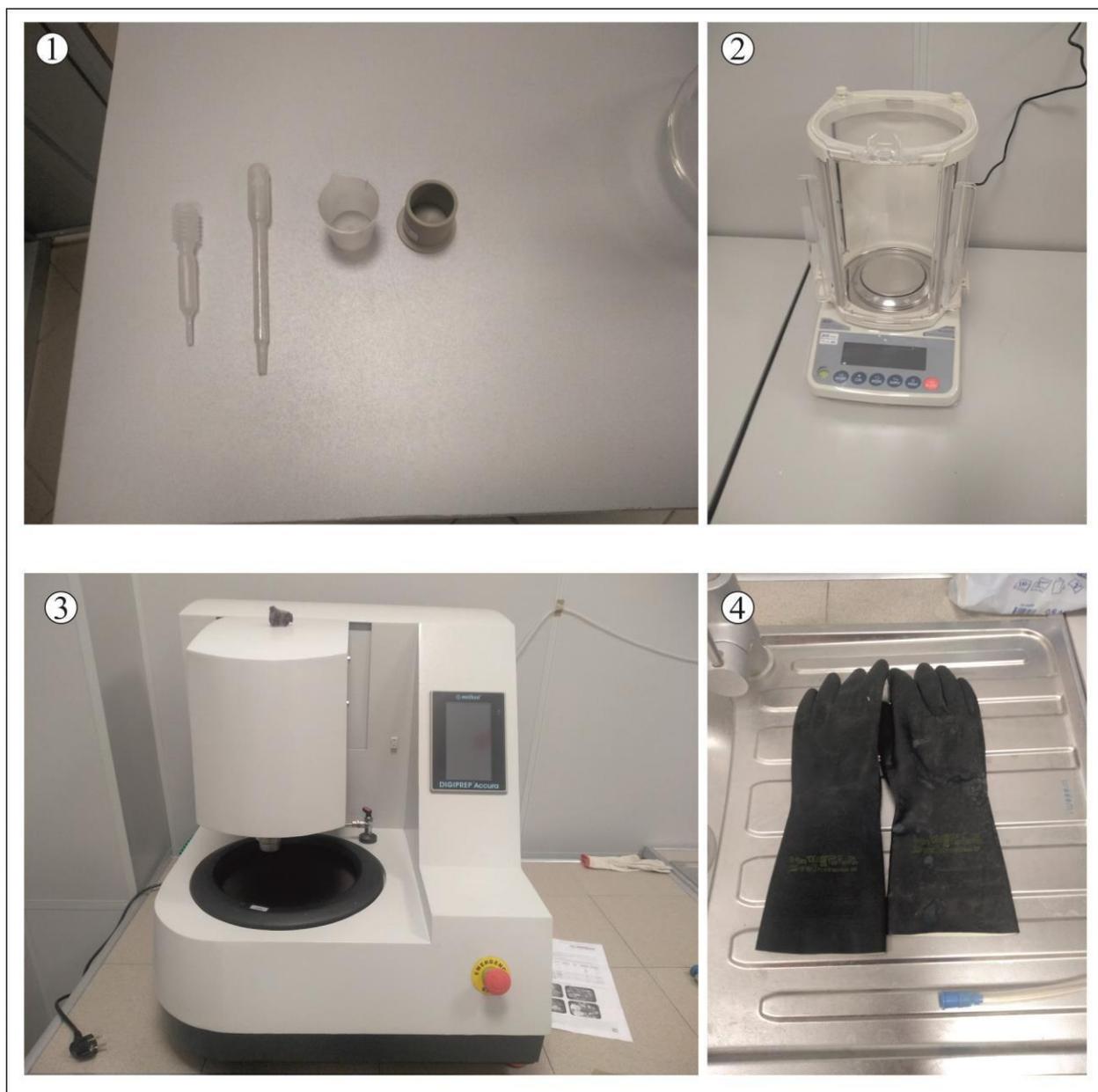
- для расчёта пропорций смола/отвердитель нужно использовать весовые пропорции и проводить смешивание смолы на весах; не забудьте поставить на весы чашку Петри, чтобы не пролить на них смолу;
- заливать шашки следует в чашках Петри или бумажных стаканчиках;
- если вы планируете проводить шлифовку-полировку на станке Metkon Accura, то необходимо делать довольно «толстые» шашки из-за особенностей крепления данного станка – 1-1,5 см. После проведения шлифовки можно уменьшить толщину шашки с помощью пилы или грубой наждачной бумаги (конечно, с обратной стороны);
- при смешивании смолы с отвердителем погрешность надо брать в сторону большего количества отвердителя, т.е. лучше налить лишних несколько миллиграммов отвердителя, чем недолить;
- в пипетку отвердитель набирать с запасом. Лишний отвердитель лучше потом слить обратно в банку, так как последние капли из пипетки будут содержать большое количество воздуха.

### **Рекомендации по заливке шашек:**

- категорически не рекомендуется для ускорения застывания нагревать шашку выше 65°C. Скотч деформируется, и шашка портится;
- не проблема, если визуально кажется, что в заготовке слишком много эпоксидной смолы – при застывании она сжимается в объеме;
- сразу после извлечения из сушильного шкафа шашка еще пластичная и становится твердой только после остывания до комнатной температуры.
- чтобы удалить остатки клея и скотча с шашки в шкафу, используйте очиститель карбюратора; небольшое количество вещества наносится на клей и через некоторое время всё очищается проточной водой; с очистителем карбюратора следует работать в защитных перчатках черного цвета (голубые перчатки рассыпаются через полминуты).

### **3.3. Шлифовка и полировка шашек, углеродное напыление**

Завершающим этапом в изготовлении шашек является их шлифовка и полировка. Основной объём данной работы совершается на шлифовально-полировальном станке Metkon Accura (рис. 20). Для начала рекомендуется выровнять заднюю поверхность шашки. Эта процедура «облагораживает» внешний вид шашки и минимизирует неравномерность давления при дальнейшей обработке. Для выравнивания задней стороны шашки используется правая сторона отрезного станка Metkon Geoform (если рельеф шашки очень большой, то можно начать с правой стороны отрезного станка – предварительно установив на него рельсы с держателем). Для работы с левой стороной станка необходимо вращением шкалы микрометра отвести держатель образцов на необходимое расстояние от шлифовальной чаши. Поскольку форма шашки не позволяет использовать вакуумный держатель, шашка крепится на держатель образцов с помощью двустороннего скотча. Включается подача воды, запускается станок. Обратным вращением шкалы микрометра шашка подаётся на шлифовальную чашу. Подача шашки сопровождается покачивающими движениями держателя образцов вперед-назад. Повторять действия, пока вся задняя поверхность шашки не станет ровной и матовой. То же самое можно сделать руками на грубой и потом на мелкой наждачной бумаге. Важно обеспечить параллельность верхней и нижней сторон шашки.



*Рис. 20. Инструменты для изготовления шашки: 1 – два вида трансферных пипеток для приготовления эпоксидной смолы и извлечения тяжелой фракции, мерный стаканчик для смешивания эпоксидной смолы, стандартная форма для заливки шашек (слева-направо); 2 – весы для смешивания эпоксидной смолы; 3 – шлифовально-полировальный станок Metkon Accura; 4 – перчатки для работы с едкими веществами*

Процедура шлифовки-полировки верхней части шашки состоит из двух частей. Первая – вывод зёрен циркона на поверхность (шлифовка). Её суть в том, чтобы удалить слой эпоксидной смолы, покрывающий зёрна, а также сошлифовать зёрна цирконов примерно на треть-половину их толщины. Если шашка плохо отшлифована, то зёрна либо не выйдут на поверхность, либо будут иметь малую площадь поверхности для проведения аналитических исследований. Также плохо, если шашка перешлифована, тогда зёрна имеют слишком малую площадь для аналитики. Крайний вариант брака – зёрна сошлифованы полностью. Таким образом, данная процедура требует терпения и постоянного контроля, который

осуществляется при помощи оптического микроскопа Carl Zeiss AxioScope A1 в отражённом и проходящем свете (есть на Линии 3 и 4). Выведенные на поверхность зёрна приобретают характерный блеск, тогда как погружённые в смолу зёрна не блестят. Вторая часть – полировка необходима для выравнивания поверхности кристаллов. Плохо полированные кристаллы будут иметь дефекты и шероховатости поверхности. На переполитованных шашках зёрна будут сильно выступать над поверхностью шашки, так как смола сполيرывается быстрее, чем цирконы. Контроль полировки осуществляется в отражённом свете и выражается в увеличении интенсивности блеска зёрен и удалении с их поверхности трещин и дефектов.



*Рис. 21. Абразивная бумага и пленка (сверху) и алмазные пасты (снизу) для шлифовки и полировки*

Есть три варианта проведения шлифовки и полировки: 1) вручную алмазными пастами; 2) вручную на станке; 3) на станке с помощью автоматических программ. Первый способ –

классический. Берётся твердая бумага или сукно, на неё наносится крупная алмазная паста. Шашка держится руками и, равномерно надавливая на неё, круговыми движениями, совершается шлифовка. Затем меняется бумага, берётся более мелкая алмазная паста, процедура повторяется, пока не дойдёт до самой мелкой пасты 1-2 микрона. После каждой смены пасты необходимо осуществлять контроль под микроскопом.

Ту же самую процедуру можно и лучше делать на абразивных кругах из наждачной бумаги разной зернистости и использовать алмазную пасту размерностью 1 микрон только на самом заключительном этапе (рис. 21).

Второй и третий способы подразумевают *работу со станком Accura*. Для начала необходимо включить питание станка на его задней стороне. Для работы необходимо войти в учётную запись – пароль по умолчанию «1840». Шлифование проводится с помощью алмазных дисков на магнитной подложке с различной зернистостью, а также с помощью суконных дисков, алмазных суспензий и лубриканта. Алмазные суспензии уже загружены в станок, поэтому можно наносить их как руками из разбрызгивателей, так и нажатием соответствующих кнопок на дисплее станка. Подача воды осуществляется с небольшого крана рядом с диском.

Отличие ручного режима от автоматического заключается в том, что при ручном режиме шашка держится руками, а в автоматическом – с помощью держателя образцов с прижимом за счёт напора воздуха. Также при автоматическом режиме помимо вращения шлифовального диска происходит вращение держателя. Чтобы снять или надеть держатель образцов, необходимо, придерживая его одной рукой, приподнять крепёжное кольцо и вставить или вытащить держатель.

Скорость вращения диска при автоматическом режиме следует выбирать 150 оборотов в минуту и 50 оборотов в минуту для вращения держателя. Для ручного режима можно выбрать более быстрый режим 200-250 оборотов в минуту, так как нет вращения держателя. Сила прижима образца 15 N при шлифовке и 20 N при полировке. Грубая шлифовка выполняется на алмазном диске 18 микрон с подачей воды в течение одной минуты, затем на диске 6 микрон в течение двух минут. Первичная полировка выполняется на зелёном сукне с добавлением абразива 3 мкм (впрыскивание 0,1 раз в 5 секунд) и лубриканта (0,2 раза в 3 секунды) продолжительностью 2 минуты. Окончательная полировка выполняется на бежевом сукне с добавлением абразива 0,25 мкм (впрыскивание 0,1 раз в 5 секунд) и лубриканта (0,2 раза в 3 секунды) в течение двух минут. Перечисленные выше параметры – это рекомендации производителя, которые не обязательно будут адекватно работать с вашим материалом. Прежде чем шлифовать свою шашку, рекомендуется сделать пробную шашку с 5 зёрнами, на которой можно будет определить приемлемые параметры работы станка.

Также, если используются разные эпоксидные смолы, возможно, что схема, работающая с одной смолой, не подойдёт для другой смолы.

#### **Рекомендации по проведению шлифовки и полировки шашек:**

- *самая распространенная ошибка начинающих – несвоевременный/редкий контроль под микроскопом и в результате – потеря всех зёрен;*
- *перед использованием станка категорически рекомендуется ознакомиться с инструкцией и назначением различных кнопок;*
- *перед работой на станке убедитесь, что он включен в розетку, подключен к компрессору, открыто водоснабжение и открыт кран для подачи воды;*
- *когда выбираете автоматический режим, не спешите нажимать следующую кнопку – компьютеру требуется время, чтобы вывести на дисплей все возможные варианты.*

После всех проделанных процедур у вас в руках должна быть идеально отполированная эпоксидная шашка со стройными рядами цирконов. Далее надо шашку подготовить для получения катодolumинесцентных изображений, для чего требуется напыление углерода. Углеродный напылитель (рис. 22) стоит в чистом помещении – стеклянном боксе на Линии 3.

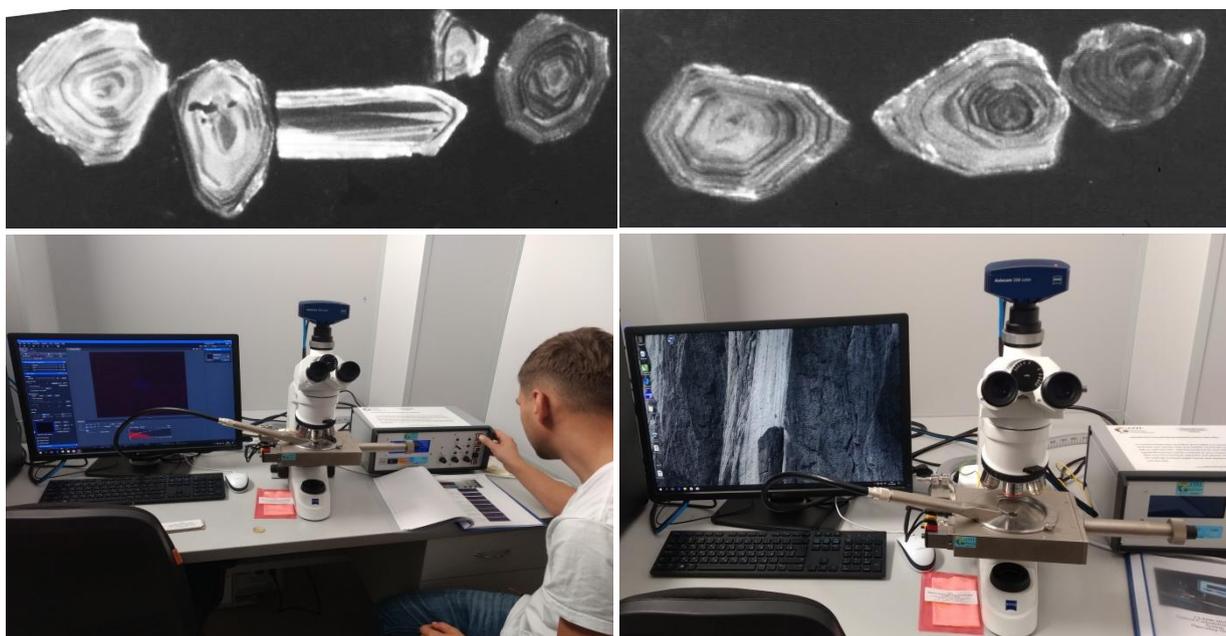


*Рис. 22. Вакуумная система для напыления тонких углеродных плёнок*

## ЧАСТЬ 4. ПОЛУЧЕНИЕ КАТОДОЛЮМИНЕСЦЕНТНЫХ ИЗОБРАЖЕНИЙ

### – Линия 4

Нанесение тонкого слоя углерода на хорошо отполированную поверхность шашки необходимо для получения катодолюминесцентных изображений внутреннего строения зерен циркона. Такие изображения позволят выделить участки в зерне, наиболее подходящие для датирования. Например, для магматических цирконов, которые датируются U-Pb-методом чаще всего, лучшими являются участки с хорошо проявленной осцилляторной зональностью (рис. 23, верхний ряд).



*Рис. 23. Верхний ряд – катодолюминесцентные изображения внутреннего строения зерен циркона магматического происхождения. Нижний ряд – получение катодолюминесцентных изображений внутреннего строения зерен минералов с помощью блока визуализации CL8200 Mk5-2 (optical cathode luminescence system)*

В ЦПП ЛЭПОМ катодолюминесцентные изображения можно получить с помощью специального блока визуализации, установленного на оптический микроскоп (рис. 23, нижний ряд). Для этого нужно овладеть навыками работы на петрографическом микроскопе, внимательно изучить инструкцию по работе с системой визуализации и пройти инструктаж у ответственного сотрудника ЦПП.

После того как катодолюминесцентные изображения зерен получены, надо выбрать точки для датирования цирконов методами SHRIMP (super high resolution ion mass spectrometry – ионная масс-спектрометрия высокого разрешения) или LA ICP MS (laser ablation inductively coupled mass spectrometry – масс-спектрометрия на индуктивно связанной

плазме с лазерной абляцией). Непосредственно перед датированием углеродное напыление надо удалить с помощью лабораторной салфетки, а затем слегка приполировать на мягком круге с использованием алмазной пасты или на финишной пленке с зернистостью 0,1 микрон (раздел 3.3, рис. 21).

Научное издание

**Котлер Павел Дмитриевич,  
Сафонова Инна Юрьевна**

**ПРОБОПОДГОТОВКА ГОРНЫХ ПОРОД И МИНЕРАЛОВ  
ДЛЯ ГЕОХИМИЧЕСКИХ И ГЕОХРОНОЛОГИЧЕСКИХ  
ИССЛЕДОВАНИЙ**

Методическое пособие

по работе с оборудованием для измельчения проб и сепарации цирконов  
в Центре пробоподготовки Лаборатории эволюции палеоокеанов  
и мантийного магматизма ГГФ НГУ

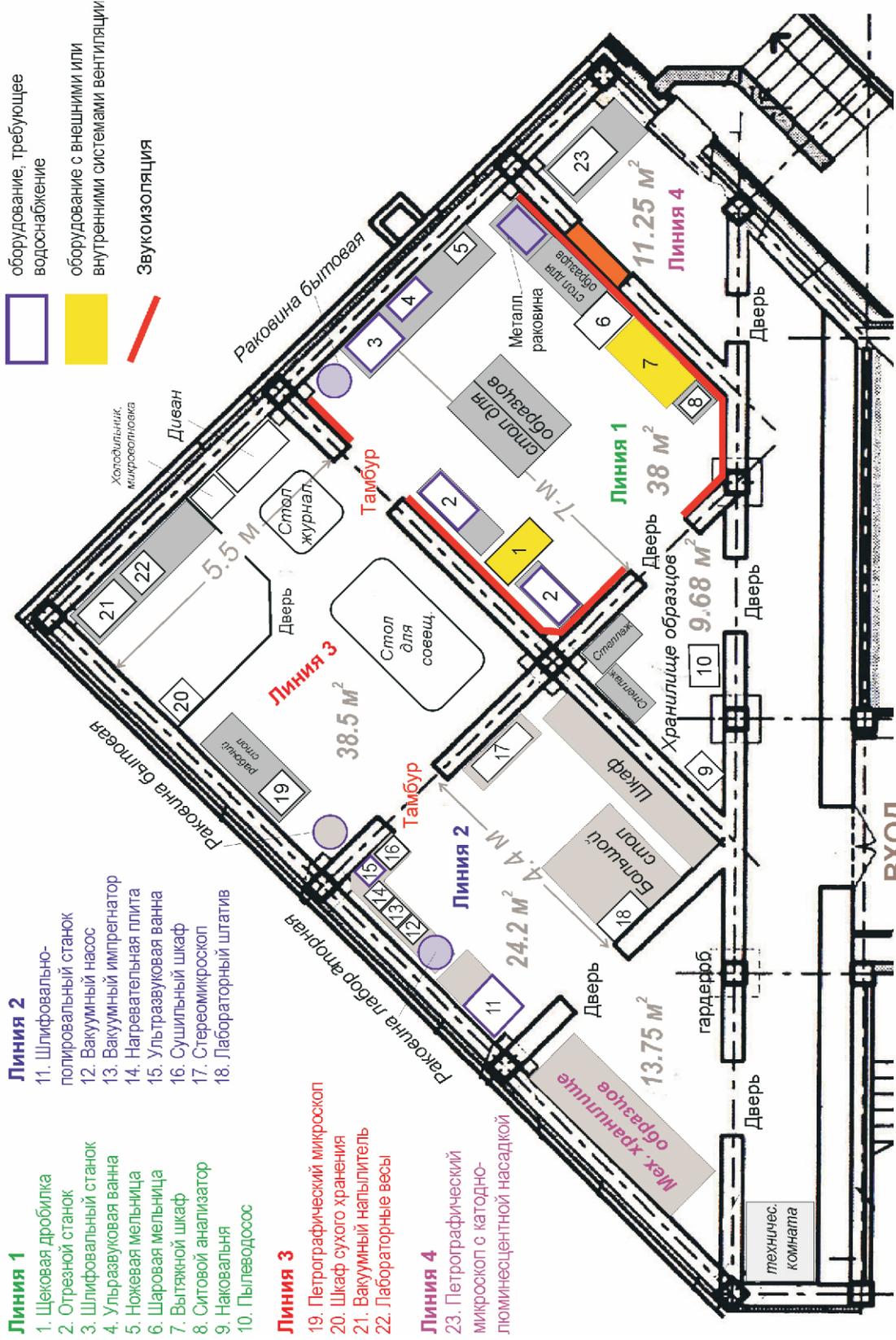
Редактор С. В. Исакова

Обложка Е. В. Неклюдовой

Подписано в печать 31.10.2019 г.  
Формат 60x84 1/8. Уч.-изд. л. 5. Усл. печ. л. 4,6.  
Тираж 50 экз. Заказ № 251  
Издательско-полиграфический центр НГУ.  
630090, Новосибирск, ул. Пирогова, 2.

# ЦЕНТР ПРОБОПОДГОТОВКИ, ЛЭПОМ

-  оборудование, требующее водоснабжение
-  оборудование с внешними или внутренними системами вентиляции
-  звукоизоляция



## Линия 1

1. Щелочная дробилка
2. Отрезной станок
3. Шлифовальный станок
4. Ультразвуковая ванна
5. Ножевая мельница
6. Шаровая мельница
7. Вытяжной шкаф
8. Ситовый анализатор
9. Накладья
10. Пылесос

## Линия 2

11. Шлифовально-полировальный станок
12. Вакуумный насос
13. Вакуумный импрегатор
14. Нагревательная плита
15. Ультразвуковая ванна
16. Сушильный шкаф
17. Стереомикроскоп
18. Лабораторный штатив

## Линия 3

19. Петрографический микроскоп
20. Шкаф сухого хранения
21. Вакуумный напылитель
22. Лабораторные весы

## Линия 4

23. Петрографический микроскоп с катодно-люминесцентной насадкой

**ВХОД**  
комната 0153  
1 блок

ISBN 978-5-4437-0963-5



9 785443 709635