

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ
Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

УТВЕРЖДАЮ
Проректор-директор ИПР

_____ А.К. Мазуров
« ___ » _____ 2010 г.

А.В. Волостнов, А.В. Таловская

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ВЕЩЕСТВЕННОГО СОСТАВА ПРИРОДНЫХ ОБЪЕКТОВ

Методические указания к выполнению лабораторных работ
по курсу «Методы исследования вещественного состава
природных объектов» для студентов, обучающихся по специальности
020804 «Геоэкология»

Издательство
Томского политехнического университета
2010

УДК 552.08 (076.5)

ББК 26.31.я7

В683

Волоснов А.В.

В683 Методы исследования вещественного состава природных объектов: методические указания к выполнению лабораторных работ по курсу «Методы исследования вещественного состава природных объектов» для студентов, обучающихся по специальности 020804 «Геоэкология» / А.В. Волоснов, А.В. Таловская; Национальный исследовательский Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2010. – 48 с.

УДК 552.08(076.5)

ББК 26.31.я7

Методические указания рассмотрены и рекомендованы
к изданию методическим семинаром кафедры
геоэкологии и геохимии ИГНД
«2» октября 2009 г.

Зав. кафедрой ГЭГХ
доктор геол.-мин. наук

_____ *Л.П. Рихванов*

Председатель
учебно-методической комиссии

_____ *Н.А. Осипова*

Рецензент

Профессор, доктор геолого-минералогических наук
С.И. Арбузов

© ГОУ ВПО «Национальный исследовательский
Томский политехнический университет», 2010

© Волоснов А.В., Таловская А.В.

© Оформление. Издательство Томского
политехнического университета, 2010

Содержание

| | |
|---|----|
| Введение. | 4 |
| Лабораторная работа № 1 Определение рудных минералов под микроскопом по их диагностическим свойствам. | 5 |
| Лабораторная работа № 2 Анализ шлихов комплексом методов исследования. | 9 |
| Лабораторная работа № 3 Определение химического состава вещества локальным спектральным анализом с лазерным отбором пробы. | 17 |
| Лабораторная работа № 4 Определение минерального состава рентгеноструктурным анализом. | 20 |
| Лабораторная работа № 5 Люминесцентное исследование минералов. | 25 |
| Лабораторная работа № 6 Определение характера распределения и содержания радиоактивных элементов в минералах методом осколочной радиографии (f-радиографии). | 27 |
| Лабораторная работа № 7 Определение радиоактивных элементов методом α -спектрометрии. | 30 |
| Лабораторная работа № 8 Исследование вещества методом растровой электронной микроскопии. | 34 |
| Лабораторная работа № 9 Диагностика вещества комплексом методов. | 37 |
| Список литературы. | 39 |
| Приложения. | 43 |

Введение

Методические указания по лабораторным работам по курсу «Методы исследования вещественного состава природных объектов» предназначены для студентов и магистрантов, обучающихся по специальностям 020804 «Геоэкология».

В настоящих методических указаниях представлен цикл лабораторных работ, в которых рассматриваются основные методы, применяющиеся для изучения вещественного и элементного состава в современных исследованиях.

Курсы «Методы исследования вещественного состава природных объектов» преследуют своей целью не только обучить студентов методам, применяемым при изучении вещественного состава руд и минералов, но и научить целенаправленно комплексовать изученные методы для решения вопросов, связанных с определением вещественного и элементного состава природных и техногенных образований.

Предлагаемые лабораторные работы с элементами научных исследований, предназначены для самостоятельного выполнения студентами и магистрантами под руководством преподавателя. После выполнения основных лабораторных работ студентам и магистрантам предлагается выполнить итоговую контрольную работу по диагностике вещества комплексом методов для решения конкретной геологической или геоэкологической задачи.

Лабораторная работа № 1

Определение рудных минералов под микроскопом по их диагностическим свойствам

Цель и задачи

Целью предлагаемой лабораторной работы является закрепление теоретических знаний, полученных в курсе «Методы исследования вещественного состава природных объектов». Для выполнения данной лабораторной работе студенту предоставляется аншлиф горной породы в котором необходимо провести диагностику рудных минералов по их оптическим, физическим и химическим свойствам.

Схема исследования анишлифа

1 этап. Определение диагностических свойств рудных минералов. Определение диагностических свойств рудных минералов производится оптическим способом в отраженном плоско поляризованном свете на рудных микроскопах типа ПОЛАМ. Для каждого рудного минерала необходимо определить оптические и собственно физические свойства. Оптические свойства включают отражательную способность, цвет или дисперсию отражательной способности, двуотражение, анизотропию, внутренние рефлексы. Изучать оптические свойства рудных минералов следует в той последовательности, в какой они указаны: в первую очередь, свойства, наблюдаемые в параллельных николях, затем – в скрещенных николях.

Отражательная способность – свойства минералов отражать падающей на его полированную поверхность свет определенной интенсивности. Показатель отражения (R) минерала – функция показателя преломления (N) и коэффициента поглощения (K). Отражательную способность определяют относительно эталонов отражательной способности – галенита и сфалерита (выше галенита, выше сфалерита, но меньше галенита, ниже сфалерита).

Цвет. Цвет рудных минералов в отраженном свете – это следствие дисперсии отражательной способности. Цвет оценивается по зрительному восприятию при сопоставлении с эталонами цветов: с сфалеритом (серый), с галенитом (белый), с теннантитом (светлосерый), с халькопиритом (желтый), с пирротином (кремовый), никелином (кремоворозовый), с ковеллином (синий).

Двуотражение. Явление двуотражения наблюдается у анизотропных кристаллов, показатели отражения которых для различных направлений неодинаковы. Явление двуотражения заключается в том, что анизотропный минерал при наблюдении под микроскопом с одним нико-

лем-поляризатором при вращении предметного столика меняет через 90 градусов свою яркость или цвет.

Анизотропия. По отношению к поляризованному свету минералы делятся на анизотропные и изотропные. Анизотропию наблюдают при двух николях при повороте столика микроскопа на 90°, происходит изменение окраски или интенсивности окраски.

Внутренние рефлексy. Это явление, обусловленное проникновением на некоторую глубину падающего света и отражением его от внутренних частей минерала. Наличие внутренних рефлексов определяется при помощи косою освещения.

Твердость. Студентам предлагается определить твердость минералов любым из доступных способов: по характеру полированной поверхности, по рельефу светлой линии, по рельефу путем косою освещения, по абразивным штрихам, по металлическим иглам (при помощи стальной иглы, твердость которой 5, при помощи медной иглы, твердость которой 3).

Магнитность. Методы определения магнитности минералов: с помощью магнитной стрелки, намагниченной стальной иглой, магнитом.

2 этап. Диагностика рудных минералов с указанием размеров и процентного содержания минералов. По установленным диагностическим свойствам определяется минеральный состав данного студенту аншлифа по определительным таблицам С.А. Юшко (1976, 1978). Например, минерал с отражательной способностью выше галенита, желтовато-белого цвета, изотропный, без внутренних рефлексов, высокой твердости, немагнитный. По определительной таблице С.А. Юшко находим название минерала – пирит. Также производится диагностическое травление и качественный микрохимический анализ. В тех случаях, когда минеральные выделения вызывают затруднения в диагностике, необходимо использовать другие методы исследования. Измерение минеральных зерен под микроскопом проводится с помощью объект-микрометра. Для этого необходимо определить цену деления окуляр-микрометра при различных объективах.

Цена деления определяется следующим образом: объект-микрометр устанавливается на столик микроскопа, а затем микрометренную линейку окуляр-микрометра совмещают с аналогичной объект-микрометра и подсчитывают, скольким делениям объект-микрометра соответствует одно деление микрометренного окуляра.

Пример: 20 делений микрометренного окуляра соответствует 26 делениям объект-микрометра, так как каждое деление объект-микрометра равняется 0,01, то одно деление микрометренного окуляра будет равно $0,26:20 = 0,013$ мм.

Для подсчета процентного содержания минералов в аншлифах студентами осваивается сравнительный метод с помощью палеток. Необходимо также выполнить зарисовки или фотографирование изучаемых минералов.

3 этап. Изучение текстурно-структурных особенностей руды, анализ взаимоотношений выявленных минералов и их генераций. На третьем этапе проводится изучение текстурно-структурных особенностей руды с анализом взаимоотношений выявленных минералов и их генераций. Текстуры руд характеризуются минеральными агрегатами, а это способствует выделению стадий и ступеней минералообразования. Для структур руд характерны минеральные индивиды, которые и определяют последовательность в выделении минералов в каждой стадии. Вопрос о стадийности минералообразования довольно сложен и требует детальной проработки. В приложении 3 изложены материалы которые помогут как в решении конкретной задачи, так и в дальнейшей деятельности.

При изучении текстурно-структурных особенностей руд необходимо делать зарисовки или фотографии установленных взаимоотношений минеральных агрегатов и отдельных минералов.

4 этап. Составление схемы последовательности минералообразования.

На четвертом этапе проводится самостоятельное составление схемы последовательности минералообразования табл. 3 где:

1. Указываются эпохи минералообразования – эндогенная (гипогенная); экзогенная (гипергенная) (если минералы этих эпох присутствуют).
2. Выделяются этапы минералообразования (гидротермальный, магматический, скарновый, пегматитовый, выветривания, окисления и др.).
3. Намечаются стадии – дорудная, рудная, пострудная или выделяются по минеральным ассоциациям.
4. Если есть надёжные признаки, то можно в стадии выделить ступени минералообразования.
5. Минералы записываются в строгой последовательности выделения.
6. На схеме показывается периоды тектонического дробления различной высотой кривых.
7. Текстуры и структуры руд приводятся согласно описаний в тексте.

Содержание и оформление отчета

Отчёт по лабораторной работе выполняется на листах белой бумаги формата А4 в печатном виде (приложение 1). Объем текста 5-7 страниц.

Работа должна иметь следующие разделы:

1. Титульный лист (приложение 2).
2. Цель работы.
3. Оптические исследования с минеральной характеристикой аншлафа.
4. Минеральный состав руды и текстурно-структурные особенности.
5. Схема последовательности минералообразования.

Таблица 3

Схема последовательности минералообразования

| Минералы | Гидротермальный этап | | | Этап выветривания | |
|--|--|--|---|--|-----------------------------|
| | Стадия | | | | |
| | Кварц-пиритовая | Халькопирит-сфалерит-галенитовая | Кварц-кальцитовая | | |
| Кварц | — | | — | | |
| Пирит | ■ | | | | |
| Арсенопирит | — | | | | |
| Халькопирит | | ■ | | | |
| Тетраэдрит | | — | | | |
| Сфалерит | | — | | | |
| Галенит | | | — | | |
| Кальцит | | | — | | |
| Халькозин | | | | — | |
| Ковеллин | | | | — | |
| Тектоника дробления | | | | | |
| Минерально парагенетические ассоциации и формы их проявления | Кварц-пирит-арсенопирит жилы | Халькопирит-тетраэдрит-сфалерит. Цемент брекчий | Кальцит-галенит. Галенит, прожилки, вкрапленность | Кварц-кальцит. Кальцит, жилы, прожилки | Халькозин-ковеллин |
| Текстуры руд | Массивная, брекчиевидная | | Прожилково-вкрапленная | Прожилковая, друзовая | Петельчатая |
| Структуры руд | Гипидиоморфн озернистая, скелетная, коррозионная | Аллоотриоморф нозернистая эмульсионная распада твердых растворов | Аллоотриоморф нозернистая | Аллоотриоморф нозернист. Гипидиоморфн озернистая | Метасоматического замещения |
| % | 10–50 % | 5–10 % | 1,5 % | 1 % | |

■ -50 %; ■ -10–50 %; ■ -5–10 %; — -1,5 %; — -1 %

6. Выводы с предположениями об условиях образования объекта и его промышленной ценностью.
7. Список используемой литературы.

Рекомендуемая литература

1. Гинзбург А.И., Кузьмин В.И., Сидоренко Г.А. Минералогические исследования в практике геологоразведочных работ. – М.: Недра, – 1981. – 237 с.
2. Крейг Дж., Воган Д. Рудная микроскопия и рудная петрография. – М.: Мир, 1983. – 423 с.
3. Методы минералогических исследований. Справочник. / Под ред. А.И. Гинзбурга. – М.: Недра, 1985. – 480 с.
4. Текстуры и структуры урановых руд эндогенных месторождений. Под ред. Р.П. Петрова. – М.: Атомиздат, 1977. – 280 с.

Лабораторная работа № 2

Анализ шлихов комплексом методов исследования

Цель и задачи

Целью настоящей лабораторной работы является закрепление теоретических знаний, которые были изложены в курсе «Методы исследования вещественного состава природных объектов» при изучении темы «Шлиховой анализ», и получение практических навыков определения шлихообразующих составляющих в пробах. В задачи исследования входит проработка теоретического материала; определение по оптическим диагностическим свойствам минералов шлиха и подтверждение результатов другими методами.

Для выполнения лабораторной работы студенты получают шлик с конкретного объекта (россыпное месторождение, санитарно-защитная зона промышленного предприятия и др.) и определяют состав шлиха, используя известные им методы исследования. Итогом выполненной работы является полная характеристика шлихообразующих составляющих с определением химического состава.

Схема исследования шлихов включает в себя два этапа:

I этап – Фракционирование шлихов.

II этап – Диагностика минералов.

Схема исследования шлиха

Шлихами (протолочками) называют концентраты рыхлых природных отложений, полученные при отмывке в воде и обогащенные тяжелым минералами.

Искусственный шлик – концентраты отмывки измельченных твердых пород и руд (рудные концентраты).

Общий вид шлиха – пробы почвы представлен на рис. 1

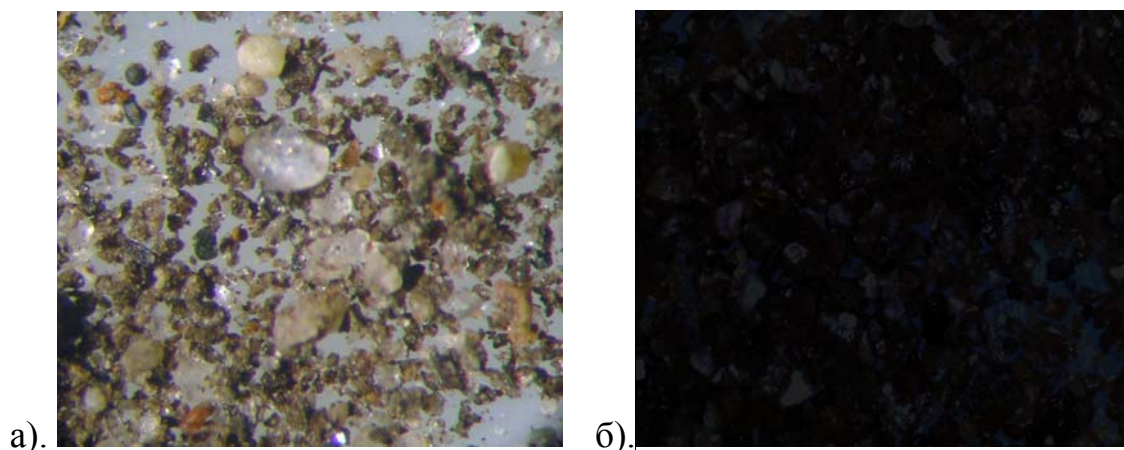


Рис. 1. Общий вид шлиха: а). проба почвы с санитарно-защитной зоны промышленного предприятия, б). проба рудного концентрата

В состав шлихов и рудных концентратов может входить большое количество минералов. Поэтому необходимо предварительное разделение на фракции с небольшим количеством минералов. Фракционирование основано на разделении по крупности, на магнитных свойствах и удельном весе минералов.

Предлагается исследовать шлик согласно общей схеме анализа шлиха, которая включает в себя следующие стадии (рис. 2).

1. Взвешивание шлиха – первая операция при обработке шлиха в лаборатории. Шлик взвешивается на технических весах с точностью до сотых долей грамма. Для шлихового анализа обычно вес средней пробы – 10-20 г. Среднюю пробу берут из равномернозернистого материала.

2. Разделение по крупности зерна. Применяют для неоднородного материала по крупности. Проводят разделение механической смеси шлиха на классы, однородные по гранулометрии, что позволяет проводить более точно дальнейшую сепарацию. Проводят отделение крупнозернистого материала (зерна более 1 мм) от мелкозернистого (менее 1 мм) с помощью сит с диаметром ячеек 1 мм. Далее берут среднюю пробу из мелкого класса для дальнейшего анализа.

3. Взвешивание фракций на технических весах.

4. Магнитная сепарация – обработка шлиха постоянным магнитом. Как известно, многие минералы способны намагничиваться в магнитном поле. Магнитная сепарация проводилась с целью извлечения из шлиховой пробы для анализа частиц, обладающих ферромагнитными свойствами. Извлекаются они из шлиха с помощью обычного постоянного магнита. Наиболее удобным и совершенным магнитом является многополюсный магнит системы А.Я. Сочнева.

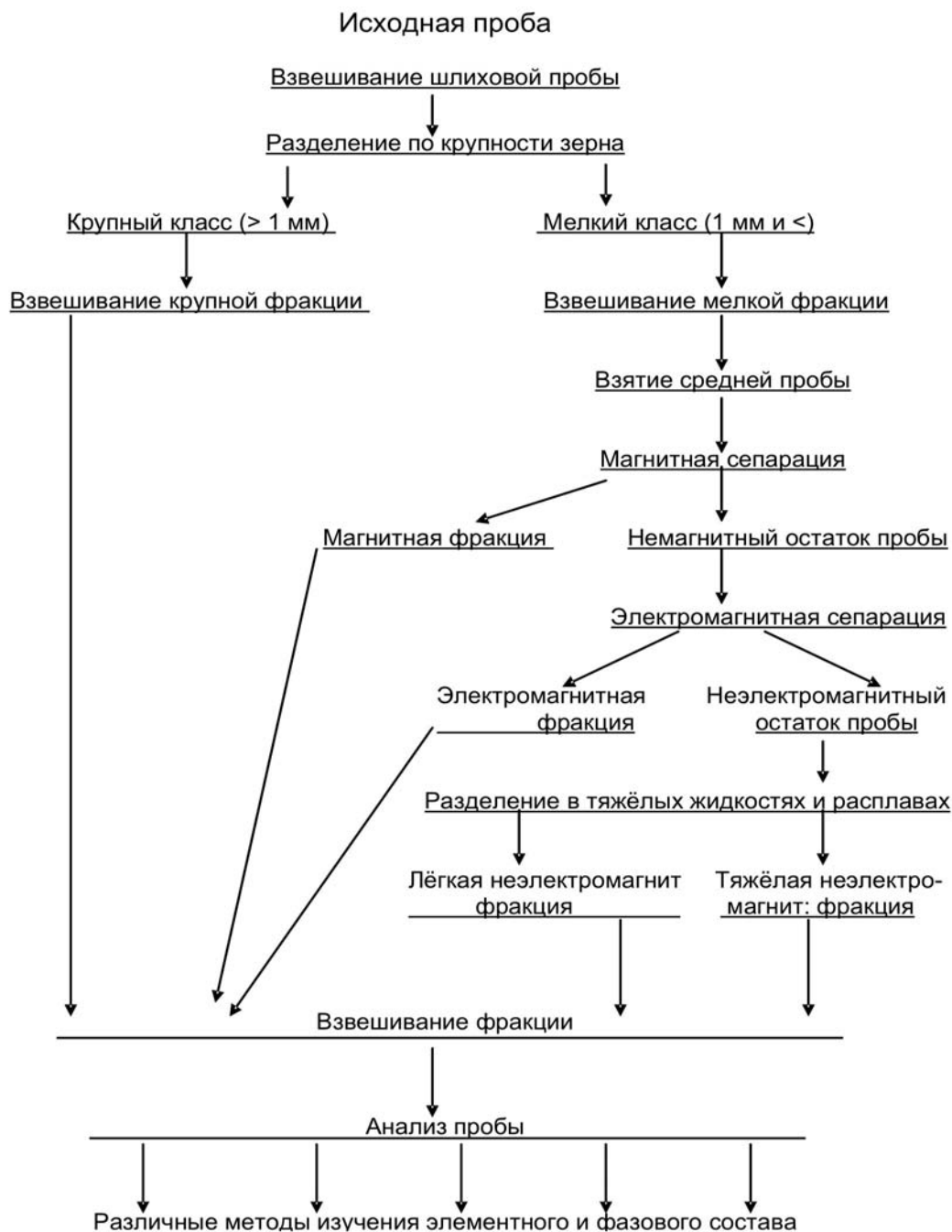


Рис. 2. Схема исследования шлиховой пробы

Этот магнит представляет собой рифленую пластинку из никель-алюминиевой стали. Пластинка намагничена таким образом, что рифли образуют 7 отрицательных и 7 положительных полюсов, чередующихся между собой. Пластинка вмонтирована в деревянную или алюминиевую колодку, которая служит рукояткой, промежутки между рифлями зашпаклеваны так, что рабочая поверхность магнита оказывается гладкой.

После отделения сильной фракции в «немагнитном» остается еще довольно много частиц, обладающих слабовыраженными магнитными свойствами.

В результате сепарации получается магнитная фракция и немагнитный остаток, который в свою очередь разделяется на электромагнитную и неэлектромагнитную фракции.

5. Электромагнитная сепарация – обработка шлиха постоянным электромагнитом. Электромагнитная сепарация, в отличие от магнитной сепарации, позволяет выделить у немагнитного остатка пробы минерала слабой магнитной проницаемости. Электромагнитная сепарация производится с помощью электромагнитов, работающих на постоянном токе.

6. Разделение в тяжелых жидкостях и расплавах. В зависимости от характера материала (шлих, рудные концентраты, почва твердый осадок снега) и целей анализа вышеуказанная схема может несколько изменяться, добавляются другие этапы: отмучивание, отмывка на легкую и тяжелую фракции. Для удаления легких минералов, не представляющих интерес при анализе и при анализе неэлектромагнитной фракции обычно применяют разделение в тяжелых жидкостях и расплавах. Тяжелые жидкости: бромформ, жидкость Туле, легкоплавкие соли и др. При разделении получаем легкую и тяжелую фракции.

7. Минералогические исследования полученных в результате сепарации фракции для определения их состава и количественной оценки на полезные компоненты (Озеров, 1959).

Диагностика минералов

Микроскопический способ является одним из распространенных способов определения качественного и количественного минералогического состава шлиховой пробы.

Диагностика минералов шлихов возможна оптическим методом. Аппаратура для диагностики минералов по внешним признакам – бинокулярные стереоскопические микроскопы марки МБС и Leica EZ4D. Используя диагностические признаки минералов (габитус кристаллов, окраску, цвет черты, блеск, твердость, спайность, характер излома, прозрачность), характеризуя форму и размеры зёрен, характер поверхности, степень окатанности, пленку вторичных образований определяют минеральный состав. При изучении минералов необходимо делать зарисовки или фотографии отобранных монофракций минеральных агрегатов и отдельных минералов.

Просмотру под бинокляром подвергаются все фракции. Проба рассыпается на стекле размером 9х12 или 6х9см в виде конуса. Стекло помещается на столик бинокляра. В целях наилучшей видимости под

стекло подкладывается лист белой бумаги. По мере просмотра, из пробы выделяется узкая полоска исследуемого материала, видимая в поле зрения бинокля. Зерна перебираются металлической или медной иглой. Стекло, по мере просмотра, постепенно передвигается до конца выделенной полоски. Количество таких полосок зависит от веса средней пробы. Просмотр считается законченным тогда, когда вся проба будет таким образом исследована. Все минералы, не поддающиеся определению по кристаллографическим и физическим свойствам, выносятся концом иглы в сторону полоски вниз или вверх и затем переносятся на предметное стекло для дальнейших исследований. Извлечение и перенос соответствующего зерна минералов осуществляется при помощи омоченного конца кисточки, пинцета или иглы.

Характеристика шлихообразующих минералов.

Магнитные минералы:

а) сильной магнитности: магнетит, титаномагнетит, пирротин, поликсен;

б) минералы средней магнитности: амфиболы, везувиан, гранаты, оливины, пироксены, слюды, ставролит, сфен, хлориты, эпидот, шпинель, браннерит, вольфрамит, гельвин, ильменит, касситерит, кнопит, колумбит, ксенотим, монацит, ортит, перовскит, пирохлор, поликраз, плеонаст, самарскит, сфалерит (марматит), танталит, торианит, торит, уранинит, фергюссонит, хлопинит, хромиты, эвксенит, эшинит. Вторичные минералы – гематит, лимонит, пиролюзит, псиломелан;

в) минералы слабой магнитности:

амфиболы, андалузит, волластонит, диаспор, кианит, кордиерит, корунд, оливины (файлит), пироксены (диопсид), силлиманит, ставролит, хиастолит, хлориты (пеннин), эпидоты, аксинит, анатаз, апатит, брукит, рутил, сфен, циркон, шпинель, алмаз, вольфрамит (гюбнерит), золото, касситерит, ксенотим, монацит, ортит, платина, петцит, приорит, серебро, сперрилит, сульфиды (антимонит, арсенопирит, висмутин, галенит, киноварь, кобальтин, марказит, молибденит, пирит, сфалерит, халькозин, халькопирит), шеелит, электрум, барит, сидерит, сподумен, топаз, турмалин (ахроит, дравит, рубеллит), фенакит, флюорит, хризоберилл. Вторичные минералы - азурит, англезит, бадделеит, ванадинит, вульфенит, лейкоксен, малахит, ковеллин, скородит, смитсонит, церрусит.

Немагнитные лёгкие минералы: берилл, графит, кальцит, кварц, мусковит, опал, полевые шпаты, халцедон, янтарь, яшма.

Перечисленные минералы возможно просмотреть в коллекции минералов шлихов и в атласе минералов россыпей. Приводится также сводная таблица минералов по фракциям (табл. 4).

Итогом выполненной работы является полная характеристика шлихообразующих минералов с определением химического состава с использованием других методов рассматриваемых в других лабораторных работах.

Содержание и оформление отчета

Отчёт по лабораторной работе выполняется на листах белой бумаги формата А4 в печатном виде (приложение 1). Объем текста 5-7 страниц. Работа должна иметь следующие разделы:

1. Введение.
2. Методы исследования
3. Определение минерального и химического состава.
4. Выводы.
5. Список используемой литературы.

Во введении необходимо указать цель работы, исходный материал и основные задачи исследования.

Во втором разделе приводится характеристика методов исследования.

В третьем разделе приводятся результаты определения минералов. Дается полная характеристика форм минеральных выделений, размеров, строения зерен, диагностические свойства. Приводятся результаты не только оптического метода, но и других примененных методов. Определяется минеральный состав с указанием химического состава.

В конце работы приводятся выводы и список литературы, использованной в процессе выполнения работы.

Рекомендуемая литература

1. Озеров И.М. Шлиховая съемка и анализ шлихов. – Л.: Гостоптехиздат, 1959. – 320с.
2. Костерин А.В. Шлихо-минералогический и шлихо-геохимический методы поисков рудных месторождений. – Новосибирск: Наука, 1972.
3. Захарова Е.М. Шлиховой метод поисков полезных ископаемых. – М.: Недра, 1989. – 160 с.
4. Трофимов Н.Н., Науменко Б.Н., Дранцов М.А. Разделение шлиха на фракции. – М.: Университет дружбы народов, 1980. – 27 с.

Юшко С.А. Методы лабораторного исследования руд. Учебное пособие для вузов. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Недра, 1984. – 389 с.

Таблица 4

Сводная таблица минералов по фракциям

| Фракции | Прозрачность минералов | Группы минералов | | | | | | | | | |
|------------------|------------------------|--|---------------------------------|--|---------------------|---|---|----------------------|---|--|--|
| | | Самородные элементы | Сульфиды, Сульфосоли и арсениды | Галлоиды окислы | и Гидроокислы | Силикаты | Титанаты, титаносиликаты, танталониобаты | Карбонаты и сульфаты | Фосфаты, вольфраматы, молибдаты, арсенаты | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | | |
| магнитная | Непрозрачные | Железо Магнитная пластинчатая Магнитное золото | Кубанит Пирротин | Магнетит Титаномагнетит | | | | | | | |
| Электромагнитная | Непрозрачные | | | Гематит Ильменит Лимонит Пирролизит Хромит | Лимонит Псилломелан | | Колумбит-танталит | | Вольфрамит Ферберит | | |
| | Прозрачные | | | Шпинель | | Амфиболы Гельвин Гранаты Оливин Ортит Пироксены | Астрофиллит Лампрофиллит Сфен Перовскит Пиррохлор | Сидерит Ярозит | Гюбнерит Ксенотим Моноцит | | |

| | | | | | | | | | |
|-----------------------------|--------------|--|--|--|--|--|--|---|--|
| Тяжелая не электромагнитная | Непрозрачны | Висмут Золото Медь Олово Осмистый иридий Платина, Свинец Серебро | Антимонит Арсенопирит Борнит Буланжерит Висмутин Галенит Кобальтин Ковеллин Марказит Молибденит Сперрит Станнин Пентландит Пирит Тетрадимит Тетраэдрит Халькопирит | Тенорит | | | Андалузит Волластонит | Азурит Базобисмутит | Апатит Ванадинит |
| | Прозрачные | Алмаз | Аурипигмент Киноварь | Кераргирит Флюорит | | | | | |
| | | | Реальгар Сфалерит | Анагас Брукит Валентинит Касситерит Кермесит Корунд Куприт Рутил Тунгстит Шпатель | | | Кианит Родонит Силлиманит Сподумен Топаз Тремолит Циркон | Малахит Родохрозит Смитсонит Церуссит Ангидрит Англезит Барит | Вульфенит Пироморфит Повеллит Скородит Шеслит Штольцит Эритрин |
| Легкая | Непрозрачные | Графит | | | | | | | |
| | Прозрачные | Сера | | Кварц | | | Берилл Гарнерит Полевые шпаты Слюды Хлориты Хризоколла | Алуит Гипс Доломит Кальцит | |

Лабораторная работа № 3

Определение химического состава вещества локальным спектральным анализом с лазерным отбором пробы

Цель и задачи

Эмиссионный спектральный анализ является наиболее широко применяемым методом определения содержания элементов по характеристическому линейчатому спектру испускания (эмиссии) свободных, нейтральных или ионизированных атомов химического элемента в оптическом диапазоне электромагнитных волн в самых разнообразных природных и искусственных материалах. Целью предлагаемой лабораторной работы является закрепление теоретических знаний, полученных в курсе «Методы исследования вещественного состава природных объектов» при изучении темы: Эмиссионно-спектральный анализ (ЭСА). Конечным итогом данной лабораторной работы будет определение элементного состава шлиховых проб отобранных в предыдущей работе.

Схема исследования

Лабораторная работа состоит из пяти этапов:

1 этап. Знакомство с установкой ЛМА-10 и МАЭС. На первом этапе дается краткая характеристика локального спектрального анализа как одного из прогрессивных методов исследования. Рассматриваются условия проведения анализа, проводится знакомство с прибором ЛМА-10 и фотоэлектрической регистрации с помощью специализированной приставки к спектрографу (типа МАЭС). Полное наименование – «Анализатор Многоканальный Атомно-эмиссионных спектров МАЭС» предназначен для измерения интенсивностей спектральных линий и последующего вычисления концентраций атомов в анализируемых пробах.

2 этап. Подготовка образцов к исследованиям. Имеется множество способов подготовки образцов для лазерного спектрального анализа, представленных в специальной литературе.

Особенности подготовки определяются геометрией и физическими свойствами образцов. Во всех случаях исследуемая поверхность образца должно удовлетворять следующим условиям: размер плоского исследуемого участка, без следов микрочастиц посторонних веществ, должна быть более 30 мкм (в особых случаях при соответствующих режимах работы лазера и микроскопа возможна диагностика образцов с размерами плоского участка до 5 мкм), с неровностями менее 0,35 мкм; плоскость исследуемого участка должна быть параллельна нижней плоскости массивного основания, к которому крепится образец. Гео-

метрические размеры твердых образцов определяют методику их подготовки и фиксации на массивном основании. После приготовления образцов необходимо их сфотографировать.

3 этап. Работа на установке ЛМА-10 с целью получения спектров исследуемого вещества. Этап подготовки ЛМА-10 к работе и проведения измерений проводятся специально обученными в области оптики и спектроскопии сотрудниками. Исследование атомного состава образцов (руд) опирается на нахождение в спектрограмме (в спектре) ограниченного количества удобных для наблюдения (регистрации) главных аналитических линий, число которых для каждого элемента не превышает пяти.

При определении малого содержания элементов из спектра выбирают наиболее чувствительные главные линии, т.е. те, которые с уменьшением концентрации элемента, дающего эти линии, исчезают в последнюю очередь. К таковым относятся линии, которые образуются при малых потенциалах возбуждения и излучаются преимущественно нейтральными атомами, реже – однократно ионизованными атомами. С увеличением концентрации исследуемого элемента может происходить самообращение спектральной линии.

В некоторых случаях, когда линии спектра излучения не попадают в рабочую область спектра или не могут быть использованы из-за наложения молекулярного спектра за счет перекрытия с линиями других элементов, используются менее чувствительные линии, для которых отсутствует перекрытие с линиями других элементов.

Традиционно, в качестве эталона по длинам волн используется спектр железа, который фотографируют рядом со спектром исследуемого образца. Длины волн линий железа тщательно идентифицированы и занесены в атлас, прилагаемый к спектрографу. При использовании МАЭС в процедуре “Профилирование” используются эталонные излучатели – лампы полого катода соответствующих элементов и т.п..

С помощью МАЭС осуществляется преобразование световых сигналов оптического спектра в электрический сигнал и далее в цифровую форму, передачу их в компьютер для проведения анализа спектров и подготовки данных для целевой обработки. Конечным итогом проведенного этапа является полученный спектр (рис. 3).

В качестве ознакомления работы прибора смотрите соответствующую документацию.

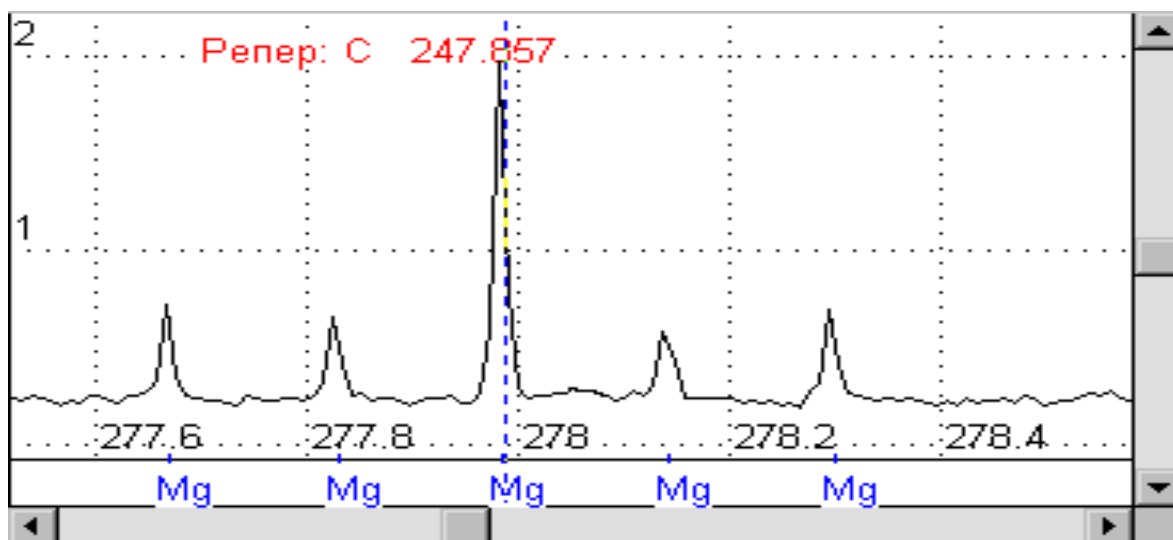


Рис. 3. Вид получаемого спектра

4 этап. Расшифровка полученных спектров в программном продукте АТОМ. Основная работа, в том числе по расшифровке полученного спектра проводится в программном продукте «АТОМ». Программный продукт «АТОМ» установлен на жестком диске компьютера в соответствующем каталоге C:\atom, работает в ОС Window 95 и настроен на установленный тип МАЭС. Он содержит основные файлы: atom.exe, atom.mnd, atombmp.dll, masicall.dll, masi3.386, masi4.386, atom.wl, atom.ini.

Основные режимы работы программы:

Профилирование – установление соответствия между номером фотодиода и длиной волны оптического излучения.

Качественный анализ – оценка предполагаемого атомного состава исследуемой пробы по измеренному спектру.

Количественный анализ – количественное определение элементного состава пробы по измеренному спектру, с использованием спектров образцов сравнения (эталонов с заданными концентрациями искоемых элементов).

Все остальные режимы работы – вспомогательные, которые дополняют основные режимы.

Подробное описание программы АТОМ (и практическая работа с ним) дано в руководстве ПО «АТОМ» за 2003 г.

5 этап. Анализ полученных результатов и оформление отчета.

На пятом этапе дается химический анализ вещества по данным спектрального микроанализа с лазерным отбором пробы. Проводится

диагностика вещества с указанием химической формулы, с указанием примесей и оформление отчета.

Содержание и оформление отчета

Отчёт по лабораторной работе выполняется на листах белой бумаги формата А4 в печатном виде (приложение 1). Объем текста 5–7 страниц. Работа должна иметь следующие разделы:

1. Титульный лист (приложение 2)
2. Цель работы
3. Методические основы метода и устройство прибора ЛМА-10
4. Подготовка образцов к исследованиям.
5. Ход эксперимента с химической характеристикой пробы представленной в виде спектров и таблиц.
6. Выводы с рекомендациями о возможности использования исследованного вещества.
7. Список используемой литературы

Рекомендуемая литература

1. Арнаутов Н.В., Глухова Н.М., Яковлева Н.А. Приближенный количественный спектральный анализ природных объектов: та блицы появления и усиления спектральных линий. – Новосибирск: Наука, 1987. – 104 с.
2. Лазерный спектральный микроанализ: Методическое руководство по работе на ЛМА-10 с использованием МАЭС. – Томск: Изд-во ТПУ, 2003. – 52 с.
3. Язиков Е.Г., Рябцева Н.А., Методические указания «Лазерный спектральный микроанализ (ЛМА-10)». – Томск, Изд. ТПИ, 1990. – 25 с.

Лабораторная работа № 4

Определение минерального состава рентгеноструктурным анализом

Цель и задачи

Методы рентгеноструктурного анализа широко используются для исследования атомной структуры вещества. Современная диагностика органических, неорганических веществ и минеральных образований невозможна без применения рентгеноструктурного анализа. Целью предлагаемой лабораторной работы является закрепление теоретических знаний, полученных в курсе «Методы исследования вещественного состава природных объектов» при изучении темы: Рентгеноструктурный анализ (РСА). Студентам предлагается самостоятельно подготовить

пробу из конкретного природного объекта и под руководством преподавателя исследовать ее минеральный состав рентгеноструктурным анализом.

Схема исследования

Лабораторная работа выполняется в пять этапов:

1 этап. Знакомство с установкой ДРОН-3М. ДРОН-3М – установка, на которой проводится диагностика структуры вещества с помощью рентгеновских лучей. Чаще всего этот вид анализа применяется для исследования твёрдых веществ, обладающих кристаллической структурой, где роль строительных единиц выполняют атомы, ионы, молекулы, комплексы и т.д. Основная закономерность – повторяемость с определённым периодом в трёх направлениях (реже в двух) элементарной ячейки, отражающей всю суть кристаллической структуры каждого вещества, его симметрию, его элементный состав.

ДРОН-3М относится к дифрактометрам с фотоэлектрической регистрацией рентгенограмм. Управление полуавтоматическое. Начальную установку параметров работы рентгеновской трубки начальный угол регистрации дифрактограммы, скорость вращения двигателя гониометра и открывание шторки рентгеновской трубки производится вручную. Пуск двигателя гониометра, регистрация дифрактограммы и остановка двигателя гониометра производится по программе «Drop.exe».

2 этап. Подготовка образцов к исследованиям. Материал (образец) измельчается до пудры в ступке, которая протирается спиртом (ацетоном) до и после истирания. Истолчённым образцом заполняется кювета из кварцевого стекла, которая предварительно смазывается вазелином и шлифовывается. Подготовленная проба устанавливается в соответствующую гониометрическую приставку.

3 этап. Работа на установке ДРОН-3М и получение дифрактограмм исследуемого вещества. Самостоятельная работа без преподавателя или ответственного за ДРОН-3М запрещена!

Перед включением необходимо проверить исходное состояние всех переключателей в соответствии с технической документацией на ИРИС-0 и на КУД-1а и на ДРОН-3М подать холодную воду для охлаждения рентгеновской трубки. Включают установку и в течение 1 часа прогревают ИРИС-0. Разогрев рентгеновской трубки проводится постепенным увеличением напряжения и силы тока с 10 кВ и 10 мА до 35 кВ и 25 мА.

Предполагается, что ДРОН-3М настроен для соответствующих исследований, т.е. выбраны величины основных параметров:

– сила тока и напряжение на рентгеновской трубке;

- рентгеновское излучение отъюстировано на оптимальный режим работы: установлены соответствующие щели, диафрагмы и фильтры;
- выбрана скорость движения детектора (в нашем случае 0,5 градуса/минуту);
- данные передаются непосредственно на компьютер через соответствующий контроллер, при работе с которым руководствуются соответствующим описанием программы.

В любом случае, такая настройка должна обеспечить чёткость положения пиков и амплитуду этих пиков в выбранном угловом диапазоне дифрактограммы.

Вращение датчика рекомендуется проводить с начального угла $9-10^0$ до конечного угла 70^0 . Это обстоятельство обусловлено опытом работы. При необходимости диапазон углов может быть расширен (до 360^0).

4 этап. Расшифровка полученных дифрактограмм.

Дифракция рентгеновского излучения на кристаллической решётке подчиняется закону Вульфа-Брегга:

$$2d \cdot \sin \theta = n\lambda \quad (1)$$

где: n – целое число,

d – межплоскостное расстояние,

λ – длина волны рентгеновского излучения,

θ – угол Вульфа-Брегга, под которым лучи, отражённые атомной плоскостью, имеют максимальную интенсивность.

Для расшифровки дифрактограмм определяют значения углов $2\theta_i$ в максимуме каждого i -го пика. По формуле Вульфа-Брегга (1) определяют межплоскостные расстояния d_i в предположении, что $n = 1$ (ибо невозможно сразу определить порядок отражения).

Рассмотрим конкретный пример:

Оценка межплоскостных расстояний

1) пусть даны пики с максимумами от $\theta_1 = 29^0$ до $\theta_2 = 40^0$ по справочнику (Михеев, 1957) в колонке 2θ находим соответствующие значения, при этом необходимы сведения об используемой трубке (например: медная трубка), т.е. смотрим в колонке d_{Cu} .

$$2 \theta = 29,5 \quad d_{Cu} = 3,028 \quad 108 \quad 105$$

$$2 \theta = 31,50 \quad d_{Cu} = 2,84 \quad 112 \quad 106$$

$$2 \theta = 36,22 \quad d_{Cu} = 2,48 \quad 124 \quad 109$$

$$2 \theta = 39,52 \quad d_{Cu} = 2,28 \quad 130 \quad 110$$

2) Возможно использование специально заготовленного Excel-файла “Cu-d заготовка”, в котором, по определенным из экспериментального

графика значений $2\theta_i$, автоматически определяются соответствующие значения d_i (это альтернатива линейке ВИМСа или примера 1).

Обработка дифрактограмм, полученных на ДРОН-3Мм

1. По экспериментальной таблице (в программе EXEL) построить график зависимости интенсивности рентгеновского излучения (отн. ед.) от дифракционного угла 2θ (градусы).

2. Перенумеровать все обнаруженные дифракционные значимые пики в порядке возрастания угла 2θ .

3. Поочередно, устанавливая курсор на максимум каждого пика, определить значения угла θ в максимуме и максимальное значение интенсивности для каждого пика I_{\max} .

4. Слева и справа каждого пика определить среднее фоновое значение $I_{\text{фон}}$.

5. Записать (ввести) полученные значения в соответствующие столбцы таблицы в заготовке (Cu-d заготовка в программе EXEL) для обработки результатов ДРОН-3Мм.

6. Характеристический спектр излучения рентгеновской трубки содержит две интенсивные (яркие) линии K_α и K_β с соответствующими значениями длин волн λ_α и λ_β .

Для каждого такого излучения после «отражения» от образца образуется своя дифракционная картина. Экспериментальная дифрактограмма является результатом наложения таких дифракционных картин.

Очень важно выделить линии дифрактограммы, которые вызваны излучением K_β .

Поэтому для каждой линии экспериментальной дифрактограммы вычисляют два значения межплоскостного расстояния d_α/n и d_β/n .

Выделение линий дифрактограммы, вызванных излучением K_β опирается на следующее:

1) $\lambda_\alpha > \lambda_\beta$ или соответственно $d_\alpha/n > d_\beta/n$;

2) излучение K_α более интенсивно по сравнению с излучением, K_β т.е. $I_{K\alpha}/I_{K\beta} \sim 3:1$.

3) значение любого выделенного межплоскостного расстояния не зависит от длины волны λ_α и λ_β .

Полученные данные в столбцах d_α , d_β и I , отн.ед. в Таблице 1 являются основанием для такого выделения (см. стр.26-27 Михеев В. И. "Рентгенометрический определитель минералов", либо в соответствующей программе расшифровки).

7. Качественный минеральный состав определяют с использованием соответствующих справочников (Михеев, 1957).

Оцениваем (приблизительно или оценочно) интенсивность (I) всех пиков, принимая наибольший из пиков за 100 %.

По двум параметрам d_i и I_i определяем качественный состав исследуемого образца.

При использовании справочника ищем номер карточки данного минерала. Пусть имеем $d = 3,029$. Тогда на стр. 156 находим:

| I/n | I | I/n | I | I/n | I | I/n | I | I/n | I | Название минерала | № |
|-------|----|-------|----|-------|---|-------|---|-------|---|------------------------------|-----|
| 3,029 | 10 | 1,044 | 10 | 1,869 | 9 | 1,912 | 8 | 2,088 | 7 | Кальцит CaCO ₃ | 424 |

Сравниваем строчки главных табличных интенсивностей и межплоскостных расстояний с определёнными значениями. Нас устраивают значения кальцита, которые находятся в 424 карточке на 488 странице этого определителя.

Принцип поиска неизвестного минерала по картотеке аналогичен.

При расшифровке дифрактограмм допускаются колебания межплоскостных расстояний, d , на 0,1-0,2 единицы.

На распечатанной дифрактограмме (по программе Ehel) предлагается красить пики различных минералов в разные цвета, что удобно при поиске. При получении данных в виде распечатки форма отчётности о проделанной работе представляется в виде расшифрованной цветной дифрактограммы, один из экземпляров передается в архив лаборатории кафедры, другой – в соответствующий отчет.

5 этап. Анализ полученных результатов и оформление отчета.

В последнем этапе проводится анализ минерального состава образца определенного с помощью рентгеноструктурного анализа и делаются выводы.

Содержание и оформление отчета

Отчёт по лабораторной работе выполняется на листах белой бумаги формата А4 в печатном виде (приложение 1). Объем текста 5–7 страниц. Работа должна иметь следующие разделы:

1. Титульный лист (приложение 2).
2. Цель работы.
3. Методика выполнения работ и устройство дифрактометра ДРОН-3М.
4. Подготовка образцов к исследованиям.
5. Ход эксперимента с получением дифрактограммы и таблиц.

6. Выводы с рекомендациями о возможности использования минерального сырья.

7. Список используемой литературы.

Рекомендуемая литература

1. Гиллер Я.Л. Таблицы межплоскостных расстояний / в 2-х томах, Т.2, – М: Недра, 1966. – 360 с.
2. Михеев В.Н. Рентгенометрический определитель минералов. – М.: Гос. научн.-техн. изд-во, 1957. – 34 с.
3. Недома И. Расшифровка рентгенограмм порошков. – М.: Металлургия, 1975. – 56 с.
4. Powder Diffraction File. ISPDFS, International Centre for Diffraction Data. (ASTM). – (картотека Американского общества испытателей материалов ASTM). Наиболее полный рентгенометрический справочник.

Лабораторная работа № 5 Люминесцентное исследование минералов

Цель и задачи

Люминесценцией называют неравновесное излучение, избыточное по отношению к тепловому излучению тела, после возбуждения продолжающееся в течение времени, значительно превышающего период световых колебаний ($\tau \sim 10^{-10}$). Целью предлагаемой лабораторной работы является закрепление теоретических знаний, полученных в курсе «Методы исследования вещественного состава природных объектов» и знакомство на практике с методами люминесцентного анализа.

Схема исследования

Лабораторная работа состоит из двух этапов:

1 этап. Знакомство с методами люминесцентного анализа. В зависимости от способа возбуждения выделяют несколько видов люминесценции, различающихся также характером физических процессов, протекающих в минерале:

фотолюминесценция – возбуждение производится электромагнитным излучением оптических частот;

катодолюминесценция – возбуждение осуществляется за счет энергии падающих электронов;

радиолюминесценция – возбуждение возникает под действием различных видов радиоактивного излучения;

хемилюминесценция – возбуждение возникает за счет энергии химических реакций;

термолюминесценция – свечение возникающее при нагревании;
триболюминесценция – свечении возникающее при трении.

Разные виды люминесценции требуют для своего изучения различной аппаратуры и позволяют получать разные данные о составе и структуре минерального вещества.

Наиболее широко распространены фото- и термолюминесценция из-за относительной простоты интерпретации получаемых данных и их применения для решения практических задач, не требующих сложной и дорогой аппаратуры.

Для исследования люминесцентных свойств радиоактивных минералов, а в частности минералов урана в основном используют метод фотолюминесценции. Фотолюминесцентные свойства урановых минералов хорошо изучены в длинных волнах с $\lambda \sim 300\text{--}400$ мк. Короткие ультрафиолетовые лучи возбуждают еще более яркую фотолюминесценцию урановых минералов, затушевывая при этом оттенки спектра люминесценции.

2 этап. Исследование минералов методом фотолюминесценции.

На втором этапе подробно рассматривается метод фотолюминесценции в ультрафиолетовых лучах. Для исследования берутся различные вторичные минералы урана, шеелит, органические вещества, денежные знаки, которые исследуются в пучке ультрафиолетового света, получаемого с помощью люминоскопов ЛСП-101, ЛСП-103, «Шеелит» и др. Исследуются минералы с характерными цветами интерференции: шрекингерит, отенита, уранофан.

После просмотра минералов с характерным спектром люминесценции предлагается самостоятельно исследовать какой-либо образец. Вначале рекомендуется просмотреть люминесценцию при нормальных условиях, затем при 77 К (Т° жидкого азота) наблюдать криолюминесценцию. Для этого образец опускается в сосуд с жидким азотом, охлаждается и исследуется в ультрафиолетовых лучах. Охлаждение часто позволяет выявить минералы при обычных условиях не люминесцирующие (ярко-желтое свечение касситерита, свечение тонковкрапленных гидроокислов и силикатов уранила, зелёное свечение данбурита, синее свечение датолита).

Классификация урановых минералов по фотолюминесцентным свойствам в длинных волнах производится по цвету спектра люминесценции (голубовато-зеленый, желтовато-зеленый, желтый и т.д.) и по интенсивности люминесценции (очень сильная, сильная, умеренная, слабая, очень слабая, отсутствует). В каждой группе однотипно люминесцирующих минералов отдельные виды расположены в порядке убывания интенсивности свечения.

По прекращении возбуждения люминесценции у урановых люминесцирующих минералов исчезает послесвечение (фосфоресценция), но, в отличие от других люминесцирующих минералов, для них характерно наличие полос в желто-зеленой и голубой частях спектра, за исключением уранопилита и β -уранопилита, у которых наблюдается сплошной спектр люминесценции.

Содержание и оформление отчета

Отчёт по лабораторной работе выполняется на листах белой бумаги формата А4 в печатном виде (приложение 1). Объем текста 3-5 страниц. Работа должна иметь следующие разделы:

1. Титульный лист (приложение 2).
2. Цель работы.
3. Методические основы люминесцентных методов.
4. Описание проводимых операций.
5. Выводы.
6. Список используемой литературы.

Рекомендуемая литература

1. Галюк В.А. Руководство к лабораторным занятиям по курсу «Минералогия и геохимия радиоактивных элементов». – М.: Высшая школа, 1964. – 138 с.
2. Горобец Б.С., Гафт М.Л., Подольский А.М. Люминесценция минералов и руд / Учебное пособие. – М.: Недра, 1989. – 53 с.

Лабораторная работа № 6

Определение характера распределения и содержания элементов в минералах методом осколочной радиографии (f-радиографии)

Цель и задачи

Метод осколочной радиографии (f-радиография) основан на процессе деления ядер урана и тория под воздействием тепловых нейтронов в ядерном реакторе. Метод f-радиографии позволяет с высокой чувствительностью и точностью выявлять пространственное распределение урана и тория при одновременном определении локальных и общих концентрациях. Метод обладает повышенной чувствительностью (порог чувствительности порядка $n \cdot 10^{-10}$ г/г) и применяется как для качественных, так и для количественных определений радиоактивных элементов в образцах пород и минералов.

Целью предлагаемой лабораторной работы является закрепление теоретических знаний, полученных в курсе «Методы исследования ве-

щественного состава природных объектов» и освоение методики осколочной радиографии (f-радиографии).

Схема исследования

Лабораторная работа состоит из следующих этапов:

1 этап. Знакомство с методикой f-радиографических исследований. На первом этапе студентам предлагается ознакомиться с методикой f-радиографии. При подготовке на f-радиографию шлифы должны быть очищены от пыли, промыты водой и высушены. Для количественного подсчета треков на шлиф наносится эталон и хорошо просушивается при комнатной температуре. Затем шлиф покрывается лавсановой пленкой. Пленка должна быть плотно прижата к поверхности шлифа. Для этого она с двух сторон шлифа укрепляется с помощью клея или клейкой ленты. Подготовленные таким образом шлифы заворачиваются в алюминиевую фольгу и собираются в «конфету». При этом нужно помнить, что: каждый шлиф должен быть отделен слоем фольги, толщина «конфеты» не должна превышать 2,5 см. Затем «конфету» отправляют на ядерный реактор, где и происходит облучение тепловыми нейтронами. После некоторого промежутка времени (после спада наведенной активности) «конфета» возвращается с ядерного реактора.

Для того чтобы увидеть следы осколков деления урана-235 под воздействием тепловых нейтронов в оптическом микроскопе (треки), необходимо овладеть методикой травления лавсана. Студенты самостоятельно готовят раствор 40% КОН, экспериментально определяют время травления (начальное время травления рекомендуется 10 минут).

2 этап. Подсчет количества треков у разных минералов и объектов исследования. На втором этапе исследования происходит подсчет количества треков у разных минералов (рис. 4). Полученные данные анализируются.

Расчёт содержания элемента в минерале и породе по данным f-радиографии производится по формуле (2):

$$C_M = \frac{C_Э}{\rho_Э} \rho_M * \frac{1}{K}, \quad (2)$$

где C_M и $C_Э$ – содержание элемента в минерале и эталоне;

$C_Э$ – 7,23 г/т

ρ_M и $\rho_Э$ – плотность треков над минералом и эталоном;

$\frac{1}{K}$ – коэффициент учитывающий различную плотность минерала и

эталона табл. 5.

В связи с развитием науки и техники радиографические исследова-

ния подсчета треков можно выполнять при помощи систем автоматического обработки изображения. Для чего необходимо применять специальное программное обеспечение в комплексе с высокоточными видеокамерами.

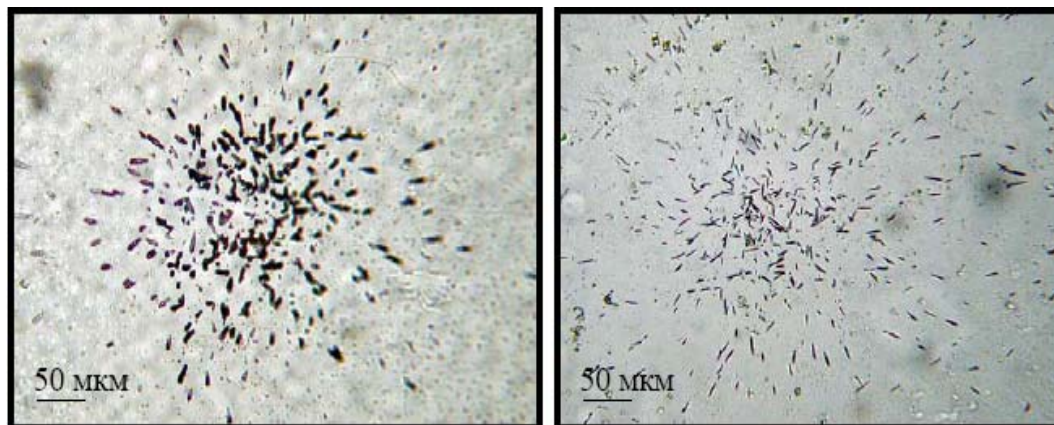


Рис. 4. Распределение урана. Лавсановый детектор.

Таблица 5

Значение $\frac{1}{K}$ для разных минералов

| № п/п | Минерал | $\frac{1}{K}$ | № п/п | Минерал | $\frac{1}{K}$ |
|-------|-----------|---------------|-------|-----------------------|---------------|
| 1 | Магнетит | 1,61 | 9 | Оливин | 1,23 |
| 2 | Эпидот | 1,37 | 10 | Кварц | 1,12 |
| 3 | Хлорит | 1,26 | 11 | Альбит | 1,10 |
| 4 | Доломит | 1,25 | 12 | Анортит | 1,10 |
| 5 | Пироксен | 1,24 | 13 | Калиевый полевой шпат | 1,04 |
| 6 | Актинолит | 1,20 | 14 | Лейкоксен | 1,53 |
| 7 | Мусковит | 1,21 | 15 | Циркон | 1,50 |
| 8 | Биотит | 1,18 | 16 | Биотит | 1,49 |

3 этап. Определение характера распределения элементов в минералах и предполагаемых форм нахождения. На данном этапе предлагается изучить пространственное распределение элементов в минералах и по произведенному подсчету количества треков в минералах одного состава и происхождения сделать соответствующие выводы. Характерные и заслуживающие особого внимания участки необходимо сфотографировать для включения в отчет.

Содержание и оформление отчета

Отчёт по лабораторной работе выполняется на листах белой бумаги формата А4 в печатном виде (приложение 1). Объем текста 3–5 страниц. Работа должна иметь следующие разделы:

1. Титульный лист (приложение 2).
2. Цель работы.
3. Методические основы метода и ход эксперимента.
4. Подсчет количества треков.
5. Определение характера распределения элементов.
6. Выводы.
7. Список используемой литературы.

Рекомендуемая литература

1. Определение содержания урана в минералах и горных породах по следам от осколков деления. Инструкция НИСАМ. – М.: МИНГЕО, 1974. – 28 с.
2. Флеров Г.Н., Берзина И.Г. Радиография минералов, горных пород и руд. – М.: Атомиздат, 1979. – 224 с.

Лабораторная работа № 7

Определение радиоактивных элементов методом α -спектрометрии

Цель и задачи

Целью настоящей лабораторной работы является закрепление теоретических знаний, которые были изложены в курсе «Методы исследования вещественного состава природных объектов» при изучении темы «Спектральные методы», и получение практических навыков измерения удельной активности изотопов урана в почвах, грунтах, горных породах и строительных материалах на их основе альфа-спектрометрическим методом с радиогеохимической подготовкой.

В задачи исследования входит проработка теоретического материала и количественное определение удельной активности изотопов урана в пробах почвах, грунтах, горных породах и строительных материалах на их основе.

Для выполнения лабораторной работы студенты получают пробу с конкретного объекта (месторождение полезных ископаемых, санитарно-защитная зона промышленного предприятия и др.) и измеряют удельную активность изотопов урана в пробах. Итогом выполненной работы являются результаты измерения удельной активности в пробе ^{234}U и ^{238}U с оценкой неопределенности измерений.

Схема измерения удельной активности в пробах ^{234}U и ^{238}U

Сущность методики заключается в измерении альфа-спектра счетного образца, содержащего изотопы урана, селективно выделенные из пробы с использованием радиогеохимических приемов.

Средства измерений – стандартный альфа-спектрометр на основе ионизационной импульсной камеры или полупроводникового детектора OrtecOctete Plus со стандартным программным обеспечением для измерения и расчета.

Вспомогательное оборудование:

1. Мерные колбы вместимостью 50 см³, II класс, ГОСТ 1770.
2. Пипетки градуированные вместимостью 1 и 2 50 см³, ГОСТ 29228-91.
3. Мерные цилиндры вместимостью 50, 100, 1000 см³, ГОСТ 1770.
4. Разборная установка для электрического осаждения радионуклидов на подложки из нержавеющей стали диаметром 34 мм, включающая электрическую ячейку с анодным и катодным электродами; регулируемый источник питания постоянного тока, обеспечивающий максимальный ток до 5 А и максимальное напряжение до 30 В.
5. Лабораторная электрическая плита, ГОСТ 14919-33Е.
6. Стиральная лабораторного типа ЛДИ-60М.
7. Минералогическое сито 2 мм.
8. Муфельная печь типа МИМП-10П, СНОЛ.

Реактивы и материалы.

1. Азотная кислота HNO₃, чда ГОСТ 4461.
2. Фтористоводородная (плавиковая) кислота HF, чда ГОСТ 10484.
3. Соляная кислота HCl, чда ГОСТ 3118.
4. Натрий углекислый Na₂CO₃, чда ГОСТ 83.
5. Ацетон CH₃COCH₃, чда ГОСТ 2603.
6. Толуол C₆H₅CH₃, чда ГОСТ 5789.
7. Трибутиловый эфир фосфорной кислоты (C₄H₉)₃PO₄, осч ТУ-7-09-14-2140.
8. Воронки для фильтрования, диаметр 90 мм, ГОСТ 25336.
9. Воронки делительной вместимостью 250 и 1000 см³.
10. Стаканы химические вместимостью 300 см³, ТХС, ГОСТ 25336
11. Капельница вместимостью 50 см³.
12. Вода дистиллированная, ГОСТ 6709.
13. Тефлоновые чашки с крышками вместимостью 80-100 см³.
14. Универсальная индикаторная бумага, рН 1 - 10, ТУ МХП ОРУ 76
15. Фарфоровые тигли вместимостью 30 см³.
16. Палочки тефлоновые, длина 100 мм.
17. Фильтры "синяя лента", диаметр 11 см, ТУ-6-09-1678-86.
18. Респираторы типа "Лепесток", перчатки резиновые.

19. Ветошь, вата.
20. Стекла часовые, диаметр 90 мм.
21. Наждачная бумага.
22. Пакеты из кальки или крафт-бумаги.
23. Спирт-ректификат этиловый, ТУ 6-09-1710.

Подготовка к выполнению измерений.

1. Приготовление вспомогательных растворов.
2. Предварительная подготовка проб. Воздушно-сухую пробу дробят, измельчают, просеивают через сито 2 мм, затем мелкую фракцию истирают до крупности 200 меш на истирателе. Растертые пробы массой 0,02-0,03 кг помещают в пакеты из кальки или крафт-бумаги.
3. Переведение изотопов урана в раствор и отделение от мешающих элементов.
4. Электролитическое осаждение изотопов урана.

Выполнение измерений.

1. Подготовка аппаратуры к измерениям. Подготовку спектрометрической установки к работе выполняют в соответствии с инструкцией разработчика по эксплуатации спектрометра.
2. Измерение счетных образцов. После выполнения измерений контрольных параметров работы спектрометрической установки в чувствительный объем камеры вводят счетный образец и через 2-3 минуты включают анализатор в режиме набора импульсов. После измерения счетный образец извлекают из камеры, заменяют следующим и повторяют цикл измерения.

Обработка результатов измерений.

Обработка результатов измерений заключается в расчете ^{234}U и ^{238}U и оценки суммарной неопределенности результата анализа. Удельные активности изотопов урана рассчитывают по формуле (3):

$$A^i = \frac{S^i \times A_0}{S^{\text{инд}} \times M}, \quad (3)$$

где S^i и $S^{\text{инд}}$ [имп] – площади аналитических пиков определяемых изотопов ^{234}U и ^{238}U и изотопного индикатора ^{232}U после вычитания фоновых импульсов; A_0 [Бк] – исходная активность изотопного индикатора; M [кг] – навеска пробы.

Суммарную относительную неопределенность результата измерений и статическую неопределенность измерения образца рассчитывают по специальным формулам.

Оформление результатов измерений.

Результаты измерения удельных активностей ^{234}U и ^{238}U представляют в виде протокола измерений установленной формы, содержащего необходимые сведения об организации-исполнителе, используемой аппаратуре и методике, а также информацию о пробе, результатах и погрешности измерения.

Рекомендуемая литература

1. Альфа-спектрометрический метод при исследованиях изотопного состояния урана [(234U/238U, 235U/238U)] в технологических пробах горно-металлургического производства / А.Е. Бахур, Л.И. Мануилова, Д.М. Зуев и др. // АНРИ; Аппаратура и новости радиационных измерений: научно-информационный журнал / Информационный центр НППП "Доза". – М., 2004. – № 3. – С. 42-50.
2. Лаврухина А.К. Радиохимический анализ / А.К. Лаврухина, Т.В. Малышева, Ф.И. Павлоцкая. – М.: Изд-во АН СССР, 1963. – 220 с.
3. Методика выполнения измерений удельной активности изотопов урана (234, 238) в почвах, грунтах, горных породах и строительных материалах на их основе альфа-спектрометрическим методом с радиохимической подготовкой. Инструкция НСАМ № 433-ЯФ. Свидетельство № 49090.3Н627. Москва, ВИМС, 1999-2003.
4. Методика выполнения измерений объемной активности изотопов урана (234, 238) в природных водах с минерализацией до 5 г/см³ альфа-спектрометрическим методом с радиохимической подготовкой. Инструкция НСАМ № 381-ЯФ. Свидетельство № 49090.3Н628. Москва, ВИМС, 2003.
5. Нефедов В.Д. Радиохимия: учебное пособие / В.Д. Нефедов, Е.Н. Текстер, М.А. Торопова. – М.: Высшая школа, 1987. – 271 с.
6. Радиохимические методы определения микроэлементов: сборник статей / Академия Наук СССР. – М.: Наука, 1965. – 204 с.
7. Радиохимия: научный журнал / Российская Академия наук. – СПб: Наука, 1960-2001.
8. Родзивилова И.С. Расчет коэффициентов активности компонентов объемных и адсорбционных систем: учебное пособие / И.С. Родзивилова, М.Н. Рахлевская. – Саратов: Изд-во Саратовского гос. ун-та, 1997. – 24 с.
9. Старик И.Е. Основы радиохимии / И. Е. Старик. – 2-е изд., доп. – Л.: Наука, 1969. – 647 с.

Лабораторная работа № 8

Исследование вещества методом растровой электронной микроскопии

Цель и задачи

Метод растровой электронной микроскопии (РЭМ) широко применяются в исследованиях вещественного состава природных объектов. Преимущества РЭМ, как прибора для получения изображений с высоким пространственным изображением, большой глубиной поля зрения и простой пробоподготовкой делают его незаменимым инструментом в геологических и геоэкологических исследованиях. В комплексе с растровым электронным микроскопом (Hitachi S 3400N) данной лабораторной работе используется энергодисперсионный спектрометр (Bruker) который в свою очередь позволяет определять элементный состав участка исследуемой пробы. Целью предлагаемой лабораторной работы является закрепление теоретических знаний, полученных в курсе «Методы исследования вещественного состава природных объектов» при изучении темы: Методы электронной микроскопии. Конечным итогом данной лабораторной работы будет определение минерального состава аншлифов или шлиховых проб.

Схема исследования

Лабораторная работа состоит из пяти этапов:

1 этап. Знакомство с растровым электронным микроскопом Hitachi S 3400N. На первом этапе дается краткая характеристика растровой электронной микроскопии и основы рентгеноспектрального микроанализа. Рассматриваются возможности метода, условия проведения анализа, проводится знакомство с прибором.

2 этап. Подготовка образцов к исследованиям. Большинство типов геологических образцов перед установкой в камеру образцов РЭМ требуют предварительной обработки. Часто требуется очистка материала образца от посторонних загрязнений. Образцы осадков и почв необходимо высушивать. Рыхлые и пористые материалы обычно требуют пропитки, особенно, если необходима полировка образца. Обработка образца должна предусматривать его резку на прозрачные шлифы требуемого размера, установку и полировку.

При отборе многие образцы содержат посторонние компоненты, которые могут помешать дальнейшему изучению и их следует удалить.

Некоторые материалы в нормальном состоянии поглощают влагу и должны быть осушены перед установкой в камеру образцов РЭМ.

Обычно образцы для РЭМ крепятся на «специальном держателе образца» в виде алюминиевого диска диаметром 1 см с короткой «ножкой» для установки (крепления) его на столике в камере микроскопа.

Для крепления образцов часто используется двухсторонняя клейкая лента (двухсторонний скотч). Вместо нее можно использовать быстро сохнущий клей. Очень важно, чтобы все используемые вспомогательные материалы имели низкое давление паров, чтобы не нарушать вакуум в приборе. Какой бы материал не использовался для фиксации образца, исследуемая поверхность образца обязательно должна быть заземлена, чтобы обеспечить сток заряда. Для фиксации мелких кусочков образцов некоторые преимущества дает использование стойких в вакууме восков.

Для исследований на РЭМ, полировка требуется не всегда. В ряде случаев зерна могут быть рассеяны по поверхности липкой ленты или на высушенной поверхности графитовой пластинки, а также в виде суспензии или капли, в которую вводится проба из мелких частиц и затем выпаривается.

Большинство геологических образцов являются диэлектриками и не проводят электрический ток, а для отвода с поверхности электрического заряда, образующегося при электронной бомбардировке, их требуется напылять электропроводным слоем, использовать низкие рабочие напряжения или «низковакуумные» электронный микроскоп.

Наиболее подходящим элементом для напыления является углерод, так как он имеет минимальный рентгеновский спектр, причем с низкой энергией.

В целях идентификации, образцы должны иметь маркировку. Алюминиевые «штабики» для РЭМ можно подписывать тонкой металлической иглой или просто ручкой. В случае эпоксидных блоков («шашек»), в которые образцы устанавливаются перед полировкой, бумажку с маркировочной надписью можно положить прямо в эпоксидную смолу с обратной стороны.

Поиск анализируемой зоны в РЭМ может быть весьма затруднен из-за высокого увеличения и небольшого поля зрения на поверхности образца. Чтобы сэкономить время необходимо составить карту поверхности образца. Которую можно получить с помощью измерительного оптического микроскопа имеющего координатную сетку или выполнить фотографирование нужных участков при разных увеличениях.

3 этап. Работа на растровом электронном микроскопе Hitachi S 3400N. Этап подготовки электронного микроскопа к работе и проведения измерений проводятся специально обученными в области электронной микроскопии сотрудниками. В процессе работы студент должен оз-

накомиться с основными этапами исследований. Выполнить изучение образца при различных увеличениях и разном ускоряющем напряжении, познакомиться с работой вакуумной системы. С помощью детекторов отраженных (BSE) и вторичных электронов (SE) получить качественное изображение и сохранить снимки для оформления лабораторной работы.

4 этап. Работа на энергодисперсионном спектрометре Bruker с применением системы энергодисперсионного микроанализа QUANTAX. Система QUANTAX является универсальной системой энергодисперсионного микроанализа для определения химического состава твердых образцов, тонких слоев или частиц на электронных микроскопах. Используя рентгеновскую систему энергодисперсионного (ЭДС) микроанализа можно определять одновременно все элементы от бериллия (4) до америция (95) и получать информацию об элементном составе с пространственным разрешением в 1 микрон и пределами обнаружения порядка десятых долей массового процента.

На данном этапе выполнения лабораторной работы студенту необходимо овладеть основными приемами получения и обработки спектра изучаемого образца.

Основные этапы общего анализа спектра:

1. Накопление спектра
2. Коррекция эффектов детектора
3. Идентификация элементов и выбор серий спектральных линий для каждого элемента
4. Расчет фонового тормозного излучения (т.е. тормозного излучения)
5. Разделение налагающихся пиков и расчет чистых интенсивностей.
6. Расчет концентраций с применением эталонов и с помощью безэталонного метода.
7. Форматирование и представление результатов

5 этап. Анализ полученных результатов и оформление отчета.

На пятом этапе выполняется анализ полученной в процессе исследований информации. Проводится диагностика вещества с указанием химической формулы, примесей с привлечением данных количественного рентгеноспектрального микроанализа и оформление отчета.

Содержание и оформление отчета

Отчёт по лабораторной работе выполняется на листах белой бумаги формата А4 в печатном виде (приложение 1). Объем текста 5-7 страниц. Работа должна иметь следующие разделы:

1. Титульный лист (приложение 2)
2. Цель работы

3. Методические основы метода и устройство прибора Hitachi S 3400N.
4. Методические основы рентгеноспектрального микроанализа и характеристики системы QUANTAX.
5. Подготовка образцов к исследованиям.
6. Ход эксперимента с химической характеристикой пробы представленной в виде фотографий, спектров и таблиц.
7. Выводы с рекомендациями о возможности использования исследованного вещества.
8. Список используемой литературы.

Рекомендуемая литература

1. Грицаенко Г.С., Рудницкая Е.С., Горшков А.И. Электронная микроскопия минералов. Аппаратура, методы исследования и техника препарирования. – М.: АН СССР, 1961. –131 с.
2. Рид С.Дж.Б. Электронно-зондовый микроанализ и растровая электронная микроскопия в геологии. – М.: Техносфера, 2008. – 232 с.

Лабораторная работа № 9 **Диагностика вещества комплексом методов**

Цель и задачи

Цель предлагаемой лабораторной работы является закрепление всех теоретических знаний и практических навыков, которые были получены в курсе «Методы исследования вещественного состава природных объектов» и демонстрация знания, как отдельных методов исследования, так и способности к их комплексированию. Работа является обобщающей, итоговой задачей и представляет собой самостоятельное научное исследование конкретного природного объекта. Конечным итогом работы является полная характеристика природного объекта с указанием химического, вещественного состава и возможной области его применения, с подробным теоретическим рассмотрением каждого применяемого метода.

Схема исследования

Лабораторная работа выполняется в несколько этапов:

1 этап. Изучение общих характеристик объекта исследований и разработка схемы исследований. На основании имеющейся информации ставится задача исследований. Разрабатывается схема исследований, на основании которой выделяются этапы дальнейшего изучения вещества комплексом методов. Методы исследования выбираются ис-

ходя из теоретических знаний, и не ограничиваются лабораторной базой университета.

2 этап. Полная характеристика методов исследования. Выполняется теоретическая проработка всех используемых в исследованиях методов. Делается обоснование выбираемых методов исследования с краткой их характеристикой, указывается условия пробоподготовки, особенности методики и приборная база. Если выбранные методы не могут быть по какой-то причине использованы непосредственно студентом, в этом случае их характеристика и методика дается теоретически с учетом предполагаемых исследований.

3 этап. Выполнение исследований. На третьем этапе проводятся исследования всеми доступными запланированными методами. Приводятся результаты исследований, и дается полная характеристика вещества по данным анализов. Все выполняемые действия и эксперименты, необходимо документировать и по возможности фотографировать.

4 этап. Анализ полученной информации. На четвертом этапе проводится анализ всех полученных данных. Студентам предлагается выдать свои рекомендации о возможной области применения вещества в настоящее время.

Содержание и оформление отчета

Отчёт по лабораторной работе выполняется на листах белой бумаги формата А4 в печатном виде (приложение 1). Объем текста 3-5 страниц. Работа должна иметь следующие разделы:

1. Титульный лист (приложение 2).
2. Цель работы.
3. Общая характеристика объекта исследований.
4. Схема исследований.
4. Характеристика методов исследования.
5. Описание исследований.
6. Анализ полученной информации.
7. Выводы и рекомендации.
8. Список используемой литературы

Рекомендуемая литература

1. Исаенко М.П., Афанасьева Е.Л. Лабораторные методы исследования руд. – М.: Недра, 1992.
2. Методические основы исследования химического состава горных пород, руд и минералов / Под ред. Г. В. Остроумова. – М.: Недра, – 1979. – 400 с.
3. Соболева М.В., Пудовкина И.А. Минералы урана. Госгеолтехиздат, 1957. – 408 с.

Список литературы

1. Алимарин И.П., Фрид Б.И. Количественный микрохимический анализ минералов и руд. Практическое руководство. – М.: Госхимиздат, 1961. – 399 с.
2. Альфа-спектрометрический метод при исследованиях изотопного состояния урана [(234U/238U, 235U/238U)] в технологических пробах горно-металлургического производства / А.Е. Бахур, Л.И. Мануилова, Д.М. Зуев и др. // АНРИ; Аппаратура и новости радиационных измерений: научно-информационный журнал / Информационный центр НППП "Доза". – М., 2004. – № 3. – С. 42-50.
3. Арнаутов Н.В., Глухова Н.М., Яковлева Н.А. Приближенный количественный спектральный анализ природных объектов: та блицы появления и усиления спектральных линий. – Новосибирск: Наука, 1987. – 104 с.
4. Бокий Г.Б., Порай-Кошиц М.А. Рентгено-структурный анализ. Т. I. – М.: МГУ, 1964. – 489 с.
5. Галюк В.А. Руководство к лабораторным занятиям по курсу «Минералогия и геохимия радиоактивных элементов». – М.: Высшая школа, 1964. – 138 с.
6. Гецева Р.В., Савельева К.Т. Руководство по определению урановых минералов. – М.: Госгеолтехиздат, 1956. – 260 с.
7. Гиллер Я.Л. Таблицы межплоскостных расстояний / В 2-х томах, Т.2, – М: Недра, 1966. – 360 с.
8. Гинзбург А.И., Кузьмин В.И., Сидоренко Г.А. Минералогические исследования в практике геологоразведочных работ. – М.: Недра, 1981. – 237 с.
9. Горобец Б.С., Гафт М.Л., Подольский А.М. Люминесценция минералов и руд: Учебное пособие. – М.: Недра, 1989. – 53 с.
10. Грицаенко Г.С., Рудницкая Е.С., Горшков А.И. Электронная микроскопия минералов. Аппаратура, методы исследования и техника препарирования. – М.: АН СССР, 1961. – 131 с.
11. Дробышев А.И. Основы атомного спектрального анализа: Учебное пособие. – СПб.: изд-во С.-Петербург ун-та, 1997. – 200 с.
12. Ефремова С.В., Стафеев К.Г. Петрохимические методы исследования горных пород. Справочное пособие. – М.: Недра, 1985. – 511 с.
13. Жуковский А.Н. Высокочувствительный рентгенофлуоресцентный анализ с полупроводниковыми детекторами. – М.: Химия, 1991. – 159 с.
14. Захарова Е.М. Шлиховой метод поисков полезных ископаемых. – М.: Недра, 1989. – 160 с.

15. Исаенко М.П., Афанасьева Е.Л. Лабораторные методы исследования руд. – М.: Недра, 1992. – 256 с.
16. Катченков С.М. Спектральный анализ горных пород. Л.: Недра, 1964. – 272 с.
17. Косовец Ю.Г., Ставров О.Д. Локальный спектральный анализ в геологии. – М.: Недра, 1983. – 103 с.
18. Костерин А.В. Шлихо-минералогический и шлихо-геохимический методы поисков рудных месторождений. – Новосибирск: Наука, 1972. – 124 с.
19. Крейг Дж., Воган Д. Рудная микроскопия и рудная петрография. – М.: Мир, 1983. – 423 с.
20. Лаврухина А.К. Радиохимический анализ / А.К. Лаврухина, Т.В. Малышева, Ф.И. Павлоцкая. – М.: Изд-во АН СССР, 1963. – 220 с.
21. Лазерный спектральный микроанализ: Методическое руководство по работе на ЛМА-10 с использованием МАЭС. – Томск: Изд-во ТПУ, 2003. – 52 с.
22. Лебедева С.И. Определение микротвердости минералов. – М.: изд-во Академии наук СССР, 1963. – 123 с.
23. Методика выполнения измерений объемной активности изотопов урана (234 , 238) в природных водах с минерализацией до 5 г/см^3 альфа-спектрометрическим методом с радиогеохимической подготовкой. Инструкция НСАМ № 381-ЯФ. Свидетельство № 49090.3Н628. Москва, ВИМС, 2003.
24. Методика выполнения измерений удельной активности изотопов урана (234 , 238) в почвах, грунтах, горных породах и строительных материалах на их основе альфа-спектрометрическим методом с радиогеохимической подготовкой. Инструкция НСАМ № 433-ЯФ. Свидетельство № 49090.3Н627. Москва, ВИМС, 1999-2003.
25. Методические основы исследования химического состава горных пород, руд и минералов. / Под ред. Г. В. Остроумова. – М.: Недра, 1979. – 400 с.
26. Методы минералогических исследований. Справочник. / Под ред. А.И. Гинзбурга. – М.: Недра, 1985. – 480 с.
27. Михеев В.Н. Рентгенометрический определитель минералов. – М.: Гос. научн.-техн. изд-во, 1957. – 34 с.
28. Недома И. Расшифровка рентгенограмм порошков. – М.: Metallurgia, 1975. – 56 с.
29. Нефедов В.Д. Радиохимия: учебное пособие / В.Д. Нефедов, Е.Н. Текстер, М.А. Торопова. – М.: Высшая школа, 1987. – 271 с.
30. Озеров И.М. Шлиховая съемка и анализ шлихов. – Л.: Гостоптехиздат, 1959. – 320 с.

31. Определение содержания урана в минералах и горных породах по следам от осколков деления. Инструкция НИСАМ. – М.: МИНГЕО, 1974. – 28 с.
32. Петрография и петрология магматических, метаморфических и метасоматических горных пород: Учебник / М.А. Афанасьева, Н.Ю. Бардина, О.А. Богатикова. – М.: Логос, 2001. – 768 с.
33. Полуколичественное рентгенографическое определение минералов глинистых силикатов. – М.: Ротапринт ВИМС, 1984. – 24 с.
34. Радиохимические методы определения микроэлементов: сборник статей / Академия Наук СССР. – М.: Наука, 1965. – 204 с.
35. Радиохимия: научный журнал / Российская Академия наук. – СПб: Наука, 1960-2001.
36. Рид С.Дж.Б. Электронно-зондовый микроанализ и растровая электронная микроскопия в геологии. – М.: Техносфера, 2008. – 232 с.
37. Рихванов Л.П. Общие и региональные проблемы радиоэкологии. – Томск. Изд-во ТПУ, 1997. – 410 с.
38. Родзивилова И.С. Расчет коэффициентов активности компонентов объемных и адсорбционных систем: учебное пособие / И.С. Родзивилова, М.Н. Рахлевская. – Саратов: Изд-во Саратовского гос. ун-та, 1997. – 24 с.
39. Сарнаев С.И., Рихванов Л.П. Опыт по созданию эталона для определения урана методом f-радиографии // Радиографические методы исследования в радиогеохимии и смежных областях: Тез. докл. 3-го Всесоюзного совещания, 11-15 июня 1991 г. Томск. [Редкол.: В.П. Ковалев (от. ред.)]. – Новосибирск: Изд-во ОИГГМ СО АН СССР, 1991. – 124 с.
40. Соболева М.В., Пудовкина И. А. Минералы урана. Госгеолтехиздат, 1957. – 408 с.
41. Справочник по радиометрии. / Под. ред. А.И. Колосова. – М.: Госгеолтехиздат, 1957. – 198 с.
42. Старик И.Е. Основы радиохимии / И. Е. Старик. – 2-е изд., доп. – Л.: Наука, 1969. – 647 с.
43. Текстуры и структуры урановых руд эндогенных месторождений. Под ред. Р.П. Петрова. – М.: Атомиздат, 1977. – 280 с.
44. Трофимов Н.Н., Науменко Б.Н., Дранцов М.А. Разделение шлиха на фракции. – М.: Университет дружбы народов, 1980. – 27 с.
45. Фекличев В.Г. Диагностика минералов. Теория, методика, автоматизация. – М.: Наука, 1975. – 237 с.
46. Флейшер Р.Л., Прайс П.Б., Уокер Р.М. Треки заряженных частиц в твердых телах: Принципы приложения. В 3-х ч. Пер. с англ. Под общ. ред. Ю.А. Шуколюкова. – М.: Энергоиздат, 1981. – 152 с.

47. Флеров Г.Н., Берзина И.Г. Радиография минералов, горных пород и руд. – М.: Атомиздат, 1979. – 224 с.
48. Фролов В.В. Ядерно-физические методы контроля делящихся веществ. – М.: Энергоатомиздат, – 1989. – 184 с.
49. Щуколюков Ю.А. Деление ядер урана в природе. – М.: Атомиздат, 1970. – 270 с.
50. Юшко С.А. Методы лабораторного исследования руд. Учебное пособие для вузов. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Недра, 1984. – 389 с.
51. Юшко С.А. Методы лабораторного исследования руд. Учебное пособие для вузов. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Недра, 1984. – 389 с.
52. Языков Е.Г., Рябцева Н.А., Методические указания «Лазерный спектральный микроанализ (ЛМА-10)». – Томск: Изд. ТПИ, 1990. – 25 с.
53. Якубович А.Л., Зайцева Е.И., Пржиягловский С.М. Ядерно-физические методы анализа горных пород. 3-е изд., перераб. и доп. – М.: Энергоиздат, 1982. – 264 с.
54. Powder Diffraction File. ISPDS, International Centre for Diffraction Data. (ASTM). – (картотека Американского общества испытателей материалов ASTM). Наиболее полный рентгенометрический справочник.

Общие требования к оформлению отчета по лабораторной работе

Отчёт по лабораторной работе выполняется на листах белой бумаги формата А4 (210x297 мм) в печатном или электронном виде. При оформлении отчёта используется сквозная нумерация страниц, считая титульный лист первой страницей. Номер страницы на титульном листе не ставится, номера страницы ставятся по центру внизу.

Необходимо при оформлении отчёта соблюдать следующие требования. Для заголовков: полужирный шрифт, 14 пт, центрированный. Для основного текста: нежирный шрифт, 14 пт, выравнивание по ширине. Во всех случаях тип шрифта – Times New Roman, абзацный отступ 1 см, одинарный междустрочный интервал. Поля: левое – 3 см, остальные – 2 см. Рекомендуется для основного текста использовать расстановку переносов. Переносы в заголовках и точки в конце заголовков не допускаются.

Отчёт сдаётся на бумажном носителе и в электронном виде. Рисунки из отчёта также сохраняются отдельными файлами и сдаются в электронном виде. Рекомендуемые форматы файлов рисунков: векторных – CDR, растровых – JPEG, TIFF. Все файлы сохраняются в папку, указанную ведущим преподавателем. Названия файлов и папок переписываются на титульной странице отчёта.

Титульный лист оформляется следующим образом (приложение 2). Вверху: название министерства (федерального агентства), на следующей строке – название университета, далее название института или факультета и название кафедры, на которой выполнена работа. В центре страницы: слова «Лабораторная работа по курсу (*название курса*)»; через пустую строку – название лабораторной работы, номер варианта; через пустую строку – «Выполнил(и) студент(ы) группы (*номер группы*): (*перечень фамилий и инициалов*)»; через пустую строку – «Проверил: (*уч. степень, уч. звание (должность), фамилия и инициалы*)». Внизу страницы подпись «Томск (*год выполнения работы*)».

Цель работы показывает, для чего выполняется работа, например, для получения или закрепления каких навыков, изучения чего-либо и т. п.

Теоретическая часть содержит описание объекта исследований, а также подробное описание, методов и алгоритмов, необходимых для решения поставленной задачи, описание инструментальных (программных и технических) средств, используемых в работе.

Практическая часть включает ход выполнения работы, перечень полученных результатов, сопровождающихся необходимыми комментариями и промежуточными выводами, блок-схемы, чертежи, графики, диаграммы и т. д.

На основе обобщения результатов, представленных в практической части, делаются выводы по работе. В выводах также отмечаются все недоработки, по какой-либо причине имеющие место, предложения и рекомендации по дальнейшему исследованию поставленной в работе проблемы и т. п.

Библиографический список содержит ссылки на книги, периодические издания, интернет-страницы, использованные при выполнении работы и оформлении отчёта. В основном тексте отчёта ссылки на пункты библиографического списка приводятся в следующем виде: [4, стр. 52], где 4 – номер пункта, стр. 52 – дополнительное уточнение местоположения в тексте.

В приложение вносятся справочные таблицы, распечатки текстов программ, руководство (инструкция) пользователя программы и прочая информация, не включённая в основные разделы отчёта.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ
Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Институт природных ресурсов
Кафедра геоэкологии и геохимии

Лабораторная работа №1
по курсу «**Методы исследования вещественного состава
природных объектов**»

Лабораторная работа № 6 Определение характера распределения и содержания радиоактивных элементов в минералах методом осколочной радиографии (f-радиографии) (вариант №2).

Выполнил(и): студент(ы) группы 2650
Иванов И.И.
Петров П.П.

Проверил: к.г.-м.н., доцент Волостнов А.В.

Месторасположение электронной версии документа

Сервер: _____

Папка: _____

Файл: _____

Томск 2009

**Критерии стадийности постмагматического минералообразования
(по А.Г.Бетехтину, 1958; И.Н. Кигай, 1966)**

1. Пересечение ранних минеральных отложений жилами и прожилками новой стадии минерализации, отличающимися по своему составу и прослеживаемым в забоях горных выработок на разных горизонтах месторождения.
2. Брекчирование ранее отложенных руд, обломки которых сцементированы минеральными массами, выпавшие из позднее поступивших растворов в связи с возобновлением тектонических подвижек.
3. Цикличность гидротермальной кислотно-основной дифференциации.
4. Внутриминерализационные дайки. Пересечение рудных тел дайками обычно совпадает с началом новой стадии минерализации.
5. Изменение плана деформаций, приводящее к локализации разновозрастной минерализации в трещинах разных направлений.
6. Скачкообразные изменения температуры и давления, обычно возрастающие в начале каждой стадии в связи с проникновением новой порции растворов и цикличность изменения окислительно-восстановительных условий.

Структуры руд определяются минеральными индивидами, которые слагают минеральный агрегат, и, следовательно, позволяют определить последовательность выделения минералов в стадии или ступени минералообразования.

**Критерии последовательности выделения минералов
(по А.И. Летувнинкас, 1974)**

Среди критериев выделяют две группы: одновременности и разновременности выделения минералов.

К критериям одновременности выделения минералов могут быть отнесены следующие:

Структура кристаллических агрегатов. При одновременном выделении минералов возникает идиоморфнозернистая, графическая, гребенчатая, аллотриоморфнозернистая структуры. Зёрна минералов нередко обладают зональным строением, иногда с включениями минералов. При отложении минералов из коллоидных растворов возникают колломорфная, гелевая и другие виды структур, в том числе и метаколлоидные, также являющиеся надёжными признаками одновременности выделения минералов. Одновременность выделения минералов уста-

навливается также и по структурам распада твёрдых растворов: эмульсионной, пластинчатой, решётчатой, зональной и др., а также различным структурам, возникающим при перекристаллизации минеральных агрегатов (бластическим).

К критериям одновременности выделения минералов относятся:

1. Разъедание, коррозия одних минералов другими, скелетная форма зёрен. Характер границ между зёрнами неровный, наличие реликтов, замещаемого минерала в замещающем вдоль их границ, скелетные формы зёрен – всё это свидетельство неравновесных соотношений между минералами, признаки замещения.
2. Последовательное наложение минеральных агрегатов в виде полос от зальбандов жилы к её центру. Признак особенно характерен для жил выполнения, обладающих поясовым строением. Каждый из минеральных агрегатов может быть продуктом отдельной стадии минералоотложения. Зональность в жиле в таких случаях возникает вследствие постепенного изменения состава поступающего в полость рудоотложения раствора, либо при изменении его состава в связи с отложением более ранних минералов (зональность отложения).
3. Пересечение ранее отложенных руд (минеральных агрегатов) более поздними прожилками.
4. Брекчиевые и брекчиевидные текстуры, когда обломки ранее сформировавшихся пород или руд цементируются более поздней минеральной массой.
5. Пересечение жил и прожилков между собой:
 - а) пересекающиеся жилы и прожилки имеют различный состав;
 - б) они имеют одинаковый состав.
6. Друзовые и миаролитовые текстуры могут также быть использованы в качестве критерия одновременности выделения минералов: жеоды и миаролы выполняются веществом отложившимся позднее формирования включающих их пород.

Учебное издание

ВОЛОСТНОВ Александр Валерьевич
ТАЛОВСКАЯ Анна Валерьевна

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ВЕЩЕСТВЕННОГО СОСТАВА ПРИРОДНЫХ ОБЪЕКТОВ

Методические указания к выполнению лабораторных работ
по курсу «Методы исследования вещественного состава
природных объектов» для студентов, обучающихся по специальности
020804 «Геоэкология»

**Отпечатано в Издательстве ТПУ в полном соответствии
с качеством предоставленного оригинал-макета**

Подписано к печати 05.11.2010. Формат 60x84/16. Бумага «Снегурочка».

Печать XEROX. Усл.печ.л. 9,01. Уч.-изд.л. 8,16.


Заказ . Тираж 100 экз.



Национальный исследовательский Томский политехнический университет
Система менеджмента качества

Томского политехнического университета сертифицирована
NATIONAL QUALITY ASSURANCE по стандарту ISO 9001:2008



ИЗДАТЕЛЬСТВО  ТПУ. 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30
Тел./факс: 8(3822)56-35-35, www.tpu.ru