



5

**ПОДГОТОВКА
ПРЕПАРАТОВ
ДЛЯ АНАЛИЗА
НА МИКРОЗОНДЕ**

НОВОСИБИРСК 1983

**АКАДЕМИЯ НАУК СССР
СИБИРСКОЕ ОТДЕЛЕНИЕ
ИНСТИТУТ ГЕОЛОГИИ И ГЕОФИЗИКИ**

**ПОДГОТОВКА ПРЕПАРАТОВ
ДЛЯ АНАЛИЗА
НА МИКРОЗОНДЕ**

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

НОВОСИБИРСК 1983

Подготовка препаратов для анализа на микрозонде: Метод. рекомендации / Составитель Ю.И.Маликов.—Новосибирск: Изд. ИГиГ СО АН СССР, 1983.—36 с.

Приведено подробное описание приготовления препаратов минералов, их сростаний и эталонов для анализа на микрозонде. Разработанная методика позволяет приготовить препараты для анализа минералов, проводящих и не проводящих электрический ток, и получить высокое качество полировки минералов различной твердости, находящихся в одном препарате.

Методические рекомендации представляют интерес для минералогов, геохимиков, геологов-рудников, а также для желающих овладеть приемами приготовления безрельефных полированных шлифов.

Составитель Ю.И.Маликов

Ответственный редактор к.г.-м.н. Ф.В.Сухоруков

Р е ц е н з е н т ы:

канд.хим.наук Л.Н.Поспелова (ИГиГ СО АН СССР),
канд.геол.-мин.наук А.А.Проскуряков (НИС НГУ)

Печатается по решению Секции минералогии,
петрографии, геохимии и рудных месторождений
Ученого совета ИГиГ СО АН СССР

ВВЕДЕНИЕ

Широкое применение точных локальных методов изучения минерального вещества, позволяющих наиболее надежно исследовать состав минералов и форму вхождения в них элементов-примесей [I, II, I4, I5, I6, I7 и др.], поднимает минералогические исследования на новый уровень и дает возможность дальнейшего развития и использования минералого-геохимических критериев в решении вопросов генезиса месторождений, их прогнозирования и оценки, а также ряда теоретических вопросов минералообразования.

Поэтому не случайно, что все больший интерес вызывает разработка и дальнейшее совершенствование методики подготовки минералов к этим точным исследованиям, от которой в значительной степени зависит их результат.

Качество полированных поверхностей минералов имеет большое значение при изучении их под микроскопом. "Это важно и для количественного микроанализа, поскольку поверхностные нерегулярности оказывают заметное влияние на величины поправочных факторов и, в первую очередь, на величину абсорбционной поправки и поправки на обратное рассеяние электронов. Ступенька на поверхности изменяет путь рентгеновских лучей в образце, а следовательно, и степень ослабления их при выходе из образца ... Важно, чтобы поверхность была не только гладкой, но и достаточно плоской: наклон всего лишь на 1° может сильно изменить величину поправки на поглощение (особенно при малом угле выхода) и сказывается также на коэффициенте обратного рассеяния" [I3, с.183.]

Таким образом, при проведении анализа на микроанализаторе качество стандарта и образца даст первое и существенное ограничение точности анализа.

Существует два принципиально разных способа изготовления полированных шлифов. Один, наиболее простой и широко распространенный, основан на методе катящегося зерна абразива между заготовкой шлифа и твердым шлифовальником [5]. При таком способе шлифования руд, состоящих из агрегата зерен минералов различной твердости и хрупкости, неизбежно возникает рельеф, т.е. твердые минералы выступают над мягкими. Этот рельеф еще больше увеличивается в процессе длительного полирования на ворсистом суконном диске окисью хрома или другими абразивами. Применение шлифовальных дисков из твердого материала особенно сильно сказывается при обработке самородных минералов таких, как золото, серебро, медь, железо, а также различных металлов и их сплавов. Между шлифом и диском возникает катящееся трение и шлифовальные зерна, вдавливаясь в вязкие минералы, остаются в них, из-за чего порой невозможно получить хорошую полированную поверхность. Таким образом, шлифы, полученные этим способом, имеют один существенный недостаток – большой рельеф. Обнаружить в таких шлифах мелкие зерна, находящиеся на границе двух разных по твердости минералов, практически невозможно. Они малопригодны при изучении количественных оптических характеристик минералов для целей диагностики и для анализа с помощью рентгеновского микронзонда.

Второй способ изготовления полированных шлифов, предложенный И.Вандервильтом в 1929 г. [5], основан на шлифовании и полировании закрепленным зерном абразива. При применении шлифовальных дисков из мягкого материала (медь, свинец) достигается шлифовальный эффект снятия стружки, который объясняется тем, что шлифовальное зерно имеет возможность вдавливаться в мягкий шлифовальный диск. Благодаря этому как твердые, так и мягкие минералы отшлифовываются равномерно, что крайне важно для получения безрельфных шлифов. Для полирования применяется диск из липового дерева, по Ф.Троеру [5]. Полированные шлифы, изготовляемые по этому способу, высокого качества, почти без рельефа и поэтому пригодны для исследования на современных приборах.

В СССР первые опыты по изготовлению безрельфных полированных шлифов были произведены в Механобре (Ленинград) в 1931 г. оптиком-механиком П.Г.Яненко [4]. В 1941 г. в Горно-геологическом институте УФАН был изготовлен первый в СССР автоматический полировальный станок и освоено производство на нем высококачествен-

венных безрельефных полированных шлифов. В основу метода положен принцип, предложенный И.Вандервильтом.

В настоящее время многие исследователи предлагают различные методы пропитки, монтажа и изготовления полированных шлифов [2, 3, 6, 8, 12, 19-21]. Все эти методы рациональны при массовом производстве полированных шлифов. Для организации такого производства необходимы специальное оборудование и материалы, иногда импортные, такие, как листовой пластик "парафильм", ткань типа "микроклоус", используемые при доводке и полировке, различные пластмассы и смолы для цементации и монтажа образцов.

Следует указать еще на одно обстоятельство: в большинстве случаев авторы рекомендуют в качестве пропитывающего вещества бакелит, работа с которым проводится при температуре 100-150°C и довольно высоком давлении, что для ряда минералов неприемлемо. Применяются также порошкообразные пластмассы, эпоксидные компаунды горячего отверждения, зубоорачебные цементы. Однако пластмассы и эпоксидные компаунды требуют подогрева склеивающей массы и специального оборудования. Зубоорачебный цемент используется без дополнительных приспособлений, но в нем невозможно монтировать мелкие единичные зерна, и он не обладает пропитывающими свойствами.

С 1964 года автор по предложению и под непосредственным руководством чл.-кор. АН СССР Ф.Н.Шахова освоил методику изготовления безрельефных шлифов на шлифовально-полировальных машинах NEOSUPAN FR-Y производства ГДР. Эта задача была поставлена в связи с тонкими минераграфическими исследованиями руд. Было подготовлено несколько препаратов для изучения на рентгеновском микроанализаторе. Наш опыт показал, что подготовка препаратов для микросонда машинным способом приемлема в тех случаях, когда необходимо исследовать минералы непосредственно в образцах руд.

В большинстве случаев, как известно, на микросонде изучаются единичные, часто мелкие (10-50 мкм) зерна различных минералов. Кроме того, для более рационального использования микросонда желателно помещать в один препарат (пашку*) не менее 20 зерен минералов. В этом случае при одной настройке прибора анализируется большая партия образцов, что сокращает время, необходи-

* В дальнейшем для блока с образцами будет принято условное название "пашка".

мое для проведения анализа. Иногда минералы настолько уникальны, что подготовка таких препаратов требует "индивидуального" внимания и малоэффективна при машинном способе и при массовом производстве шлифов традиционным "ручным" способом в шлифовальных мастерских.

По этим причинам большинство исследователей сами занимаются изготовлением небольшого количества необходимых препаратов, поэтому нерационально приобретать специальные станки, которые значительную часть времени будут простаивать.

С 1968 года в лаборатории электронно-зондовых исследований ИГиГ СО АН СССР начали осваиваться методы количественных определений состава минералов с помощью микроанализатора. По просьбе сотрудников этой лаборатории автор неоднократно готовил препараты для исследования. В основу метода приготовления препаратов был положен опыт изготовления безрельефных шлифов. В дальнейшем, в ходе развития метода рентгеноспектрального микроанализа, сотрудниками лаборатории электронно-зондовых исследований ставились новые задачи по подготовке различных природных объектов к анализу, что позволило значительно усовершенствовать способы их монтажа и полировки.

Автор предлагает методику, которая не требует специальных станков и оборудования. Материалы, химреактивы, посуда и абразивы, применяемые в этой методике, вполне доступны; настольный полировальный станок может быть изготовлен в любой механической мастерской, а если отсутствует настольный камнерезный станок, то тот небольшой объем распиловочных работ, который требуется при данной методике, можно легко выполнить в шлифовальной мастерской. Для ускорения реакции полимеризации эпоксидной смолы рекомендуется использовать сушильный шкаф, но отверждение применяемых компаундов может происходить и при комнатной температуре.

Для пропитки, приклеивания, изготовления матрицы и монтажа в нее минералов используются эпоксидные компаунды холодного отверждения. Это дает возможность при монтаже ориентировать, в случае необходимости, исследуемые минералы в нужном кристаллографическом направлении, а также помещать в шашку мелкие (10-30 мкм) единичные зерна минералов и не "потерять" их в процессе шлифовки и полировки.

Препараты могутготавливаться как из единичных зерен и

рудных концентратов, так и из кусочков пород или руд и не только для изучения в отраженном свете, но и в проходящем, т.е. в виде прозрачных шлифов.

Отказ от применения грубых абразивов при шлифовке, доводка на фильтровальной бумаге с алмазными пастами и кратковременная (1-2 мин) окончательная полировка на сукне позволяют получить высокого качества полированные поверхности таких разных по физическим свойствам минералов, как, с одной стороны, - гранаты, шпинели, гематит, а с другой, - галенит, халькопирит, самородное золото, различные металлы и их сплавы, даже когда все они находятся в одном препарате.

Добавлением в компаунд порошка графита был найден оптимальный состав токопроводящей матрицы и разработана методика монтажа в ней проводящих минералов, в частности самородного золота [10]. Достоинство этого метода заключается в возможности "прицельного" выбора для анализа любого участка отдельной золотины, привлекающего внимание исследователя при наблюдении под микроскопом. Это трудно сделать после нанесения на поверхность образца углеродного покрытия, что до сих пор практикуется в большинстве работ по электронно-зондовому изучению самородного золота.

Препараты, приготовленные для исследования на микрозонде, можно изучать в иммерсии под микроскопом, фотографировать, определять в них оптические константы, использовать для диагностического и структурного травления.

Следует все время помнить, что при любой шлифовально-полировальной работе необходима абсолютная чистота. Так как в процессе шлифовки, доводки и полировки происходит последовательная смена абразивов на все более и более тонкие, препараты перед началом каждой последующей стадии обработки должны тщательно очищаться от абразива предыдущей стадии. Руки, шлифовальные и полировальные подкладки, абразивы, вся посуда и рабочее место должны содержаться в исключительной чистоте, не загрязняться другими абразивами или пылью. Единичные грубые частицы, попав на фильтровальную бумагу или полировальный круг, могут испортить полированную поверхность. Даже самый лучший метод окажется неэффективным, если не будет соблюдаться это требование.

I. МАТЕРИАЛЫ И ОБОРУДОВАНИЕ

При изготовлении препаратов необходимо иметь предлагаемый набор материалов, химических реактивов и несложного оборудования.

Оборудование и инструменты

- I. Алмазный отрезной круг АОК I60, АОК I25.
2. Камнерезный станок.
3. Полировальный станок (I400 об/мин).
4. Микроскоп бинокулярный МБС-I (МБС-2).
5. Микроскоп рудный МИН-9.
6. Вытяжной шкаф.
7. Сушильный шкаф.
8. Весы технические Т-200.
9. Разновесы.
10. Электроплитка.
- II. Пинцет медицинский - 2 шт.
- I2. Игла стальная для отбора монофракций.
- I3. Игла зубоветрачная, заточенная как стамеска - 2 шт.

Материалы и посуда

- I. Алмазные пасты АСМ 7/5, 5/3, 3/2, 2/I, I/0.
2. Корундовый микропорошок М-40, М-20, М-I4, М-7, М-5.
3. Микропорошок из альбора М-5.
4. Порошок графита, фракция 0,25-0,1 мм.
5. Стеклообразная трубка с внутренним диаметром 24 мм.
6. Стеклообразные пластинки размером I3xI8, I8x24 см.
7. Пластинки из оргстекла размером I00x45x5, 40x60x3 мм.
8. Пластина из листового полиэтилена размером 24x30 см.
9. Предметные стекла.
10. Лента склеивающая ЛТ-38.
- II. Сукно "бильярдное".
- I2. Полотенце вафельное.

13. Бумага фильтровальная.
14. Вата гигроскопическая.
15. Кюветы латунные с внешним диаметром 25 мм.
16. Стаканы химические 0,5, 1,0, 2,0 л.
17. Тигли фарфоровые, боксы, чашки Петри.
18. Промывалка 1.0 л.

Химреактивы

1. Смола эпоксидная ЭД-5.
2. Диметилфталат.
3. Полиэтиленполиамин.
4. Силиконовый каучук СКТ или СКТВ.
5. Смола полихлорвиниловая.
6. Аммоний двухромовокислый.
7. Вода дистиллированная.
8. Полиизобутилен.
9. Ацетон.
10. Бензин Б70.
11. Спирт гидролизный.
12. Тoluол.
13. Шампунь любой марки.
14. Вазелин борный.

2. ТЕХНОЛОГИЯ ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОМПАУНДОВ

2.1. Компаунд для токопроводящих минералов

При исследовании на микронзонде токопроводящих минералов можно не напылять их углеродом, так как эта пленка затрудняет детальное изучение минералов под микроскопом. Необходимость в напылении отпадает, если такие минералы монтировать в токопроводящую матрицу. В качестве электропроводящего агента применяется порошок графита крупностью 0,25-0,1 мм. Состав токопроводящего эпоксидного компаунда был найден экспериментальным путем с проверкой электропроводности при помощи омметра и на микронзонде.

Оптимальный состав этого компаунда следующий (в весовых частях):

№ I

Эпоксидная смола ЭД-5	- 100
Пластификатор-диметилфталат	- 15
Разбавитель - ацетон	- 10
Отвердитель-полиэтиленполиамин	- 18
Наполнитель-порошок графита	- 70-80

Последовательность приготовления компаунда следующая. Эпоксидная смола ЭД-5 наливается в предварительно взвешенный термостойкий стакан емкостью 0,5-1,0 л. Определяется ее вес и из расчета 15 вес.ч. на 100 частей смолы добавляется пластификатор. Смесь ставят на электроплитку, умеренно нагревают до 100°C и периодически помешивают деревянной палочкой до получения гомогенной массы, затем снимают с плитки и остужают. Эта смесь может храниться несколько месяцев в вытяжном шкафу в стакане, закрытом оргстеклом. Все остальные операции по приготовлению компаунда надо делать непосредственно перед его применением.

Чтобы приготовить 4-5 пашек, необходимо взять 10 г смолы. После добавления остальных компонентов вес компаунда будет около 20 г. Поэтому достаточно взять лабораторный (фарфоровый) тигель объемом 30 мл и, взвесив его, налить около 10 г подготовленной смеси смолы с пластификатором. К полученной смеси добавить нужное количество ацетона. Эту смесь аккуратно перемешивать палочкой, слегка подогревая над электроплиткой (не выше 30-40°). После того как ацетон полностью разойдется в смоле, ввести отвердитель и также тщательно перемешать. Начинается реакция полимеризации, поэтому сразу же, без промедления, в полученную смесь ввести наполнитель - порошок графита крупностью 0,25-0,1 мм, предварительно взвешенный и нагретый до 35-40°C и тщательно, но не энергично, перемешать. Компаунд готов к употреблению. "Жизненность" * полученного компаунда - 30-40 мин. Время отверждения при комнатной температуре 48, при 40°C - 15 часов. Форма

* Под этим термином понимается длительность сохранения приемлемого для работы жидкого состояния компаунда [18].

с минералами перед заливкой компаунда должна быть прогрета до 35–40°C.

2.2. Компаунд для минералов, не проводящих электрический ток

Для минералов, не проводящих электрический ток, готовится трехкомпонентный компаунд. Состав его (в весовых частях) следующий:

№ 2

Смола ЭД-5	- 100
Диметилфталат	- 15
Полиэтиленполиамин	- 18

Жизненность компаунда 1–1,5 часа, время отверждения: при комнатной температуре – 24, при 40°C – 12 часов.

Смесь смолы с пластификатором можно приготовить заранее так же, как и для токопроводящего компаунда. Непосредственно перед употреблением ввести в смолу отвердитель, тщательно перемешать, слегка подогревая над электроплиткой. Формы для заливки предварительно нагреть до 35–40°C.

Иногда тесное срастание минералов, трудно различимых в отраженном свете, вынуждает проводить анализ микросондом на тонких петрографических шлифах, наблюдаемых в проходящем (поляризованном) свете. Для пропитки и наклеивания на предметное стекло такого шлифа рекомендуется следующий компаунд (в весовых частях):

№ 3

Смола ЭД-5	- 100
Диметилфталат	- 15
Ацетон	- 15
Полиэтиленполиамин	- 17

Смесь эпоксидной смолы с диметилфталатом можно приготовить заранее; вводить ацетон и полиэтиленполиамин надо непосредственно перед применением. Жизненность этого компаунда – 3 часа, время отверждения при комнатной температуре – 48, при 40°C – 18 часов.

Чтобы компаунд не приставал к формам, следует кистью покрыть их изнутри тонким слоем антиадгезионной смазки, составленной по одному из следующих рецептов (в весовых частях):

Силиконовый каучук СКТ или СКТВ	- 7
Бензин Б70	- 93

или

Полиизобутилен	- 7
Бензин Б70	- 93

или

Полихлорвиниловая смола	- 5
Толуол	- 95

Тонкий слой этих смазок высыхает за 30-50 мин. Такие смазки одноразового действия, наносить их надо перед каждой заливкой за 50 мин до помещения форм в сушильный шкаф. Если не удастся изготовить ни одну из этих смазок, можно воспользоваться борным вазелином, но он защищает форму от прилипания не так эффективно.

2.3. Техника безопасности при работе с эпоксидными компаундами

Эпоксидные компоненты токсичны, причем большинство из них является интенсивными раздражителями и лакриматорами. Наиболее токсичной частью эпоксидных компаундов являются отвердители. Пары и пыль отвердителей и компаундов действуют раздражающе на слизистые оболочки носа, горла и глаз, вызывая кашель, головокружение, припухлость лица и рук, а также дерматиты. Длительный контакт с парами такого отвердителя, как полиэтиленполиамин, может привести к тяжелым поражениям [18].

Для предупреждения и уменьшения вредного действия эпоксидных компаундов и их компонентов на кожные покровы можно рекомендовать следующие меры:

1. Все операции по приготовлению и применению эпоксидных компаундов производить в изолированном помещении, оборудованном приточно-вытяжной вентиляцией.

2. Нагревание смолы, перемешивание с отвердителем и другими компонентами необходимо производить в вытяжном шкафу.

3. В помещении, в котором ведутся работы с эпоксидными ком-

паундами, должна быть установлена раковина с подведенной к ней горячей и холодной водой.

4. Работаящие с эпоксидными компаундами обязаны в течение рабочего дня мыть руки и лицо теплой водой, вытираясь чистым полотенцем, или, что значительно лучше, мягкими бумажными салфетками, или полотенцами разового пользования.

5. Брызги смолы, отвердителя или компаунда, попавшие на кожу, должны быть немедленно смыты марлевым тампоном, смоченным спиртом или ацетоном, после чего пораженное место надо тщательно промыть теплой мыльной водой, осушив бумажными мягкими салфетками или полотенцами разового пользования.

6. Прием пищи, включая спелмолоко, на производственном участке должен быть запрещен.

7. Не следует допускать к работе с эпоксидными компаундами лиц, кожа которых обладает повышенной к ним чувствительностью.

3. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ПРЕПАРАТОВ

3.1. Составление схемы и компоновка минералов в матрицу

Число образцов, помещаемых в одну шашку, зависит от размеров зерен и от количества элементов, подлежащих определению. Если проводится анализ на десять элементов (Si, Al, Ti, Fe, Mn, Mg, Cr, Ca, K, Na) в основных породообразующих минералах, то рациональнее помещать не более 20 образцов, чтобы оператор мог исследовать их на приборе за одну смену. Когда определяются два-три элемента, можно помещать 100-200 зерен. Монтировать образцы в шашку можно двумя способами. Первый способ заключается в том, что минералы помещаются на липкую ленту, на них ставится форма, и все это заливается эпоксидным компаундом. После отверждения получается шашка с смонтированными в нее зернами минералов. По второму способу сначала готовится шашка без зерен, потом на ее рабочей поверхности делаются лунки, которые заложатся эпоксидным компаундом, и только после этого в них помещаются зерна минералов.

Первый способ применяется при изготовлении токопроводящих

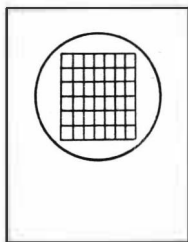


Рис. 1. Трафарет

шашек и для монтажа сравнительно крупных зерен минералов (500 мкм и более). Второй способ удобнее при монтаже мелких зерен минералов, не проводящих электрический ток. Естественно, может быть применена комбинация этих двух способов.

Первый способ. Перед тем как помещать минералы на липкую ленту, необходимо сделать трафарет. Для этого на листке плотной бумаги размером 35x45 мм надо начертить круг диаметром 24 мм, а внутри него — прямоугольную сетку с расстояниями между вертикальными линиями 1,5–2 мм, между горизонтальными — 2–2,5 мм (рис. 1). Если зерна минералов крупнее 2 мм, расстояние между линиями увеличивают, чтобы зерна минералов в шашке не касались друг друга. Полученная таким образом сетка будет служить трафаретом для размещения минералов, ею можно пользоваться много раз. Составляется также рабочая схема на листе писчей бумаги или на перфокарте К-4 или К-5. Она представляет собой круг диаметром 110 мм, в котором через 8–10 мм чертятся прямоугольная сетка, в пересечениях линий ставятся точки и порядковые номера образцов, отобранных для исследования. Следует иметь в виду, что готовая шашка будет обратным изображением схемы, поэтому располагать зерна минералов и ставить порядковые номера удобнее справа налево.

После того как схема нарисована, расставляют пакетики с минералами в нужной последовательности в небольшой коробочке, например из-под фотопластинок. Удобнее всего помещать минералы в шашку в порядке возрастания номеров образцов; это предотвратит путаницу и даст возможность восстановить порядок расположения минералов даже в случае утери схемы. Если из каждого образца требуется поместить в шашку 2–3 минерала, лучше располагать их группами. Например, из каждого образца требуется поместить биотит, роговую обманку, полевой шпат; вначале надо помещать биотиты из всех образцов, затем — роговые обманки, а потом — полевые шпаты. Такое размещение минералов облегчит работу оператора при исследовании на микрозонде. На рабочей схеме под кругом пишутся порядковые номера схемы, а напротив них — номера образцов и названия минералов.

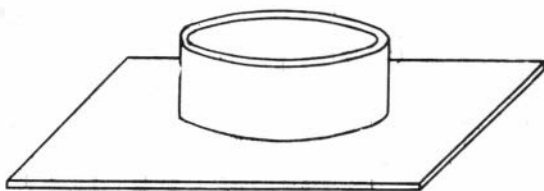


Рис.2. Стеклянная форма

Формы для заливания шашек изготавливаются из стеклянной трубки с внутренним диаметром 24 мм. Трубка разрезается алмазной пилой на отрезки по 10 мм, торцы полученных стеклянных колец шлифуются на шлифовальном станке или вручную на стекле с абразивным порошком М-20, а одна сторона доводится вручную на стекле с порошком М-7 (рис.2).

Затем надо подготовить липкую ленту для размещения на ней минералов. Для этого вокруг пластинки из оргстекла или металла размером 100x45x5 мм, аккуратно, без морщинок, обернуть липкую ленту (шириной 38 и длиной 130 мм) клейким слоем наружу и склеить ее концы на одной из плоских сторон пластинки. Чтобы липкая лента была натянута более ровно, после склеивания можно между пластинкой и лентой вставить одну-две проволочки диаметром 3-4 мм и длиной 40 мм с той стороны, где склеивалась лента. На противоположной стороне между лентой и пластинкой помещается трафарет, который хорошо виден сквозь ленту, и это позволяет помещать зерна минералов на ней в соответствии со схемой. Подготовленную таким образом пластинку положить на чашку Петри диаметром 60-80 мм и можно приступать к размещению на ней зерен минералов. Для большего удобства лучше сделать подставку по прилагаемому эскизу (рис.3).

Минералы из пакетика пинцетом или стальной иглой переносятся под бинокулярным микроскопом на липкую ленту и размещаются там по схеме. Чтобы минералы можно было переносить иглой, на ее острие надо наклеить немного лишнего слоя ленты. Часто возникает необходимость в одну шашку помещать зерна минералов разной величины. В этом случае, для очень мелких зерен нужно иглой сделать бугорок из липкого слоя ленты и поместить их на вершинку этого бугорка. Таким образом, мелкие зерна окажутся на некотором расстоянии от рабочей поверхности шашки и при шлифовании на стекле

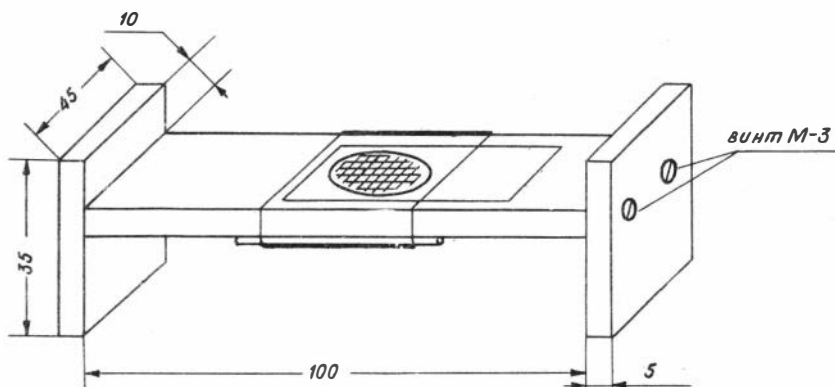


Рис.3. Подставка для монтажа зерен минералов на липкую ленту

не шлифуются раньше, чем большие зерна вскрыются на достаточную глубину (рис.4а,б).

После того как все минералы будут помещены на липкую ленту, надо поставить стеклянную форму, предварительно смазанную изнутри антиадгезионной смазкой или вазелином. Форма слегка прижимается к липкой ленте той стороной, которая пришлифована порошком М 7. Затем пластинку с липкой лентой и формой поместить в сушильный шкаф, нагретый до температуры $35-40^{\circ}\text{C}$ и, пока она прогревается, подготовить эпоксидный компаунд: для зерен минералов, проводящих электрический ток – по рецепту № 1, для непроводящих – № 2.

Когда компаунд готов, пластину с формой вынимают из сушильного шкафа, заливают компаундом, не заполняя на 2-3 мм до верхней кромки, и снова ставят в сушильный шкаф на 15 или 12 часов, в зависимости от применяемого компаунда.

По истечении этого времени форма вынимается из сушильного шкафа, отсоединяется от липкой ленты и остужается 20-30 мин. При остывании, благодаря антиадгезионной смазке и вследствие разного коэффициента расширения стекла и компаунда, форма отстает от пашки. Остается пальцем выдавить пашку из формы и ватным тампоном, смоченным ацетоном, удалить остатки липкой ленты. Если же пашка не выдавливается, надо ее вместе с формой немного пошлифовать вручную на стекле порошком М-5 (вода вместе с абразивом попадает в промежуток между формой и пашкой и способствует их разъ-

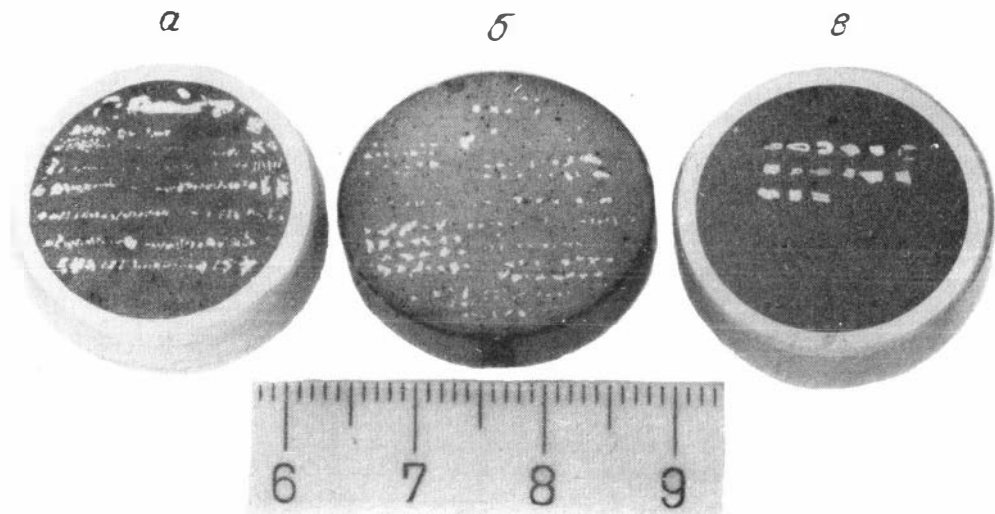


Рис.4. Пашки на токопроводящей основе
а - залитая в латунное кольцо, б - сделанная в стеклянной форме, в - "стан-
дартная" пашка для анализа рудных минералов

единению). После того как пашка будет вынута из формы, необходимо верхнюю, нерабочую поверхность, представляющую собой мениск, выровнять наждачной бумагой или напильником, стараясь сохранить параллельность ее рабочей поверхности, снять фаски с обеих плоскостей и тщательно вымыть пашку под струей теплой воды ватным тампоном с мылом.

Второй способ. Приготовление препаратов этим способом несколько отличается от описанного выше. Вначале готовится пашка из эпоксидной смолы. Рациональнее приготовить сразу 10–20 шт. Для этого стеклянные формы, смазанные изнутри антиадгезионной смазкой или вазелином, ставят на пластинку из оргстекла толщиной 2–3 мм и помещают в сушильный шкаф при температуре 35–40°C. Пока они прогреваются, готовят эпоксидный компаунд по рецепту № 2. При перемешивании смеси в нее попадают пузырьки воздуха. После отверждения смолы часть этих пузырьков оказывается на рабочей поверхности, в процессе шлифования в них попадает абразив, который в дальнейшем мешает получить полировку высокого качества. Чтобы избежать образования этих пузырьков, тигель со смесью надо слегка подогревать над электроплиткой. Жизненность нагретого компаунда при этом уменьшается до 30 мин, но это несущественно, так как разлив его в 10–20 колец занимает не более 8–10 мин. Как только компаунд готов, из сушильного шкафа вынимают пластину с формами и заливают их, не заполнив до верхней кромки на 2–3 мм, чтобы легче вынимать пашку. После заливки пластина с формами помещается в сушильный шкаф при температуре 35–40°C. Время отверждения компаунда при 40°C – 12 часов, при комнатной температуре – 24 часа.

После отверждения смолы пашки вынимают из сушильного шкафа и оставляют на 20–30 мин остыть, затем, слегка изогнув пластинку из оргстекла, отсоединяют от нее формы и выдавливают пальцем пашки. Ее верхняя, нерабочая поверхность представляет собой мениск. С помощью напильника или наждачной бумаги ее надо выровнять, стараясь сохранить параллельность с нижней, рабочей поверхностью, и снять с них фаски. Нижнюю, рабочую поверхность, пришлифовать на стекле с порошком М-5 и тщательно вымыть теплой водой. Получилась заготовка, в которую можно помещать исследуемые минералы.

Подобную пашку-заготовку можно сделать несколько иначе. На

токарном станке из латуни или алюминия вытачивается кювета по образцу кювет, прилагаемых к микросонду, внешний диаметр - 25, высота - 8, внутренний диаметр - 20, глубина - 4 мм (рис.5в). Должны быть сняты фаски с верхней и нижней поверхностей. Перед заливкой кювету надо изнутри протереть ватным тампоном, смоченным спиртом или ацетоном и нагреть в сушильном шкафу до 35-40°C. Шашка из представляет собой кювету, заполненную эпоксидной смолой, т.е. для приготовления одной шашки требуется одна кювета. Для экономии времени удобнее заказать сразу большую партию таких кювет и заливать одновременно 10-20 шт. Заполнять их надо до самого верха тем же компаундом № 2, режим отверждения тот же.

После отверждения шлифовать на стекле заливую смолой поверхность с порошком М-20, а потом М-7 до такого состояния, чтобы смола и края кюветы составляли одну плоскость. Монтаж исследуемых минералов в шашку, приготовленную с помощью стеклянной формы, такой же, как и в кювету, поэтому описание необходимых операций будет единое.

На рабочей поверхности шашки карандашом чертится прямоугольная сетка с расстояниями между вертикальными линиями I-I,5, между горизонтальными-I,5-2 мм. На листе писчей бумаги или на перфокарте также рисуется круг и чертится прямоугольная сетка большего размера: диаметр круга II0, расстояние между линиями 8-10 мм. В пересечениях линий рисуются метки и слева направо ставятся порядковые номера схемы. Согласно этой рабочей схеме в небольшой коробочке расставляются пакетики в нужной последовательности, и на схеме под кругом против порядковых номеров пишутся номера образцов и названия исследуемых минералов.

Затем иглой, заточенной как стамеска, под бинокулярным микроскопом на шашке делаются лунки, в которые будут помещаться минералы. Глубина лунок зависит от размеров зерен исследуемых минералов, желательно, чтобы минерал, помещенный в лунку, выступал над поверхностью шашки на 1/3 своей величины (рис.6). Тогда, при шлифовании на стекле с порошком М-5, все зерна минералов вскроются на достаточную глубину одновременно, независимо от их размеров (рис.5а). Если в шашку требуется поместить мусковит, биотит или другие слюды, лунки для них надо делать узкие и достаточно глубокие, чтобы чешуйки этих минералов можно было поста-

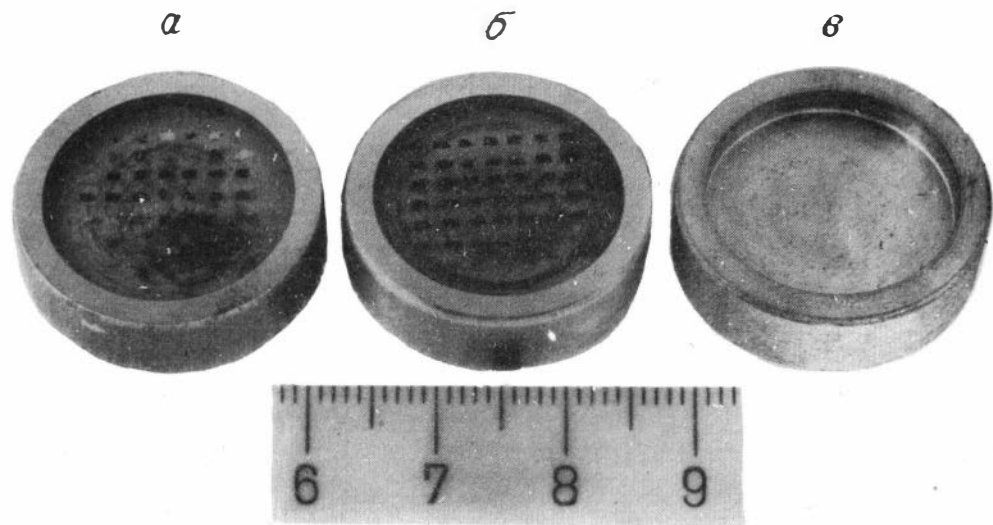


Рис.5. Шашки для минералов, не проводящих электрический ток
а - "стандартная" шашка для силикатного анализа, б - шашка с биотитами,
в - кювета

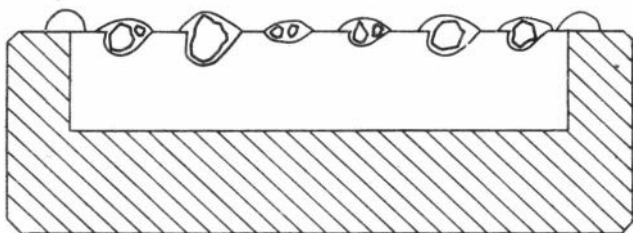


Рис.6. Пашка с помещенными в нее зернами минералов (разрез)

вить на ребро и они не падали на бок. Это связано с тем, что слюды значительно лучше полируются в направлении, перпендикулярном к плоскости спайности.

После того как для всех минералов будут сделаны лунки, можно приступить к приготовлению компаунда по рецепту № 2. Его требуется немного, достаточно взять около двух граммов смеси смолы с диметилфталатом и ввести туда отвердитель. При перемешивании нагревать компаунд надо недолго, чтобы не уменьшилась его **жизненность**. Здесь уместно вспомнить, что процесс отверждения смолы идет с выделением тепла, а тепло ускоряет реакцию полимеризации, и происходит "саморазогрев" смолы, еще больше ускоряющий этот процесс. Однако, если масса смолы небольшая, то все тепло успевает передаться окружающему воздуху, реакция идет медленно и **жизненность** компаунда увеличивается. Поэтому, когда компаунд готов, надо поместить несколько его капель на предметное стекло. **Жизненность** компаунда в этих каплях будет 2-2,5 часа.

Теперь пашка помещается под бинокулярный микроскоп и, при помощи стальной иглы готовым компаундом заполняется 4-5 лунок. Этой же иглой, чуть смазанной компаундом, исследуемые минералы из пакетиков переносятся в заполненные лунки в соответствии со схемой. При необходимости минералы можно сориентировать в нужном кристаллографическом направлении по отношению к рабочей поверхности пашки. После этого надо заполнить компаундом еще 4-5 лунок и продолжать помещать в них минералы. Не следует заполнять компаундом сразу много лунок, так как от освещения под бинокулярным микроскопом пашка нагревается, процесс отверждения компаунда ускоряется, **жизненность** его уменьшается, и он может стать настолько вязким, что помещать в него минералы будет невозможно.

На предметном стекле компаунд не нагревается и поэтому гораздо дольше остается достаточно жидким. Не всегда удается поместить все исследуемые минералы в пашку, используя компаунд, сделанный вначале. Это зависит и от навыков исследователя, и от количества минералов, помещаемых в одну пашку. Если перенос минералов в пашку занял много времени, и компаунд на предметном стекле так загустел, что с ним стало трудно работать, надо приготовить новый компаунд и продолжить работу уже с ним.

После того как все исследуемые минералы будут помещены каждый в свою лунку, надо нанести 5-6 крупных капель компаунда по окружности рабочей поверхности пашки, ближе к ее периферии (см. рис. 6). Эти капли стабилизируют процесс шлифования при вскрытии исследуемых зерен и предотвращают возникновение сферической поверхности на пашке. Не следует заливать компаундом всю поверхность пашки, качество поверхности от этого не улучшится, а процесс вскрытия зерен удлинится.

После монтажа минералов пашку оставляют для отверждения: при температуре 20°C - на 24, при 35-40°C - на 12 часов.

3.2. Шлифовка

Прежде чем приступить к шлифованию, надо подготовить стеклянные пластины. Для этих целей удобнее всего взять использованные фотопластинки размером 18x24 и 13x18 см, смыть с них эмульсионный слой и пришлифовать предметным стеклом одну сторону с порошком М-7. Для всего процесса шлифовки и доводки требуется одна пластина размером 18x24 и четыре пластины - 13x18 см. Если не удастся достать фотопластинки, можно воспользоваться обычным оконным или витринным стеклом, отрезав пластины нужного размера. Однако для подготовки оконного стекла к работе потребуется больше времени, так как поверхность этого стекла не такая ровная, как на фотопластинках, и для ее выравнивания необходима шлифовка с абразивами М-40, М-14, а затем М-7. Шлифовать пластины нужно по всей поверхности таким образом, чтобы не образовалась "яма" в середине.

Первая стадия шлифования на стекле достаточно простая, но очень важная. Цель ее - вскрыть минералы на нужную глубину и сделать рабочую поверхность плоскостью, а не сферой. Для этого

стеклянная пластина размером 18x24 см моется водой со щеточкой, после чего кладется на стол матовой поверхностью вверх (под пластину желательно подложить листовую полиэтилен размером 240x300x2 мм, чтобы она не двигалась по столу, и вода с абразивом, которая может стекать с пластины, не испортила стол). Рядом со стеклом рекомендуется поставить чашечку с водой.

На мокрую стеклянную пластину насыпается приблизительно одна треть чайной ложечки абразивного порошка М-5 и добавляется столько воды, чтобы образовавшаяся смесь по густоте напоминала сметану. Предметным стеклом полученная абразивная масса тщательно растирается по всему стеклу, пока крупные песчинки, иногда встречающиеся в абразиве, не зместятся со шлифовальной пластины. После этого можно приступить к шлифованию шашки. Шлифовать шашку надо кругообразными движениями, периодически меняя ее положение в руке и постепенно перемещаясь по всей плоскости стекла, в случае необходимости смачивая стекло водой. Время от времени надо приостанавливать шлифование, мыть шашку теплой водой и смотреть под бинокулярным микроскопом, насколько вскрыты исследуемые минералы и не выкрашиваются ли некоторые из них.

Если началось выкрашивание какого-либо минерала или на рабочей поверхности вскрылось много пузырей, что часто бывает в токопроводящей матрице, надо прекратить шлифование и тщательно вымыть и высушить шашку. Шлифовальное и предметное стекла тоже вымыть щеточкой и отставить в сторону. Затем приготовить пропитывающий компаунд по рецепту № 3 и под бинокулярным микроскопом при помощи тонкой стальной иглы заполнить подготовленным компаундом обнаруженные дефекты. Затем шашку необходимо поместить в сушильный шкаф при температуре 35–40°С на 17 часов. После полного отверждения пропитывающего компаунда можно продолжать шлифование, предварительно растерев вновь нанесенный абразивный порошок предметным стеклом. После того как исследуемые минералы вскрыются на нужную глубину, шашка тщательно моется под краном теплой водой и вытирается насухо, после чего можно переходить к доводке. Иногда в шашку для исследования или в качестве эталона может быть помещен корунд. Для шлифования такой шашки на стекле используют микропорошок из эльбора с зернистостью 5 мкм.

3.3. Доводка

Доводка осуществляется на фильтровальной бумаге поочередно четырьмя алмазными пастами АСМ 5/3, 3/2, 2/1, 1/0. Для этого вырезается четыре листа фильтровальной бумаги размером 13x24 см, каждый лист накладывается на матовую поверхность стекла размером 13x18 см, и края его подгибаются под стекло. Иногда в фильтровальной бумаге встречаются песчинки, которые могут испортить всю шашку, поэтому надо взять латунную или алюминиевую кювету для образцов и обратной ее стороной потереть по фильтровальной бумаге. Если в бумаге есть песчинки, то в тех местах, где они находятся, появится темное пятно. Под бинокулярным микроскопом с помощью тонкой стальной иглы их можно аккуратно извлечь и удалить. После этого фильтровальная бумага маркируется и на нее наносится соответствующая алмазная паста, которая выдавливается из тубика (длина столбика 1,5–2,0 см) и пальцем растирается по фильтровальной бумаге. Не следует наносить слишком много пасты: лучше, если потребует, добавить потом. Необходимо помнить, что при шлифовании шашки на фильтровальной бумаге должен достигаться снимающий стружку эффект. При большом количестве пасты на фильтровальной бумаге получается непригодная для шлифования комбинация из неподвижных и катящихся зерен, влекущая за собой разрушение шлифуемой поверхности, и доводка на фильтровальной бумаге теряет свой смысл.

Шлифовать шашку на фильтровальной бумаге надо круговыми движениями, периодически меняя положение ее в руке. Через пять минут ватными тампонами, смоченными в спирте или ацетоне, удалить с шашки остатки алмазной пасты и просмотреть под микроскопом в отраженном свете степень доводки минералов. Если на минералах хотя бы частично осталась "шагреновая поверхность", процесс доводки на алмазной пасте 5/3 мкм надо продолжить. Заканчивать доводку этой пастой можно лишь тогда, когда только на некоторых минералах от "шагреновой поверхности" останутся отдельные ямки. Следует иметь в виду, что твердые минералы доводятся быстрее, чем мягкие, поэтому под микроскопом надо просматривать все минералы.

Процесс доводки с алмазной пастой 5/3 мкм должен продолжаться 10–20 мин, при большей затрате времени начнет развиваться

рельеф. Если за 20 мин "шагреновая поверхность" не исчезла, значит пашка при шлифовании прижимается к фильтровальной бумаге слишком слабо. Через некоторое время каждый исследователь почувствует, с какой силой надо ему прижимать пашку к фильтровальной бумаге. Когда процесс доводки пашки с алмазной пастой 5/3 мкм закончен, нужно тщательно очистить пашку и руки от остатков пасты, чтобы крупнозернистая паста не попала на фильтровальную бумагу со следующей, более тонкой пастой.

Доводка с алмазными пастами 3/2, 2/1, 1/0 осуществляется так же, как и с пастой 5/3. Время доводки с каждой алмазной пастой не должно быть больше 15–20 мин. После доводки пашки с алмазной пастой 3/2 большинство минералов будет иметь почти отполированную поверхность и можно переходить к окончательной полировке на сукне. Однако, если в пашке находятся самородные элементы (золото, серебро, железо) или различные сплавы, применяемые в качестве стандартов, а также очень мягкие минералы (молибденит, висмутин и т.п.) и некоторые труднополируемые (гематит), нужно продолжить доводку пашки с алмазными пастами 2/1 и 1/0. После каждой алмазной пасты необходимо тщательно очищать пашку от остатков пасты ватными тампонами, смоченными спиртом или ацетоном. Если в процессе доводки на минералах стали появляться крупные парашины, его надо прекратить, под бинокулярным микроскопом внимательно просмотреть пашку и, если не обнаружится дефектов выкрашивания, заменить фильтровальную бумагу. Если же обнаружится выкрашивание каких-либо зерен, надо приготовить компаунд по рецепту № 3 и "залечить" эти дефекты. После отверждения компаунда обработку пашки начинать со шлифования на стекле с порошком М-5, а затем на фильтровальной бумаге с алмазными пастами. Фильтровальную бумагу, на которой произошло выкрашивание, необходимо заменить.

3.4. Окончательная полировка

Окончательная полировка проводится на полировальном станке (1400 об/мин) с использованием тонкого сукна и суспензии, приготовленной из дистиллированной воды, шампуня и окиси хрома. Для этой цели требуется тонкое сукно с коротким ворсом, лучше всего

"бильярдное". Сукно на диск натягивается с помощью кольца или капроновых ниток, или же приклеивается при помощи битума. Окись хрома готовится следующим образом: в вытяжном шкафу в алюминиевую кастрюлю емкостью 2 л насыпать 1,5–2 столовых ложки дву-хромовокислого аммония. Затем зажечь аммоний и закрыть кастрюлю. Реакция окисления идет энергично и с выделением большого количества тепла, поэтому крышку на кастрюле нужно закрывать плотно, прижимая ее отверткой. После окончания реакции остудить, затем высыпать содержимое в фарфоровую ступку и тщательно растереть вначале всухую, а потом с дистиллированной водой. Долить в ступку дистиллированной воды, тщательно перемешать ее с окисью хрома и вылить в литровый химический стакан высотой 20 см. Дополнить стакан дистиллированной водой и дать отстояться 8 мин, затем слить верхние 10 см во второй стакан емкостью 2 л, опять дополнить первый стакан дистиллированной водой и спустя 8 мин снова слить верхние 10 см в двухлитровый стакан. Процедуру повторить 3–4 раза и, когда двухлитровый стакан будет наполнен, дать ему постоять 30–40 мин, чтобы вся окись хрома осела на дно. Затем осторожно слить воду, а остаток вместе с окисью хрома перелить в пол-литровую банку с крышкой, добавить туда немного шампуня и тщательно перемешать. Эта суспензия в закрытой банке может храниться около месяца. Наносить ее надо на чистый суконный диск, первую порцию следует растереть по сукну рукой, затем в процессе полировки добавлять немного суспензии и дистиллированной воды, не допуская высыхания крута. Во время полировки шашка слегка прижимается к диску и все время поворачивается вокруг своей оси. Полировать следует на средней части диска, постепенно выводя шашку к его центру. Через 30–40 секунд промыть шашку под краном теплой водой и, осторожно промокнув фильтровальной бумагой, посмотреть под микроскопом. В случае необходимости продолжить полировку. Суммарное время окончательной полировки на сукне не должно превышать 1,5–2 мин.

После окончания полировки шашку надо тщательно вымыть под струей теплой воды ватным тампоном с мылом, аккуратно протереть чистым полотенцем, затем положить в чашку Петри и закрыть, чтобы на полированную поверхность не попала пыль.

3.5. Приготовление препаратов из руд и рудных концентратов

Описанные выше способы монтажа минералов в шашку приемлемы в том случае, когда исследователь имеет монофракции интересующих его минералов. Но иногда возникает необходимость изучить отдельные минералы непосредственно в породе, особенно это интересно при изучении руд. Методика монтажа таких шашек следующая.

От кусочка руды или породы отпиливается пластинка толщиной 3–5 мм. Одна сторона этой пластинки пришлифовывается на стекле с порошком М-5 и полируется на сукне окисью хрома. На ней выбирается интересующий исследователя участок и выпиливается алмазной пилой кусочек нужного размера.

Точно также подготавливаются остальные пластинки исследуемых образцов. После распиловки они обезжириваются спиртом или ацетоном. Нужный участок можно выпилить и из аяшлифа, но потом выпиленный кусочек тщательно промыть в ксилоле и ацетоне, чтобы удалить балзам или канифоль, используемые для пропитки руд и пород при изготовлении полированных шлифов.

Когда все кусочки руд, предназначенные для исследования, готовы, берется пластинка из оргстекла размером 40x60x3 мм, под эту пластинку подкладывается такого же размера белая бумага, с нарисованным на ней кругом диаметром 24 мм. Затем кусочки руд располагают на оргстекле полированной поверхностью вниз с таким расчетом, чтобы их контуры не выходили за площадь круга, нарисованного на бумаге. Параллельно составляется схема их расположения. Принцип составления схемы такой же, как при монтаже минералов в токопроводящей матрице. Количество помещаемых в одну шашку кусочков породы зависит от их размеров. Можно делать сразу несколько шашек, заранее подготовив несколько стеклянных форм и смазав их антиадгезионной смазкой. Скомпанованные на пластинках из оргстекла кусочки руд помещаются в сушильный шкаф с температурой 35–40°C. Сюда же ставятся стеклянные формы на отдельной пластмассовой пластинке. Теперь можно приступить к приготовлению заливочного компаунда (рецепт № 2). Когда компаунд будет готов, пластинки с кусочками руд и стеклянные формы вынимаются из сушильного шкафа. Под пластинки опять надо подло-

жить бумагу с нарисованными кругами с таким расчетом, чтобы кусочки руд находились в площади круга. Затем пинцетом взять один кусочек руды и на его нижнюю, полированную поверхность при помощи спички поместить капельку готового компаунда. После этого кусочек руды поставить на место и, прижимая пинцетом или спичкой к пластинке из оргстекла, выдавить излишки смолы. То же самое надо проделать со всеми остальными кусочками, затем поставить стеклянные формы так, чтобы кусочки руды оказались внутри и не касались стенок. После этого формы залить компаундом, не заполняя их на 2-3 мм. Сюда же можно вставить бирки с номерами шашек.

По окончании всех этих операций шашки помещаются в сушильный шкаф с температурой 35-40°C на 12 часов или выдерживаются при комнатной температуре 24 часа. После отверждения смолы, слегка изогнув пластины из оргстекла, отсоединить от них формы. Затем пальцем выдавить шашки из форм, напильником или наждачной бумагой выравнять верхнюю, нерабочую их поверхность, снять фаски с верхней и нижней поверхностей.

После этого шашка шлифуется вручную на стекле с микропорошком М-5, пока полированные плоскости всех кусочков руды не будут вскрыты от смолы и пришлифованы. Затем подготавливается пропиточный компаунд (рецепт № 3), и под бинокулярным микроскопом при помощи стальной иглы смазываются этим компаундом вскрытые поверхности руд. Если после шлифовки на рабочей поверхности оказались пустоты от пузырей воздуха, их тоже надо заполнить смолой. После отверждения смолы шашки вновь шлифуются на стекле с порошком М-5 до вскрытия руд. Однако теперь не следует шлифовать долго, чтобы не снять тонкий слой руды, который сцементирован пропиточным компаундом. Дальнейшая доводка и полировка шашек с рудой осуществляется так же, как описано в предыдущей главе.

Следует иметь в виду, что некоторые очень мягкие минералы, особенно их мелкие включения, плохо полируются на сукне, а иногда и совсем выдираются. Если в шашке находятся такие "трудные" минералы, рациональнее закончить полировку этих шашек на фильтровальной бумаге с алмазной пастой АСМ I/O и не полировать их на сукне. Однако не всегда исследователь заранее знает, можно ли тот или иной "трудный" минерал полировать на сукне. При контроле под микроскопом видно, что иногда после алмазной пасты поверхность таких минералов была лучше, чем после окончательной поли-

ровки на сукне. В этом случае пашку необходимо вновь пришлифовать на стекле с порошком М-5 до такого состояния, чтобы все присутствующие в ней минералы стали матовыми, а затем доводить ее на фильтровальной бумаге, исключив окончательную полировку на сукне.

После того как пашка будет готова, надо ее тщательно вымыть под струей теплой воды ватным тампоном с мылом, аккуратно протереть чистым полотенцем и убрать в чашку Петри.

Для монтажа в пашку мелкого материала (концентраты, хвосты и другие продукты обогащения, пески, тяжелые минеральные фракции) можно использовать следующие методы. Прежде всего такие материалы должны быть очищены от флотационных реагентов, глинистой массы и от любых других загрязняющих веществ. На пластинку из оргстекла насыпается маленький бугорок исследуемого материала, ставится стеклянная форма, смазанная антиадгезионной смазкой, и стеклянной лопаточкой бугорок аккуратно разравнивается в тонкий слой. Можно слегка постукивать по пластинке. Затем готовится пропиточный компаунд по рецепту № 3 и заливается в форму, сюда же помещается этикетка с номером пробы.

При большом количестве сыпучего материала монтировать его в пашку лучше несколько иным способом. Готовится пропиточный компаунд, и несколько его капель на предметном стекле смешивается с сыпучим материалом. Затем полученная смесь переносится спичкой на пластинку из оргстекла, ставится стеклянная форма и заливается компаундом, сюда же помещается этикетка. Рациональнее одновременно делать 10-20 таких пашек. После отверждения смолы пашка шлифуется на стекле с порошком М-5 до вскрытия зерен. Если на рабочей поверхности обнаружатся дефекты, их надо "залечить" пропиточным компаундом. Методика дальнейшей обработки такая же, как описано ранее.

4. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ПРОЗРАЧНЫХ ПРЕПАРАТОВ

Иногда бывает необходимо изучать минералы с помощью микронзонда в прозрачных шлифах. Однако прозрачные шлифы, проваренные и приклеенные канадским бальзамом, для этих целей непригодны. Методика приготовления прозрачных препаратов для изучения на

микронде следующая. Алмазной пилой отрезается от образца пластинка толщиной 2-3 мм, затем одна ее сторона шлифуется на станке или вручную на стекле с абразивом М-20 до исчезновения рисок от пилы и доводится с микропорошком М-7. Берется предметное стекло, все ребра и углы на нем сглаживаются на шлифовальном станке с порошком М-20, и одна его сторона шлифуется вручную на стекле с микропорошком М-7. На нешлифованной стороне предметного стекла алмазным карандашом пишется номер образца. Затем предметное стекло и пластинка обезжириваются спиртом или ацетоном, помещаются в сушильный шкаф (температура 35-40°C), и готовится эпоксидный компаунд по рецепту № 3. После этого из сушильного шкафа вынимается пластинка, и поверхность, шлифованная с микропорошком М-7, при помощи спички смазывается эпоксидным компаундом. Посредине этой поверхности в виде бугорка помещается 3-4 капли компаунда. Затем предметное стекло матовой поверхностью накладывается на бугорок и аккуратно прижимается к пластинке. Благодаря бугорку смола от центра постепенно перемещается к периферии и помогает избавиться от пузырьков, которые возникают при склеивании. Излишки смолы удаляются с пластинки спичкой или кусочком жесткой бумаги, а эпоксидный компаунд, попавший на нематовую поверхность предметного стекла - ватным тампоном, смоченным спиртом или ацетоном. Затем на пластинку помещается небольшой груз в 30-40 г, и она ставится на 17 часов в сушильный шкаф (температура 35-40°C). При комнатной температуре для отверждения компаунда требуется 48 часов.

После отверждения пластинка шлифуется до толщины 0,3-0,4 мм на станке с порошком М-20. Затем вручную, на стекле с порошком М-5, она доводится до толщины чуть большей, чем требуется для прозрачного шлифа. После этого можно переходить к полировке шлифа, но если препарат довести на фильтровальной бумаге с алмазной пастой 5/3, качество полировки будет значительно лучше.

Полировка проводится на тонком сукне с коротким ворсом окисью хрома и дистиллированной водой. На обратную сторону прозрачного шлифа прикрепляется кусочек пластилина такой величины, чтобы было удобно держать шлиф во время полирования на станке. Процесс полирования должен вестись аккуратно, нельзя допускать высыхания диска. Степень готовности шлифа надо контролировать под микроскопом. Время полирования после доводки с алмазной пас-

той - 2-3 минуты, без этой доводки - 7-8 минут. После окончания полировки надо удалить пластилин со стекла и тщательно вымыть шлиф под краном теплой водой с ватным тампоном и мылом, затем аккуратно протереть чистым полотенцем.

Более рациональную методику предлагает В.Ф.Коненко [7], согласно которой делается шлиф-кассета из 10-15 небольших шлифов. Изготавливаются такие кассеты следующим образом: из образцов нарезаются пластинки толщиной 2-3 мм, а из них - квадраты размером 5x5 мм. Они приклеиваются на толстое стекло-оправку канадским бальзамом и сначала на грубых абразивных порошках, а затем на все более мелких, толщина этих пластинок доводится до 0,4-0,5мм. Далее они снимаются со стекла-оправки и промываются в ксилоле или ацетоне, а затем в спирте. Предметное стекло шлифуется с порошком М-7 и обезжиривается спиртом. Готовится эпоксидный клей и тонким слоем наносится на матовую поверхность предметного стекла, потом на нем в выбранном порядке располагаются подготовленные пластинки. После этого шлиф покрывается полиэтиленовой пленкой и помещается под небольшой груз (0,5 кг). После полимеризации смолы препарат сошлифовывается с тонким абразивным порошком до толщины шлифа или чуть больше, а потом тщательно полируется. При изготовлении таких препаратов можно использовать остатки полированных пластинок для изучения включений, сделав матовой ту поверхность, которая приклеивается на предметное стекло.

При применении этой методики, если нет достаточно большого опыта, может возникнуть одно затруднение: приклеивая пластинку на стекло-оправку, необходимо сохранить под каждой пластинкой одинаковую толщину слоя канадского бальзама. В противном случае, при доводке шлифа, некоторые пластинки могут стать тоньше 30 мкм (толщина прозрачного шлифа) или сошлифоваться совсем. Этого можно избежать, если вначале монтировать пластинки в шашку так же, как при монтаже препаратов из кусочков руд, и шлифовкой на стекле о порошком М-5 придать им общую поверхность. Затем полученная шашка приклеивается эпоксидным компаундом (рецепт № 3) к матовой поверхности предметного стекла и по описанной ранее методике делается прозрачный полированный шлиф. Такой прием несколько удлиняет время приготовления шлифа-кассеты, но гарантирует сохранность всех пластинок, помещаемых в препарат.

При монтаже пластинок для шлифа-кассеты рациональнее использовать квадратную форму с внутренними размерами 25x25 мм. Изготавливается она из пластинки оргстекла размером 104x8x3 мм. Эта пластинка нагревается над электроплиткой до пластичного состояния и затем обжимается вокруг деревянного бруска сечением 25x25 мм. Когда оргстекло остынет, торцы полученной формы выравняются напильником или наждачной бумагой. Такой формой можно пользоваться многократно.

5. ОСОБЕННОСТИ ПОДГОТОВКИ СТАНДАРТОВ

При проведении количественного электронно-зондового микроанализа сравнивают интенсивности рентгеновских линий от образца и стандарта известного состава и затем вводят поправки для учета разницы в поглощении рентгеновских лучей, в обратном рассеянии электронов и т.д. В качестве стандартов могут использоваться минералы (природные и синтетические), близкие по составу к анализируемым образцам, синтетические стекла, металлы и их сплавы и др.

Материал, пригодный для использования в качестве стандартов, подбирают и аттестуют специалисты, занимающиеся микрозондовым анализом.

Готовить стандарты к анализу можно двумя способами:

1) стандарты помещаются в пашку вместе с исследуемыми образцами,

2) стандарты помещаются в отдельную "стандартную" пашку.

Первый способ подготовки стандартов применяется в тех случаях, когда используется микроанализатор с малым значением угла отбора рентгеновского излучения θ (MS-46 фирмы Камека, $\theta = 18^\circ$). Даже незначительное отклонение угла θ от номинального значения или неоднородность проводящего покрытия могут привести к искажению результатов анализа. Влияние этих эффектов удается существенно уменьшить, если исследуемые образцы и эталоны монтировать в одном блоке и в процессе шлифования и полирования придавать им общую поверхность [9].

В последнее время широко используются микроанализаторы с углом отбора рентгеновского излучения $\theta = 40^\circ$, такие, как

ЛХА-5А Камебакс-Микро и др. При работе на этих установках можно пользоваться заранее приготовленными "стандартными" пашками. При этом высвобождается время, затрачиваемое на монтаж стандартов в каждую исследуемую пашку, и значительно экономнее расходуется материал стандартов.

Техника монтажа и полировки стандартов в общем не отличается от соответствующей техники для других образцов, за исключением некоторых особенностей. Зерна минералов, помещаемых в "стандартную" пашку, должны быть размером 1-3 мм. Если материал стандарта мельче указанных размеров, необходимо помещать в пашку несколько зерен и располагать их не только в плоскости шлифа, но и на некоторой глубине. При шлифовке на стекле с микропорошком М-5 не следует вскрывать зерна на большую глубину.

Выполнение этих условий позволит неоднократно шлифовать и полировать "стандартные" пашки, чтобы периодически обновлять углеродное покрытие и, в случае необходимости, удалять верхний, постепенно разрушаемый электронной бомбардировкой слой стандартов. Это даст возможность использовать приготовленные однажды "стандартные" пашки в течение нескольких лет.

Опыт работы лаборатории электронно-зондовых исследований ИГиГ СО АН СССР показал, что рациональнее использовать несколько "стандартных" пашек, каждая из которых предназначена для исследования определенного круга образцов. Например, для анализа порообразующих минералов изготавливается "силикатная" пашка (см. рис. 5а) со стандартами из силикатных и окисных минералов и синтетических стекол. Для исследования рудных минералов готовится "сульфидная" пашка (рис. 4в), стандартами в этом случае служат сульфидные минералы, чистые металлы и их сплавы.

Для сокращения времени, необходимого для настройки и фокусировки электронного зонда, в каждую "стандартную" пашку монтируется ляминифор, в качестве которого используется шеелит (СаWO_4).

"Стандартные" пашки, предназначенные для исследования золота или других токопроводящих минералов, готовятся с использованием токопроводящего компаунда.

ЛИТЕРАТУРА

1. Бернштейн П.С. Применение растровой электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа при решении геолого-минералогических задач. - Тр/ ЦНИГРИ цвет. и благород. металлов, 1979, вып.142, с.3-10.

2. Бернштейн П.С., Буняк Н.Д. Пропитка заготовок для изготовления безрельефных аншлифов составами на основе сингенетических смол и монтирование их в стандартные пашки. - Тр/ ЦНИГРИ цвет. и благород. металлов, 1974, вып.112, с.38-47.

3. Бондаренко И.Н., Легкова Г.В. Методика подготовки геологических образцов для исследования на микрозонде. - В кн.: Минералогия и петрология рудных районов Украинского щита. Киев: Наукова думка, 1981, с.35-39.

4. Вахромеев С.А. Руководство по минераграфии. М.: Гостгеол-издат, 1950, с.21-27.

5. Вольтский И.С. Определение рудных минералов под микроскопом, т.1. М.: Недра, 1966, с.40-63.

6. Галопен Р., Генри Н. Исследование непрозрачных минералов под микроскопом. М.: Мир, 1975, с.263-268.

7. Коненко В.Ф. Методика изготовления прозрачных препаратов для исследования на микрозонде. - В кн.: Минералогия и петрохимия интрузивных комплексов Сибири. Новосибирск: Наука, 1982, с.156.

8. Кэмерон Ю.Н. Рудная микроскопия. М.: Мир, 1966, с.39-55.

9. Лаврентьев Ю.Г., Поспелова Л.Н., Соболев Н.В., Маликов Ю.И. Определение состава породообразующих минералов методом рентгеноспектрального микроанализа с электронным зондом. - Зав. лаборатория, 1974, т.40, № 6, с.657-661.

10. Лаврентьев Ю.Г., Кузнецова А.И., Нестеренко Г.В., Маликов Ю.И. Рентгеноспектральный микроанализ самородного золота. - Геол. и геофиз., 1982, № 2, с.83-88.

11. Маликов Ю.И., Маликова И.Н., Поспелова Л.Н. Акцессорные магнетиты Кондомского района (Горная Шория). - В кн.: Минералогия и геохимия рудных месторождений Сибири. Новосибирск: Наука, 1977, с.203-214.

12. Рамдор П. Рудные минералы и их сростания. М.: Изд-во иностр. лит-ры, 1962, с.289-291.

13. Рид С. Электронно-зондовый микроанализ. М.: Мир, 1979, с.183-197.

14. Сидоров А.Ф., Рудашевский Н.С. Диагностика структур распада твердых растворов минералов с помощью микрозонда. - Зап. ВМО, 1979, ч.108, вып.5, с.607-617.

15. Соболев Н.В., Лаврентьев Ю.Г., Поспелова Л.Н., Соболев Е.В. Хромовые пиропы из алмазов Якутии. - ДАН СССР, 1969, т.189, № 1, с.162-165.

16. Соболев Н.В., Лаврентьев Ю.Г., Поспелова Л.Н., Похиленко Н.П. Изоморфная примесь титана в пиропо-альмандиновых гранатах. - Зап. ВМО, 1973, ч.102, вып.2, с.150-155.

17. Чепуров А.И., Лаврентьев Ю.Г., Покачалова О.С., Маликов Ю.И. Состав включений расплава в минералах псевдолейцита. - Геол. и геофиз., 1974, № 4, с.55-60.

18. Черняк К.И. Эпоксидные компаунды и их применение. Л.: Судпромгиз, 1963. 256 с.

19. Cadwell D.E., Weiblen P.W. Diamond disc preparation of polished thin sections for electron microprobe analysis. - Econ. Geol., 1965, vol.60, № 6, p.1320-1325.

20. Taylor C.M., Radtke A.S. Preparation and polishing of ores and mill products for microscopic examination and electron microprobe analysis. - Econ. Geol., 1965, vol.60, №6, p.1306-1319.

21. Keil K. The electron microprobe X-ray analyzer and its application in mineralogy. - Fortschr. Miner., 1967. В.44. Н.1, с.4-66.

ОГЛАВЛЕНИЕ

	Стр.
ВВЕДЕНИЕ	3
1. МАТЕРИАЛЫ И ОБОРУДОВАНИЕ	8
2. ТЕХНОЛОГИЯ ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОМПАУНДОВ	9
2.1. Компаунд для токопроводящих минералов	9
2.2. Компаунд для минералов, не проводящих электрический ток	II
2.3. Техника безопасности при работе с эпоксидными компаундами	12
3. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ПРЕПАРАТОВ	13
3.1. Составление схемы и компоновка минералов в матрицу	13
3.2. Шлифовка	22
3.3. Доводка	24
3.4. Окончательная полировка	25
3.5. Приготовление препаратов из руд и рудных концентратов	27
4. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ПРОЗРАЧНЫХ ПРЕПАРАТОВ	29
5. ОСОБЕННОСТИ ПОДГОТОВКИ СТАНДАРТОВ	32
ЛИТЕРАТУРА	34

ПОДГОТОВКА ПРЕПАРАТОВ ДЛЯ АНАЛИЗА НА МИКРОЗОНДЕ

Методические рекомендации

Составитель Юрий Иванович Маликов

Редактор Л.А.Довгаль

Технический редактор Н.Н. Александрова

Подписано к печати 11.05.83. МН 00723.
 Бумага 60×84/16. Печ.л. 2,25. Уч.-изд.л. 2,0.
 Тираж 500. Заказ 168. Цена 15коп.

Институт геологии и геофизики СО АН СССР
Новосибирск, 90. Ротапринт.