

Minero. 1982. Vol. 93. P. 390–414.

2. Dias, G., Leterrier, J., Mendes, A., Simões, P.P., Bertrand, J.M. U–Pb zircon and monazite geochronology of post-collisional Hercynian granitoids from the Central Iberian Zone (Northern Portugal). *Lithos*. 1998. Vol. 45. P. 349–369.

3. Dallmeyer, R.D., Garcia, M.E. Pre-Mesozoic Geology of Iberia. Berlin: Springer-Verlag. 1990, P. 399-409

4. Locutura, J. and Alcalde C. (Eds.). Mapa Metalogenético de Extremadura a escala 1:250.000. Junta de Extremadura. Inst. Geol. Min. España, Madrid. 2007.

5. Sos Baynat, V. Sobre la Edad Geologica de las Casiteritas de Extremadura, Espana. *Boletim de la sociedade Geologica de Portugal*. 1980. Vol 22.

6. Vindel, E., Chicharro, E., Villaseca, C. Hydrothermal phosphate vein-type ores from the southern Central Iberian Zone, Spain: Evidence for their relationship to granites and Neoproterozoic metasedimentary rocks. *Ore Geology Reviews*. 2014. Vol. 62. P. 143–155.

ИССЛЕДОВАНИЕ УГЛЕРОДИСТОГО ВЕЩЕСТВА МЕТОДАМИ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКЦИИ И КОМБИНАЦИОННОГО РАССЕЙЯНИЯ

Шведайте Т.Ю.

*Институт геологии Карельского научного центра РАН
evidence-89@mail.ru*

Шунгитовые породы представляют собой необычные по своей первичной структуре природные углеродсодержащие композиты, состав которых разнообразен как по содержанию углерода, так и по спектру минеральных компонентов. В состав минеральной части шунгитовых пород входят кварц, рудные минералы (пирит, халькопирит, сфалерит), а также различные алюмосиликаты (слюды, хлориты, амфиболы, полевые шпаты). Известно, что шунгитовые породы содержат от 1 до 99% углеродистого вещества (шунгит – углерод со следами кислорода, водорода, серы и азота).

Для исследований были отобраны 3 образца шунгитовых пород со скважины 71, расположенной в 2.9 км на юго-западе от деревни Малое Царево. Образцы были взяты с разных глубин по разрезу наиболее представительных толщ углеродистого вещества.

Образец №1 – глубина 23.4 м (верх толщ на непосредственном кон-

также с туфоалевролитами), образец № 2 – глубина 36.7 м (середина толщ, удаленная от контактов с долеритом), образец № 3 – глубина 64.8 м (низ толщ на непосредственном контакте с долеритом).

Результаты, полученные методом дериватографии, показали, что содержание углерода в породе для всех отобранных образцов составляет порядка ~ 20 % (глубина 23.4 м – 21.6%, глубина 36.7 м – 23.0%, глубина 64.8 м – 18,2%).

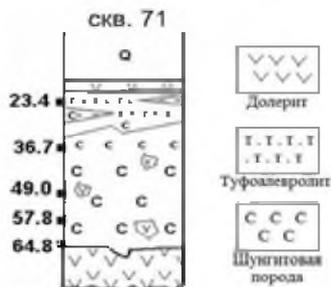


Рис. 1. Литолого-стратиграфическая колонка Нижнего Заонежья (Ковалевский и др., 2009).

Для исследования шунгитовых пород использовался метод рентгеновской дифракции. Рентгеновская дифракция — рассеяние рентгеновских лучей веществом в результате взаимодействия их с электронами, при котором из начального пучка лучей возникают вторичные отклоненные пучки той же длины волны. Рентгеновская дифракция широко используется в геологии. Она является универсальным неразрушающим методом анализа, предоставляющим информацию о структуре и фазовом составе различных материалов. Получение рентгенограмм образцов производилось с помощью порошкового рентгеновского дифрактометра ARL X'TRA. Прибор сконструирован по принципу вертикальной геометрии Брэгга – Брентано, что обеспечивает возможность горизонтального расположения проб. Для определения количественного содержания фазы в образце использовался пакет программного обеспечения Siroquant. Данная программа не требует специальных кристаллографических знаний для получения достоверных сведений о минеральной фазе образца.

Для подготовки проб шунгитовую породу перетирали с ZnO (в качестве эталона) в механической ступке в течении 30 минут, 1 часа и 2 часов при одной и той же мощности (в пропорциях 0.9 г – шунгитовая порода и 0.1 г – ZnO) (Шведайте, 2013). На графиках представлены ре-

зультаты нескольких съёмок для всех проб (рис.2).

Результаты качественного анализа образцов представлены в таблице 1. Из таблицы видно, что во всех образцах содержится достаточно большое количество кварца. В образце № 2 имеются следы такой группы минералов, как амфиболы, а в образце № 3 наибольшее количество составляет такой минерал, как альбит.

Таблица 1.
Минеральный состав образцов по данным рентгенографии.

№ образца	Глубина, м	х л о - рит	кварц	альбит	каль - цит	пирит	слюда	амфи - бол
1	23.4	++	+++	сл.	++	+	-	-
2	36.7	сл.	+++	+	-	+	-	сл.
3	64.8	++	++	+++	++	+	++	-

+++ большое кол-во, ++ среднее кол-во, + малое кол-во, Сл. - следы

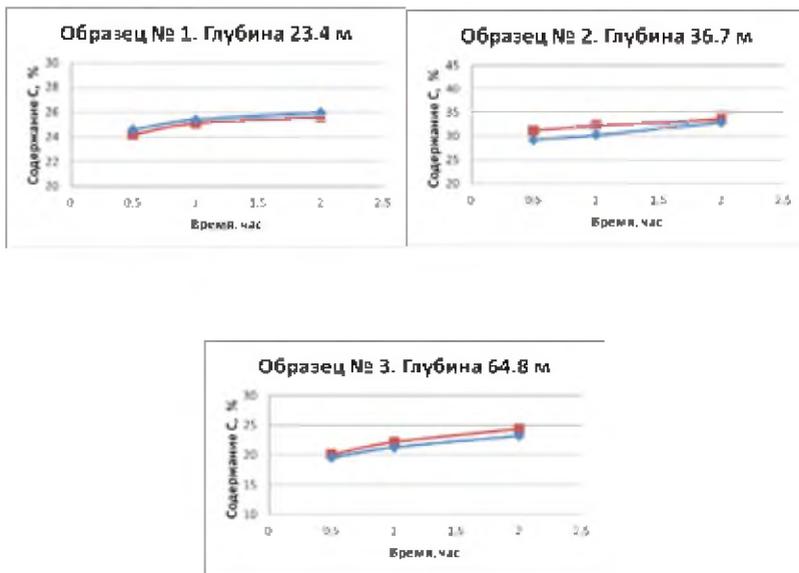


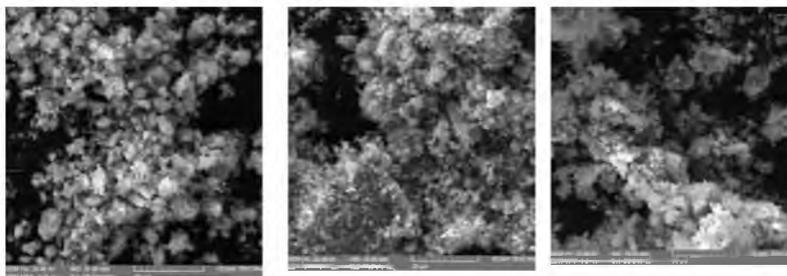
Рис.2. Процентное содержание углерода в образцах.

Как показал эксперимент, процентное содержание углерода в образцах, определенное методом рентгеновской дифракции, превышает таковые значения, полученные методом дериватографии. Из графиков,

представленных на рисунке 2 видно, что чем дольше шунгитовая порода перемешивалась с ZnO в механической ступке, тем выше значение содержания углерода, и тем больше отличие от данных, полученных методом дериватографии.

Разница в результатах, полученных двумя методами, может быть связана с разницей между самими методами. Методом дериватографии процентное содержание углерода определяется по потери веса сторевшего свободного углерода (прямой метод). При определении количества углерода методом рентгеновской дифракции, на результат влияет не только коэффициент поглощения μ , но и структура самого вещества, например пористость (Гинье, 1961).

Изменения морфологии минеральной части образцов и ZnO , который был введен в шунгитовую породу, исследовались на сканирующем электронном микроскопе VEGA 11 LSH фирмы Tescan с энергетической анализирующей приставкой INCA Energy фирмы Oxford Instruments. Анализируя снимки (рис.3), можно сказать о том, что размол частиц в трех образцах различный, хотя пробоподготовка проводилась при одинаковых условиях.



а) б) в)

Рис.3. Снимки поверхности образцов: а) № 1, глубина 23.4 м, б) № 2, глубина 36.7 м,

в) № 3, глубина 64.8 м снятые при увеличении 3000.

Строение углерода исследовалось с помощью метода комбинационного рассеяния (рамановская спектроскопия). Суть метода заключается в том, что через образец исследуемого вещества пропускают луч с определенной длиной волны, который при контакте с образцом рассеивается. Полученные лучи с помощью линзы собираются в один пучок и пропускаются через светофильтр, отделяющий слабые рамановские лучи от более интенсивных релеевских. «Чистые» рамановские лучи усиливаются и направляются на детектор, который фиксирует частоту их колебания. Рамановская спектроскопия - весьма информативный неразрушающий метод. Она играет значительную роль в изучении струк-

туры различных углеродных материалов. Съемка спектров производилась на спектрометре Nicolet Almega XR, система Almega управляется программой OMNISC. Это полностью интегрированный программный пакет для накопления данных, обработки спектров, библиотечного поиска, генерации отчетов и многого другого.

На рисунке 4 представлен фрагмент рамановского спектра для образца № 3. В таблице 2 представлены характеристики пиков для образцов № 1, 2 и 3. Пики № 1, 3 и 5 связаны с дефектами в структуре слоя углерода; пик № 2 (D-пик) характеризует наличие дефектов по границам слоя; пик № 4 (G-пик) связан с колебаниями «растяжение-сжатие» сопряженных sp²-связей внутри углеродистого слоя.

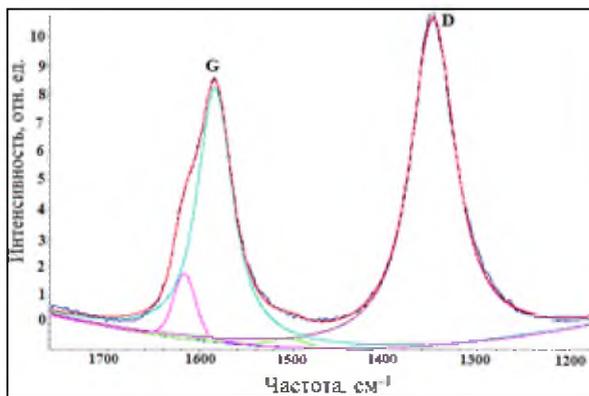


Рис.4. Фрагмент спектра для образца №3 (глубина 63.4 м.)

Из таблицы 2 видно, что для D- и G-пиков образцов № 1, 2 и 3 существует разница между значениями относительной интенсивности и значениями ПШПВ. Это может свидетельствовать о том, что дефектность в строении углерода может меняться от удаления шунгитовой породы от зон контактов.

Выводы:

1) Углеродистое вещество было исследовано методом дериватографии и рентгеновской дифракции. Показано, что существует разница в значениях, полученных этими методами, и эта разница изменяется для разных шунгитовых пород.

2) Тонкое строение углерода исследовалось с помощью метода комбинационного рассеяния. Показано, что от удаления шунгитовой породы от контактовых зон, меняется и дефектность в строении углерода. Упорядоченность коррелирует с разницей, полученной методами рентгеновской дифракции и дериватографии.

Таблица 2.

Значения положения, относительной интенсивности и полной ширины на половине высоты (ПШПВ) пиков для всех образцов.

Образец № 1	№ пика	Положе- ние пика	Относи- тельная ин- тенсивность	ПШПВ
	1	1187	0.031	16
	2	1340	1	20
	3	1523	0.036	22
	4	1571	0.844	23
	5	1605	0.299	12
Образец № 2	№ пика	Положе- ние пика	Относи- тельная ин- тенсивность	ПШПВ
	1	1198	0	17
	2	1339	0.925	9
	3	1501	0.020	23
	4	1569	1	9
	5	1603	0.201	20
Образец № 3	№ пика	Положе- ние пика	Относи- тельная ин- тенсивность	ПШПВ
	1	1194	0.007	20
	2	1342	0.969	17
	3	1509	0.031	23
	4	1572	1	16
	5	1607	0.201	21

3) Важным этапом при любом исследовании всегда является становление методики. Встает вопрос: Будет ли она для каждой породы разная или лучше будет найти оптимальную методику для всех пород? Особое внимание нужно уделять подготовке образца.

Список литературы:

1. Гинье А. Рентгенография кристаллов. Теория и практика. – Государственное издательство физико-математической литературы, – 1961. – С.604.
2. Ковалевский В.В., Галдобина Л.П., Лазарева Т.Н., Чаженгина С.Ю. Гиперфуллереновое углеродистое вещество в шунгитовых породах Онежской структуры (Карелия) // Минерагеня Докембрия. Материалы всероссийской конференции, 11-13 ноября 2009г., – Петрозаводск, – 2009. – С.106-109.
3. Шведайте Т.Ю. Исследование шунгитовых пород с разной степенью контактового метаморфизма методами рентгеновской дифракции // Материалы XXIV Молодежной научной конференции, посвященной памяти чл.-корр. АН СССР К.О. Кратца. «Актуальные проблемы геологии, геофизики и геоэкологии Северо-запада России», 7-10 октября 2013г., – Апатиты, – 2013. – С.126-129.