

И.Г. Демчук

### **Влияние способа подготовки и съемки образцов на результаты рентгенографического исследования**

Известно [2], что длительное измельчение минералов, например, группы каолинита, слюд, серпентина, хлоритов, сульфатов и др., может частично или полностью разрушить кристаллическую решетку и превратить их в рентгеноаморфные. При рентгенографическом исследовании пирротинов выяснилось (Г.А. Сидоренко, устное сообщение), что растирание приводит к переходу их из моноклинной сингонии в гексагональную. Поэтому если нет возможности провести съемку с полированной поверхности образца, то время растирания необходимо сократить до минимума. По крайней мере, сравнение составов следует проводить для образцов пирротинов, приготовленных в одинаковых условиях.

С другой стороны, наш опыт многолетних исследований карбонатов (доломит, кальцит) показал, что недостаточное измельчение порошковых проб приводит к существенному отклонению от истинных значений всей серии дифракционных максимумов в сторону меньших межплоскостных расстояний. Этот сдвиг плавно уменьшается с увеличением углов отражения, однако сохраняется и в той области, которая используется для измерения параметров кристаллической решетки.

Растирание образцов доломитов в яшмовой ступке без спирта (15—20 мин) приводило к быстрому нарушению кристаллической структуры. Один из способов подготовки образцов карбонатов для рентгенографических исследований, который использовался нами, следующий: 1) дробление в ступке (сталь, чугун) малыми порциями с последова-

тельным просеиванием через сита 0.4 мм, 0.1—0.16 мм. 2) растирание в яшмовой ступке со спиртом 10 мин. В любом случае, если предстоящие исследования предполагают измерение параметров кристаллической решетки минералов, рекомендуется отработать способ дробления и растирания на эталоне и тщательно проверить положение пиков на дифрактограмме в сравнении с эталонными данными.

Свои особенности обнаружили и при растирании образцов со спиртом. Если время растирания кончилось, а в ступке еще остается спирт, рекомендуется продолжить перемешивание до образования густой кашеобразной массы, иначе более тяжелые фракции будут оседать, и нарушится однородность распределения минералов по объему образца. Это приведет к плохой воспроизводимости результатов при съемке.

Многие исследователи отказались от использования кюветы для съемки и предпочитают приготовление образцов в виде слоя порошка, нанесенного на стекло. Кроме того, иногда мы не располагаем достаточным количеством вещества, и тогда тонких слоев на стекле не избежать. В таких случаях надо соблюдать осторожность, если мы не хотим ограничиться только расшифровкой фазового состава, а претендуем, например, на оценку степени кристалличности доломита по разрешению дуплета в области углов  $2\theta = 51^\circ$  [1]. Рассчитываемый при этом коэффициент для стехиометрического доломита остается стабильным при съемке в кюветках глубиной 1.2 мм, 1.7 мм и со стекла при толщине слоя порошка 0.35 мм. Однако величина этого коэффициента уменьшается почти в два раза для очень тонких и толстых слоев порошка на стекле — 0.1 мм и 0.9 мм соответственно, что может привести к ошибочному выводу об искажениях кристаллической решетки, связанных с изоморфными примесями в низкотемпературных доломитах. Геометрия расщепленных пиков (квинтуплет) используется также при расчете индекса кристалличности кварца, который меняется с переходом от опала к кварцу, хорошо окристаллизованному.

При расшифровке данных рентгенофазового анализа важно обращать внимание на то, не является ли идентифицированный минерал членом изоморфного ряда, в котором замещающие друг друга ионы имеют равные или близкие по величине ионные радиусы. В таком случае знание элементного состава необходимо. Примером может служить исследованный нами минерал ряда штольцит-чиллагит-вульфенит  $PbWO_4 - Pb(MoW)O_4 - PbMoO_4$  [3]. И положение, и интенсивность пиков на дифрактограмме не оставляли сомнений в том, что этот минерал — штольцит. Однако результаты исследований на микроанализаторе показали, что состав его охватывает часть изоморфного ряда: чиллагит-вульфенит.

### Список литературы

1. Демчук И.Г. Рентгенографические исследования изоморфизма в доломитах // Изв. АН СССР. Сер. геол. 1992. № 10. С. 153—158.
2. Иванова В.П., Касатов Б.К., Красавина Т.Н., Розина Е.Л. Термический анализ минералов и горных пород. Л.: Недра, 1974.
3. Таланцев А.С., Демчук И.Г., Воронина Л.К., Задорин Г.В. Минералы изоморфного ряда вульфенит-чиллагит-штольцит в коре выветривания минерализованной шовной зоны Кочкарского гнейсо-гранитного комплекса (Южный Урал) // Новые данные по минералогии Урала. Свердловск, 1989. С. 24—28.