

ОТРАБОТКА МЕТОДИКИ ПОЛУЧЕНИЯ ОРИЕНТИРОВАННЫХ ОБРАЗЦОВ ГЛИН ДЛЯ РЕНТГЕНО-СТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА

© 2015 г. А. Д. Рянская, Т. Я. Гуляева, М. В. Стрелецкая

Глинистые породы достаточно непросты для изучения, поскольку представлены тонкодисперсными, плохо окристаллизованными образованиями со сложным минеральным составом. Методы рентгенографического анализа являются основными и наиболее точными при изучении этих минералов. Однако из-за особенностей своей структуры они дают размытые и малоинтенсивные дифракционные картины, что затрудняет диагностику. Одной из основных особенностей глинистых минералов является то, что они часто пластинчатые и легко приобретают преимущественную ориентацию. При исследовании ориентированных препаратов регистрируется серия интенсивных базальных отражений 001. Базальные межплоскостные расстояния d_{001} изменяются при различных обработках (насыщении органическими жидкостями, прокаливании), что позволяет установить принадлежность присутствующих глинистых фаз к определенным группам семейства глинистых минералов. Поэтому основной объем информации при рентгенофазовом исследовании получается от ориентированных препаратов, представляющих собой пленку частиц, ориентированных базальными сетками параллельно плоскости подложки [2].

Классическая процедура подготовки ориентированных препаратов [1] не удовлетворяет современным требованиям к количественному рентгенофазовому анализу, поэтому в данной работе нами был отработан современный подход к подготовке глинистой фракции для исследований в многокомпонентных образцах [3].

Объекты анализа – три искусственные смеси, близкие по минеральному составу породам-коллекторам нефти. Состав глинистой фракции представлен в табл. 1.

Поступающая на анализ исходная проба должна обеспечивать выделение не менее 0.1 г глинистой фракции для исследования. При этом обычно исследуют фракцию с размером частиц ме-

нее 0.01 мм. Навеску измельченной пробы массой 1–2 г переносят в полипропиленовую пробирку для центрифугирования с винтовой крышкой объемом 50 см³ и проводят следующие операции.

1. Обработка 10%-м раствором соляной кислоты (10%-я HCl). Применяется для удаления карбонатов.

В пробирку с навеской исследуемого образца добавляется 10%-й раствор HCl до отметки 10 см³. Полученный раствор выдерживается до прекращения выделения углекислого газа, но не менее 3–4 ч. Затем образец центрифугируют в течение 1.5 мин со скоростью 2000 об/мин. Отцентрифугированный раствор аккуратно сливают без потерь вещества. Затем образец отмывают от остатков кислоты: в пробирку добавляют дистиллированную воду до метки 30 см³, встряхивают и снова центрифугируют. Качество отмывки образца контролируют по значению pH индикаторной бумагой. После этого воду сливают и переходят к обработке образца перекисью водорода.

2. Обработка 3%-м раствором перекиси водорода (H₂O₂). Используют для удаления органического вещества. В качестве побочной реакции может происходить окисление железа.

После отмывки от соляной кислоты в пробирку с исследуемым образцом добавляют 3%-й раствор H₂O₂ до метки 30 см³ и оставляют на ночь (~16 ч). Реакция сопровождается выделением CO₂ и в некоторых случаях H₂S (если в исследуемом образце содержится пирит), появляется характерный запах. После прекращения реакции отстоявшийся над осадком раствор аккуратно сливают без потерь осадка и добавляют новую порцию раствора перекиси водорода. Если при добавлении свежей порции раствора реакция идет слабо или не идет совсем, то обработку перекисью больше не повторяют. Раствор аккуратно сливают, избегая взмучивания, добавляют дистиллированную воду до метки 30 см³, центрифугируют в течение 1 мин со скоростью 1400 об/мин. Затем раствор над осадком аккуратно сливают, избегая взмучивания, добавляют свежую порцию дистиллированной воды и повторяют процедуру отмывки 2–3 раза.

3. Выделение глинистой фракции.

После отмывки от перекиси водорода в пробирку добавляют свежую порцию воды до метки 30 см³, интенсивно встряхивают и центрифугируют 1 мин со скоростью 1400 об/мин. Выделение глинистой фракции прошло успешно, если полу-

Таблица 1. Содержание глинистой фракции в образцах (мас. %)

Минерал	Смесь №1	Смесь №2	Смесь №3
Каолинит	5	35	15
Клинохлор	5	3	7
Иллит	10	27	15

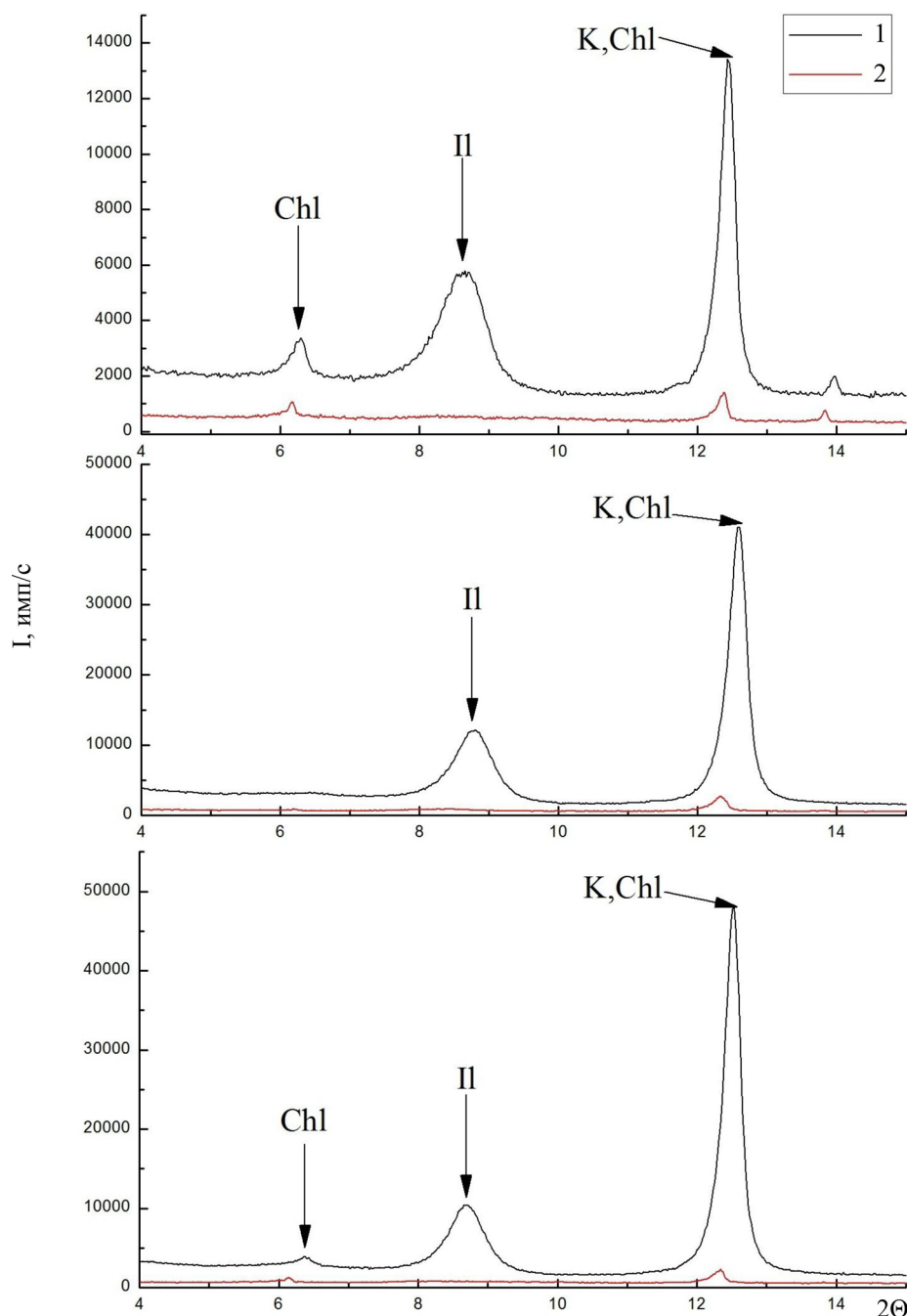


Рис. 1. Дифрактограммы искусственных смесей № 1–3.

1 – дифрактограмма полученного ориентированного образца, 2 – исходного образца. К – каолинит, II – иллит, Chl – хлорит.

ченная взвесь устойчива по истечении не менее 30 мин. Если этого не происходит, в пробирку добавляют 10–20 мг диспергатора – полифосфата натрия – и центрифугируют при тех же параметрах. В качестве альтернативы встряхиванию может быть применен ультразвуковой диспергатор.

4. Получение ориентированного препарата на стекле.

Глинистую фракцию из пробирки переносят в стакан, на дно которого предварительно укладыва-

ют 2 кварцевых стекла диаметром 2 см. Процедуру считают завершенной, когда раствор над осадком глин становится прозрачным. Лишнюю жидкость убирают из стакана автоматическим дозатором, стакан переносят на нагревательную плитку. Образцы сушат в стакане при температуре 45–50°C.

В процессе отработки методики проводилось исследование полученных ориентированных препаратов на рентгеновском дифрактометре SHIMADZU XRD-7000 с фильтрованным медным излучением в

диапазоне брэгговских углов от 4 до 15° 2 θ , скорость съемки 1°/мин, до получения оптимальных интенсивностей базальных рефлексов глинистых минералов.

На рис. 1 приведены дифрактограммы ориентированных препаратов искусственных смесей № 1–3 и исходных проб. Видно, что интенсивности базальных отражений глинистых минералов полученных ориентированных образцов значительно выше, чем у исходных.

Таким образом, полученные дифрактограммы наглядно демонстрируют высокое качество обрабо-

танной процедуры пробоподготовки ориентированных глинистых образцов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Браун Г. Рентгеновские методы изучения и структура глинистых минералов. М.: Мир, 1965, 600 с.
2. Франк-Каменецкий В.А. Рентгенография основных типов породообразующих минералов. Л.: Недра, 1986. 360 с.
3. Poppe L.J., Paskevich V.F., Hathaway J.C. A laboratory manual for X-ray powder diffraction. Woods Hole, 2000. 32 p.