

Применение системы автоматического минералогического анализа TESCOAN TIMA для задач почвоведческой экспертизы

Одной из задач почвоведческой экспертизы является установление компонентного состава образцов почв. Под компонентным составом понимается минералогический состав, а также информация о техногенных загрязнениях, о частицах растительного и животного происхождения и т.д. Для определения компонентного состава можно применять сканирующий электронный микроскоп (СЭМ), основное преимущество которого в данном случае заключается в том, что СЭМ позволяет получать *одновременно* и изображение микроструктуры, и локальный¹ состав каждого компонента.

Наиболее удобным образцом для такого рода экспертиз является полированная эпоксидная шайба с запрессованными в нее частицами почвы (рис. 2а). В одной шайбе могут содержаться десятки и сотни тысяч частиц, каждая из которых, как правило, состоит из нескольких компонентов (рис. 2б). Для полноценного анализа требуется идентифицировать все компоненты во всех частицах и сохранить информацию об их морфологии. Очевидно, это очень трудоемкая задача, если решать ее «вручную», и результат будет чреват ошибками, вызванными субъективным фактором. Для автоматизации подобного рода исследований компания TESCAN Orsay Holding разработала систему **TESCAN TIMA**.



Рис. 1: В данной работе использовался сканирующий электронный микроскоп TESCAN TIMA 3 LMH

В данной работе изучались 2 образца почв, которые были собраны в Норильске рядом с Никелевым заводом (НЗ) и с Малой обогатительной фабрикой (МОФ). Были подготовлены аншлифы диаметром 25 мм, которые исследовались на сканирующем электронном микроскопе TESCAN TIMA 3 LMH с вольфрамовым катодом (рис. 1).

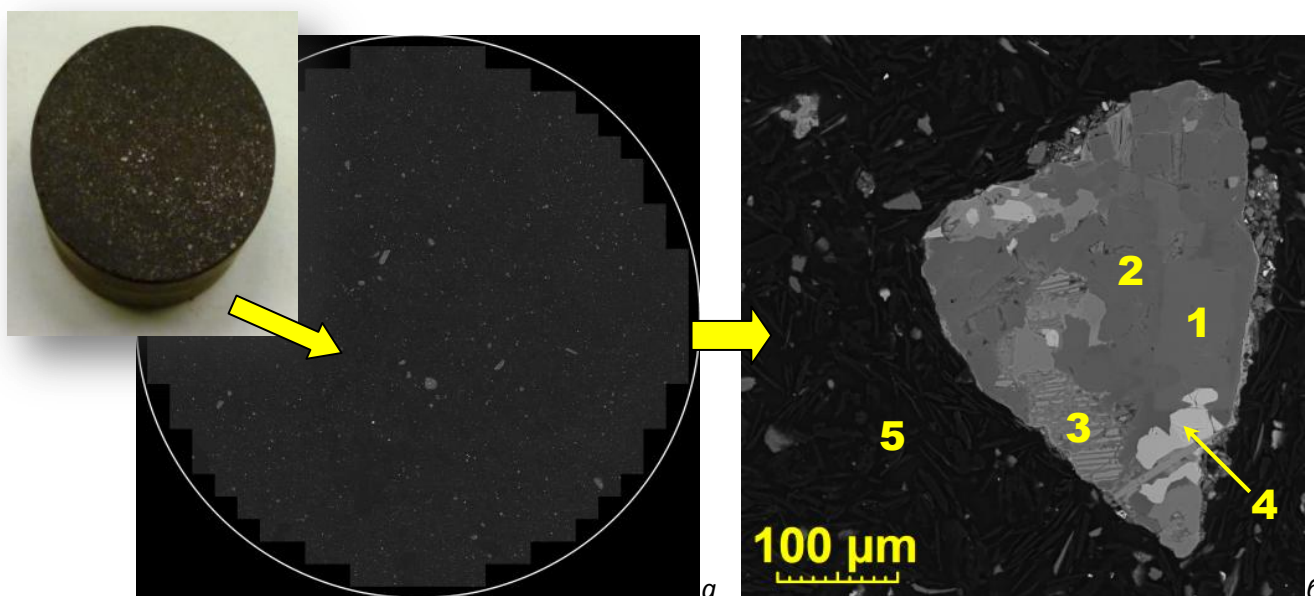


Рис. 2 – а) панорамное электронное изображение аншлифа диаметром 25 мм, полученное шивкой 440 шт. полей размером $1 \times 1 \text{ мм}^2$ каждое; б) типичная частица почвы, образованная зернами анортита (1), кварца (2), хлорита (3), магнетита (4) и проч. (5 — эпоксидный наполнитель)

¹ В силу физических особенностей метода локальность спектрального микроанализа составляет от $\sim 0,5 \text{ мкм}$ до $\sim 4 \text{ мкм}$ в зависимости от плотности анализируемого компонента и от выбранных настроек СЭМ, что на несколько порядков хуже, чем пространственное разрешение СЭМ

В автоматическом режиме сканировалась вся площадь поверхности аншлифов. С каждого пикселя каждого компонента каждой частицы собирались спектры с помощью 4-х энергодисперсионных спектрометров (ЭДС). Именно на основе анализа спектров выполнялись идентификация и оконтуривание компонентов (рис. 3).

Образец почвы, собранной рядом с НЗ.

Время на сбор и анализ данных 40 минут*

Тип	Компонент	% масс.
минеральн.	плагиоклазы, в том ч.	20,72
	анортит	17,49
	альбит	3,23
	пироксены, в том ч.:	9,91
	энстатит	0,49
	кварц	9,49
	оксиды и гидроокс. Fe	7,17
	хлорит	6,91
	ортоклаз	5,92
	каолинит	3,54
	мусковит	2,54
	оливины, в том ч.:	2,04
	фаялит	0,46
	ильменит	1,07
	пирротин	0,97
	халькопирит	0,37
	гипс	0,29
титаномагнетит	0,23	
техногенн.	окисульфиды Cu-Ni	14,09
	халькозин-борн.тв. р-р	9,49
	шлаки	4,66
	оксид Ni	0,28
	металл на основе Ni	0,31

* — параметры сканирования: размер пикселя 5 мкм, ускоряющее напряжение 25 кВ, ток зонда 16 нА, 4 ЭДС-спектрометра с активной площадью п/п кристалла каждого 30 мм²

Известно, что в полупродуктах с Никелевого завода не должно быть металлической меди. Действительно, металл на основе Cu найден в почве рядом с МОФ, но такой составляющей нет в почве рядом с НЗ (см. таблицу ниже, в данной работе анализировались только минералы и техногенные загрязнения, а частицы растительного и животного происхождения не рассматривались).

Образец почвы, собранной рядом с МОФ.

Время на сбор и анализ данных 68 минут*

Тип	Компонент	% масс.
минеральн.	плагиоклазы, в том ч.	13,53
	анортит	6,49
	альбит	2,90
	пироксены, в том ч.:	13,32
	энстатит	8,61
	кварц	13,19
	хлорит	3,42
	оксиды и гидроокс. Fe	3,18
	ортоклаз	2,34
	оливины, в том ч.:	1,85
	фаялит	0,27
	каолинит	1,37
	мусковит	0,99
	пирротин	0,46
	кальцит	0,34
	гипс	0,25
	силикаты Ti, в том ч.:	0,19
титанит	0,11	
ильменит	0,14	
силикаты Al	0,12	
халькопирит	0,09	
титаномагнетит	0,02	
техногенн.	шлаки	25,37
	окисульфиды Cu-Ni	13,51
	халькозин-борн.тв. р-р	0,14
	оксид Ni	0,67
	металл на основе Ni	0,17
	металл на основе Cu	5,33

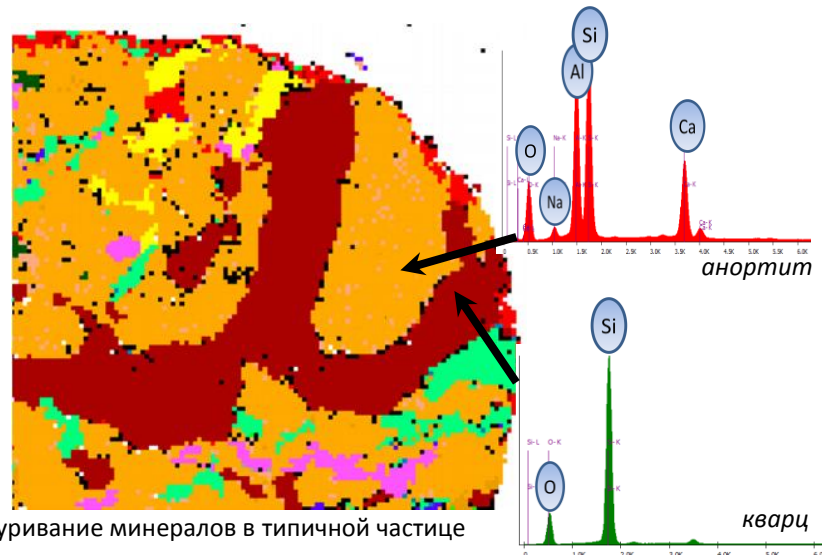
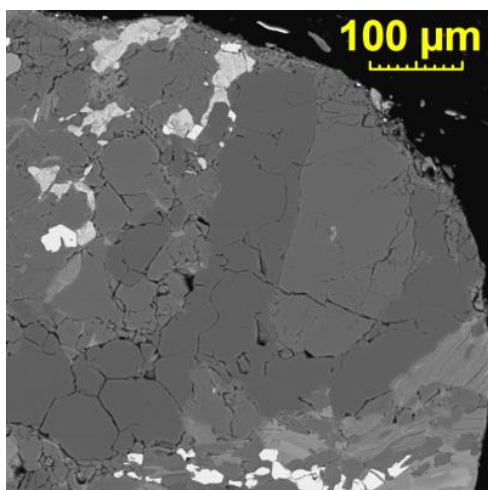


Рис. 3 – Автоматическая идентификация и оконтуривание минералов в типичной частице почвы на основе анализа ЭДС-спектров. Цветокодирование:

■ — анортит, ■ — кварц, ■ — магнетит, ■ — энстатит, ■ — ильменит, ■ — титаномагнетит