

МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО НЕДРОПОЛЬЗОВАНИЮ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ “ВСЕРОССИЙСКИЙ
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ГЕОЛОГИЧЕСКИЙ
ИНСТИТУТ ИМ. А. П. КАРПИНСКОГО” (ФГБУ «ВСЕГЕИ»)

**МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ
ПО ОПРОБОВАНИЮ ПРИ ПРОВЕДЕНИИ СРЕДНЕ- И МЕЛКОМАСШТАБНЫХ
ПОЛЕВЫХ РАБОТ**



САНКТ-ПЕТЕРБУРГ

2019 г.

УДК

С о с т а в и т е л и

Петрова М.Н., Червяков Р.В., Толмачева Т.Ю., Лохов Д.С., Назаров Д.В., Алексеев М.А., Грундан
Е.Л., Алексеев А.С

Р е д а к ц и о н н а я к о л л е г и я

Шишкин М.А., Толмачева Т.Ю., Олейникова Г.А., Петров С.Ю., Баландина Н.П., Коннов А.Г.

Методическое руководство разработано и составлено во Всероссийском
научно-исследовательском геологическом институте им. А. П. Карпинского (ВСЕГЕИ)

Одобрено и рекомендовано к утверждению НРС Роснедра
(протокол №25 от 03.06.2020)

Утверждено Управлением геологических основ, науки и информатики
Федерального агентства по недропользованию

**Методические рекомендации по опробованию при проведении средне- и
мелкомасштабных полевых работ** – СПб.: Картографическая фабрика ВСЕГЕИ
ISBN

Настоящие «Методические рекомендации...» регламентируют проведение и документацию основных видов опробования и содержат методики отбора проб на различные виды анализов при проведении геолого-съёмочных и поисковых маршрутов, описании разрезов, в горных выработках, по керну буровых скважин и др. видах полевых работ при производстве средне- и мелкомасштабных полевых работ.

ISBN

© Федеральное агентство по
недропользованию,
© Федеральное государственное унитарное
предприятие «Всероссийский научно-ис-
следовательский геологический институт
им. А. П. Карпинского»,
© Коллектив авторов и редакторов,
© Картфабрика ВСЕГЕИ,

Оглавление

1. Виды опробования и методики пробоотбора на различные виды анализов при проведении ГДП-200 (ГК-1000/3).....	3
1.1. Опробование в геолого-съемочных и поисковых маршрутах	3
1.1.1. Основные виды опробования в маршрутах.....	4
1.1.2. Привязка всех точек пробоотбора.....	6
1.1.3. Правила документации и нумерации маршрутных проб.....	7
1.2. Шлиховое опробование	8
1.3. Опробование горных выработок	10
1.4. Опробование керна скважин	13
2. Особенности пробоотбора для специализированных исследований	19
2.1. Особенности пробоотбора для изотопно-геохимических и изотопно-геохронологических исследований.....	19
2.2. Методика отбора проб для датирования радиоуглеродным методом	21
2.3. Методика отбора проб для датирования пород методом ОСЛ.....	23
2.4. Отбор проб для гранулометрического и минералогического анализа рыхлых отложений	28
2.5. Особенности пробоотбора на различные группы фауны и флоры, споропыльцевой анализ, микрофауну, акритархи	28
2.5.1. Микропалеонтологический (микрофаунистический и палинологический) анализ.....	29
2.6. Макрофаунистический анализ	39
2.7. Палеофлористический анализ.....	41
3. Методики первичной пробоподготовки, используемые при проведении ГК-200 и ГК-1000	43
4. Обзор основных видов аналитических исследований, применяемых для решения задач ГДП-200 (ГК-1000/3).....	51
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	57

1. Виды опробования и методики пробоотбора на различные виды анализов при проведении ГДП-200 (ГК-1000/З)

Основными задачами полевых исследований в соответствии с действующими методическими рекомендациями [«Методические рекомендации...» ВСЕГЕИ, 2015.] являются:

- сбор нового фактического материала по геологии, полезным ископаемым и эколого-геологическим условиям для заверки и уточнения предварительных карт и схем геологического содержания;
- картирование структурно-вещественных комплексов;
- выявление закономерностей размещения полезных ископаемых и прогнозная оценка площади работ.

Решение поставленных задач напрямую зависит от выбора лабораторно-аналитических методик исследования вещества. В свою очередь качество полученных аналитических данных зависит от способа отбора проб и правильного выбора материала для опробования. Таким образом, необходимо выполнение следующих требований:

- опробование должно быть представительным, т.е. обеспечивать с требуемой надежностью характеристику состава и структуры горной породы, содержания и качества полезного ископаемого;
- изучаемое геологическое тело должно быть охарактеризовано опробованием на всю мощность и на всю длину с учетом его неоднородности;
- опробование должно выполняться с возможно меньшими затратами труда, средств и времени [Полевая геология, 1989].

Породы выделенных при геологической съемке картируемых объектов подлежат опробованию с целью последующего определения различных качественных и количественных характеристик этих пород и слагающих их минералов. Система опробования геологических тел в целом и их комплексов (толщ, вулканических построек и т. п.) определяется геологическими особенностями объекта на стадии проектирования работ и при составлении технического (геологического) задания.

1.1. Опробование в геолого-съемочных и поисковых маршрутах

Опробование в геолого-съемочных и поисковых маршрутах, как правило, входит в состав работ, поэтому затраты времени на него отдельно не рассчитываются. Исключением является геохимическое, шлиховое и бороздовое опробование, которые могут также выполняться в маршрутах, однако затраты труда на них считаются отдельно, как на самостоятельные виды работ.

1.1.1. Основные виды опробования в маршрутах.

Наиболее распространёнными видами опробования в маршрутах являются отбор типичных образцов горных пород и руд, образцов для изготовления шлифов, аншлифов, сколковых проб для геохимической характеристики пород или оценки видимой, или предполагаемой рудной минерализации, штучных и бороздовых проб из зон рудной минерализации, протолок для изучения минерального состава пород и руд.

Также в маршрутах могут отбираться шлиховые пробы, различные виды палеонтологических проб, пробы для определения геохронологического возраста пород и др., особенности отбора которых описаны отдельно в разделе 1.2. и главе 2.

Опробование производится как непосредственно в точках наблюдения (обнажениях), так и по ходу маршрута в интервалах между точками наблюдения. Необходимость пробоотбора в конкретной точке или интервале определяется геологом, ведущим маршрут в зависимости от цели маршрута и встреченных пород.

Образец - обломок горной породы размером обычно в пределах 9х12х(2-3) см. Обязательное требование к образцу - наличие свежих поверхностей. Однако если структурные и текстурные особенности породы лучше проявлены на её выветрелой поверхности (а иногда только на ней), то необходимо сохранение этой поверхности. При необходимости, на усмотрение геолога, может быть отобран образец и более крупного размера. Как правило, в качестве образцов берутся типичные разновидности пород (руд), развитых в районе для создания типовой коллекции, а также обязательно породы (руды) петрографический и минеральный состав, которых геолог не может самостоятельно определить в маршруте для последующего изучения.

Шлифы, аншлифы. При необходимости дальнейшего микроскопического изучения горной породы отбирается дополнительный образец ориентировочно размером 2х3х4 см для изготовления шлифа, а при наличии рудной минерализации - аншлифа. Как правило, он должен быть идентичен образцу, то есть отколот непосредственно от образца или с того же места. На нем при неоднородном строении необходимо отметить при помощи маркера линию, по которой необходимо сделать срез породы (например, в крест слоистости или сланцеватости). Аншлиф (если он необходим) изготавливается из одного и того же среза одновременно со шлифом, чтобы обеспечить сопоставимость изучения породы в проходящем и отраженном свете.

Для крупнообломочных пород может потребоваться несколько шлифов для изучения состава различных обломков и цементирующей массы. Также серия образцов для изготовления шлифов может быть отобрана для изучения изменчивости пород (например,

в крест зоны эндо-, экзоконтакта, зоны метасоматических изменений и т.п.). Особенности отбора палеонтологических шлифов описаны в главе 2.

Сколковые пробы отбираются для изучения химического состава, геохимических особенностей породы или оценки видимой, или предполагаемой рудной минерализации. Породы, из которых отбираются пробы, для изучения геохимической специализации должны быть свежими, не иметь признаков выветривания и гидротермального изменения, не содержать включений и прожилков. Это требование не распространяется на сколковые пробы, отбираемые из зон метасоматических изменений и пород с видимой рудной минерализацией, которые опробуются сколковыми пробами для изучения изменений или содержания полезных ископаемых. Сколковые пробы могут быть точеными или пунктирными

Точечная сколковая проба состоит из одного или нескольких сколков породы размером до 2х2х2 см и весом до 300 г, которая отбирается для характеристики конкретной разновидности горной породы из которой уже отобраны образец и шлиф. Этим достигается сопоставимость исследований конкретной породы различными методами. Например, макроскопического или микроскопического петрографического описания и химического состава, состава микроэлементов-примесей и т.п. При отсутствии сомнений в определении петрографического состава исходной породы сопровождение отобранной сколковой пробы образцом или шлифом необязательно.

Пунктирная сколковая проба отбирается для геохимической характеристики типичных разновидностей пород или оценки содержания полезных компонентов минерализованных зон и состоит из нескольких сколков (5-10) размером до 2х2х2 см, но отобранных пунктиром из внешне петрографически однородного слоя (пачки), однородной зоны метасоматических изменений, зоны рассеянной рудной минерализации. Длина пробы как правило от 1 до 5 м (при высокой однородности опробуемых пород длина интервала отбора пробы может достигать 10 м. При этом, например, в случае если длина литологического интервала составляет 18 м, то рекомендуется отбирать 2 сколковые пробы из интервала опробования длиной 9 м). Общий вес до 300 г.

И в том и другом случае рекомендуемый вес пробы учитывает возможность наиболее быстрого экономически наиболее дешевого способа дробления за один прием с дальнейшим истиранием (см. главу 3).

Лабораторные методы дальнейшего изучения сколковых проб могут быть различными в зависимости от задач: полуколичественный спектральный анализ (ПКСА), силикатный анализ, количественные определения элементов на масс-спектрометре (ISP), атомно-абсорбционный анализ (AAS) и др.

Штуфные пробы отбираются для предварительного определения параметров, встреченного в маршруте видимого или предполагаемого оруденения, как в коренных выходах, так и элювиальных и делювиальных развалах. Проба отбирается из оруденелых разновидностей пород путем отбора серии сколков с площади, как правило не более 1 кв. м. Материал пробы, как правило, дробится при помощи молотка до размерности обломков не более 70 мм (по рекомендации ЦЛ). Общий вес штуфной пробы от 0,5 до 2 кг. Отбор сколков производится таким образом, чтобы состав штуфной пробы характеризовал средний состав оруденения. При этом параллельно могут быть отобраны отдельные штуфные пробы из наиболее минерализованных частей для изучения вариаций состава. Каждая штуфная проба обязательно сопровождается образцом, шлифом, аншлифом.

Бороздовые пробы отбираются в маршрутах из коренных зон видимой рудной минерализации. Особенности отбора бороздовых проб в маршрутах аналогичны таковым при опробовании горных выработок (см. ниже, разд. 1.3)

Протолочные пробы отбираются с целью минералогического анализа акцессорных минералов, в частности тяжелой фракции (рудных). В пробу отбирается порода общей массой 7-8 кг. Материал пробы, как правило, дробится при помощи молотка до размерности обломков не более 70 мм (по рекомендации ЦЛ). При проведении экспресс-анализа для поисково-разведочных целей, проба дробится в полевых условиях в ступе до размера зёрен 1 мм и промывается до получения искусственного шлиха. Либо проба отправляется в лабораторию для более тщательного минералогического анализа. Изучение протолочек используется при поисках коренных источников полезных минералов и для увязки с результатами шлихового опробования рыхлых отложений.

1.1.2. Привязка всех точек пробоотбора

Привязка всех точек пробоотбора обязательно осуществляется с помощью GPS-навигатора в прямоугольных или географических координатах. Различные виды проб, отобранные в одной точке, должны иметь одни и те же координаты, что означает, что привязывается не разновидность пробы, а точка пробоотбора. Это связано с погрешностью используемых в геологической практике бытовых GPS.

Номера проб, краткое определение пород и координаты точки пробоотбора пишутся на правой странице полевого дневника. Затем в ходе камеральной обработки номера проб, образцов и их координаты вносятся в журнал опробования. Форма ведения журнала опробования приведена в приложении к методическим рекомендациям по составлению и подготовке к изданию листов Государственной геологической карты Российской Федерации масштаба 1 : 200 000 (второго издания) [Методические рекомендации..., 2015].

При документации с использованием планшета в приложении Sherpa-Android, координаты автоматически вносятся в базу данных. Журнал опробования и карта опробования формируются автоматически при выгрузке информации из планшета. На точке пробоотбора геологу необходимо поставить галочки в соответствующих окошках, указать название породы и общегеологическую привязку места взятия пробы.

1.1.3. Правила документации и нумерации маршрутных проб.

Для удобства дальнейшей обработки результатов рекомендуется использовать следующую систему нумерации проб (она же реализована в приложении Sherpa-Android).

Всем пробам отобранным, как отобранным в точке наблюдения, так на интервалах маршрута до следующей точки дается номер точки наблюдения, рядом с которым через дробь пишется номер пробы. Первая проба, даже отобранная прямо в точке наблюдения всегда имеет номер 1 (например, 3016/1). Все разновидности проб отобранных в одной точке имеют через дробь один и тот же номер, а вид пробы пишется через буквенное расширение перед номером пробы (например, обр 3016/2, шл 3016/2, ск 3016/2 и т.п.).

Рекомендуется использовать следующие стандартные сокращения видов проб:

ОБР - образец, **ШЛ** – шлиф, **АНШЛ** –аншлиф, **СК** – сколковая проба, **СА** – сколковая проба, которая идет на силикатный анализ и изучение петрогеохимических особенностей пород, **ШТ** – штуф, **БП** – бороздовая проба, **МА** – протолочка на минералогический анализ, **АБС** – проба на геохронологическое датирование и другие, который будут перечислены при характеристике специализированных видов опробования.

При документации проб в настоящее время рекомендуется способ маркировки пробы черным маркером непосредственно на образце и затем номер дублируется на бумаге в который он заворачивается, кроме того образец рекомендуется сопровождать этикеткой, которая заворачивается вместе с образцом. Однако если пробы сколковые (кусковые), то номер пишется на мешочке, а в него обязательно вкладывается этикетка с номером и описанием характеристик пробы (Рис. 1). При необходимости, если проба влажная, этикетка может помещаться в гриппер. Заготовки для этикеток рекомендуется напечатать заранее до выезда в поле.

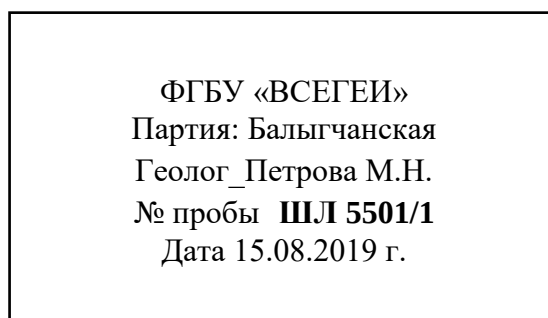


Рис. 1. Пример этикетки к пробам.

1.2. Шлиховое опробование

Шлиховое опробование является неотъемлемой частью геологической съёмки и поисковых работ. Шлих – концентрат тяжёлых минералов, остающихся после промывки в воде рыхлых природных отложений или раздробленных горных пород [Л. П. Бакулина, 2014]. Сеть опробования определяется на стадии проектирования работ в зависимости от поставленных задач. Стандартный объём пробы – 20 л (два лотка), однако иногда он может быть больше или меньше стандартного в зависимости от минимальных содержаний и степени неравномерности распределения искомых минералов в опробуемых рыхлых отложениях. Отклонение от стандартного объема должно быть обосновано.

Применение шлихового метода тесно связано с изучением геолого-геоморфологического строения территории. В молодых или омоложенных долинах опробованию подвергаются в основном современные русловые отложения – галечники, гравий, разнозернистые пески с галькой и примесью глины.

Пробы отбирают либо с поверхности, либо из неглубоких копуш в тех местах, где можно ожидать наибольшего обогащения аллювия тяжёлыми минералами: непосредственно ниже резкого перегиба продольного профиля русла, на крутых поворотах, косах, отмелях, перекатах.

Отбор проб в пределах зрелых долин производится из террасовых, пойменных и русловых отложений с помощью проходки шурфов и буровых скважин, располагающихся по линиям, пересекающим долину. Интервалы между линиями составляют 0,5-1,0 км, а между выработками – 20-40 м. Во всех случаях следует вскрыть горными выработками бровки, площадки и тыловые швы террас [Л. П. Бакулина, 2014].

Аллювиальные отложения опробуются погоризонтально на всю мощность; особенно важно опробовать приплотиковые слои и верхнюю часть плотика. Это необходимо потому, что в неровностях и трещинах поверхностного слоя пород плотика наблюдаются, как правило, повышенные концентрации тяжёлых полезных минералов. Кроме того, в сложных россыпях встречаются ложные плотики, служащие торфами для продуктивного нижележащего слоя, которые необходимо проходить горными выработками.

Опробование склоновых отложений проводится главным образом после того, как изучение шлихов из аллювия позволит наметить участки, перспективные для поисков делювиальных россыпей или коренных месторождений. Тогда на участке, где аллювий обогащён тяжёлыми минералами, по обе стороны долины закладываются поисковые линии для установления местоположения возможной делювиальной россыпи или рудного тела. Дальнейшие поиски ведутся способом заложения линий выработок, направленных по

склону так, чтобы оконтурить площадь выноса тяжёлых минералов (делювиальную россыпь) и по шлейфу рассеяния обнаружить коренной источник.

При площадном опробовании с целью поисков коренных источников полезных минералов из коренных пород, благоприятных для оруденения, берутся протолочные пробы.

Шлиховые пробы при проведении крупно- и среднемасштабного геологического картирования чаще всего промываются в деревянных или пластиковых лотках. Деревянные лотки предпочтительнее, так как лучше держит шлих за счет естественной микроребристости древесины.

В полевом дневнике документируется номер пробы, геоморфологическая и географическая привязка на местности и глубина взятия пробы. Описываются геологические и геоморфологические условия залегания породы, взятой в пробу, ее гранулометрический и петрографический состав.

Точка пробоотбра обязательно привязывается в географических или прямоугольных координатах с помощью GPS.

Всем шлиховым пробам, как отобранным в точке наблюдения, так на интервалах маршрута до следующей точки дается номер точки наблюдения, рядом с которым через дробь пишется номер пробы. Первая проба, даже если она единственная в точке наблюдения всегда имеет номер 1 (например, 8055/1).

Для идентификации шлиховой пробы используется аббревиатура ШХ, например, ШХ 5019/1.

В случае документации на планшете в приложении Sherpa-Android, привязка и присвоение номера, осуществляются автоматически.

Промывка проб состоит из трёх последовательных операций:

- отмучивание глинистой фракции и выброс галек;
- отмывка наиболее лёгких минералов;
- доводка шлиха.

После доводки шлиха полученный материал изучается при помощи лупы, в полевой дневник записывается цвет шлиха и составляется полевое определение шлиховых минералов. Затем шлих сливается в приготовленные заранее пакеты из крафт-бумаги (Рис. 2), которые в последствии необходимо просушить.

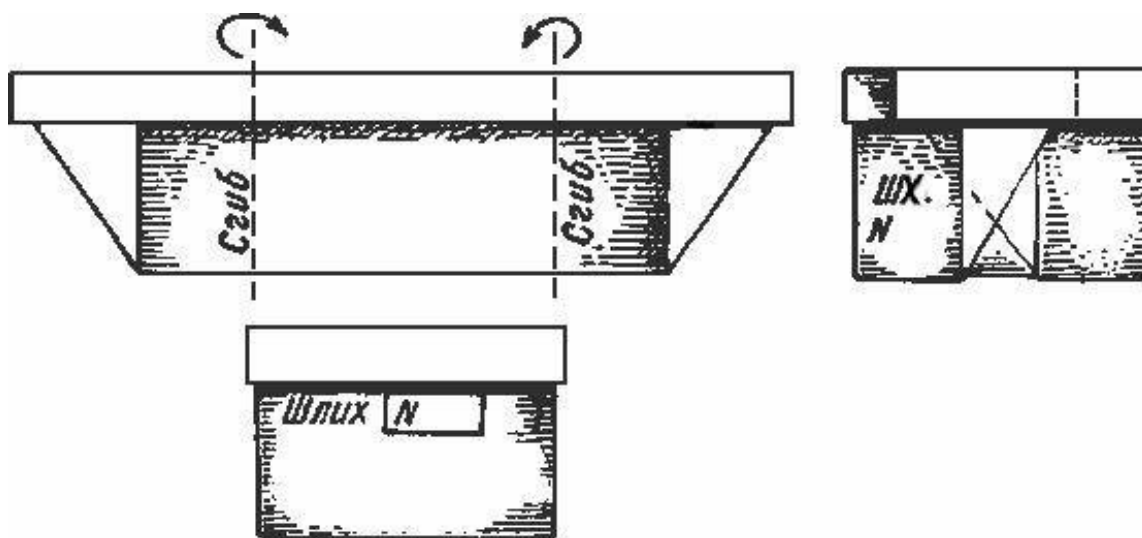


Рис. 2. Конверт для шлиховой пробы.

Все наблюдения вносятся в журнал шлихового опробования, типовая форма которого приведена в «Методических рекомендациях по ведению цифровой документации, 2015» и в базу данных.

В случае документации на планшете в приложении Sherpa-Android журнал шлихового опробования формируется автоматически.

1.3. Опробование горных выработок

После проходки и документации горной выработки проводится отбор различных видов проб для установления содержаний полезных компонентов в рудных телах, а также уточнения минералогических и технологических свойств руд. Основными видами проб, которые отбираются в горных выработках, являются:

- типичные образцы горных пород и руд;
- образцы для изготовления шлифов, аншлифов;
- сколковые пробы для геохимической характеристики пород или оценки видимой, или предполагаемой рудной минерализации;
- штуфные и кернавые пробы из зон рудной минерализации
- протоочки для изучения минерального состава пород и руд
- специализированные пробы для определения петрофизических особенностей пород и др.

Особенности отбора данных видов проб, за исключением бороздовых, описаны выше в разделе 1.1 и главе 2.

Бороздовая проба. Данный вид пробы отбирается для установления содержаний полезных компонентов, а также выяснения параметров строения рудного тела. Опробование производится в соответствии с рудными интервалами, которые выделяются в ходе документации полотна или стенок горной выработки. Длина каждого интервала

опробования зависит от характера оруденения - структурно-текстурных особенностей руд (например, видимых различий содержания рудных вкрапленников и др.). Помимо этого, обязательным является отбор оконтуривающих бороздовых проб из вмещающих пород без видимого оруденения.

Линия борозды, как правило, должна быть расположена вкрест простирания рудного пласта (тела). Борозды могут отбираться как ручным, так и механическим способом с использованием бензореа. Перед отбором бороздовых пробы на полотне или стенках горной выработки размечаются линия борозды (пропила) и границы рудных интервалов при помощи аэрозольной краски. Для пропиливания борозды рекомендуется использовать бензорез мощностью не менее 3 кВт. При отсутствии бензореа отбор производится ручным способом с помощью зубила и геологического молотка, при этом необходимо максимально соблюдать выбранное сечение.

Сечение борозды, как правило, принимается прямоугольным. Ширина борозды принимается обычно больше глубины. Сечение бороздовой пробы напрямую зависит от мощности рудной зоны и характера распределения в ней рудных компонентов.

Характер оруденения	Сечение борозды при мощности рудных тел		
	>2,5 м	2,5-0,8 м	0,8-0,5 м
1. Весьма равномерный и равномерный	5 × 2 см	6 × 2 см	10 × 2 см
2. Относительно равномерный и неравномерный	8 × 2,5 см	10 × 2,5 см	12 × 2,5 см
3. Весьма и крайне неравномерный	10 × 3 см	12 × 3 см	15 × 3 см

При меньшей мощности рудных тел соответственно увеличивается сечение борозды. Правильность выбора размеров сечения борозды проверяется контрольным отбором поэтому же направлению пробы большего сечения. При отборе проб очень важно строго выдерживать принятое сечение по всей длине пробы, независимо от крепости горных пород, входящих в опробуемое сечение.

Опробование проводится непрерывно, на полную мощность рудного тела. Максимальная длина пробы при равномерном оруденении не превышает 3 м. Минимальная рекомендованная длина пробы составляет 0,2 м. Рекомендуется отбирать пробы длиной кратной 1 м для простого вычисления величины метропроцента. Длина оконтуривающей пробы составляет 1 м. Как правило, отбирается по 2 пробы с каждой стороны от рудного тела (Рис. 3). Однако в случае четкого литологического контроля оруденения, может быть

достаточно одной оконтуривающей пробы. Границы интервалов опробования не должны пересекать границы рудных интервалов.

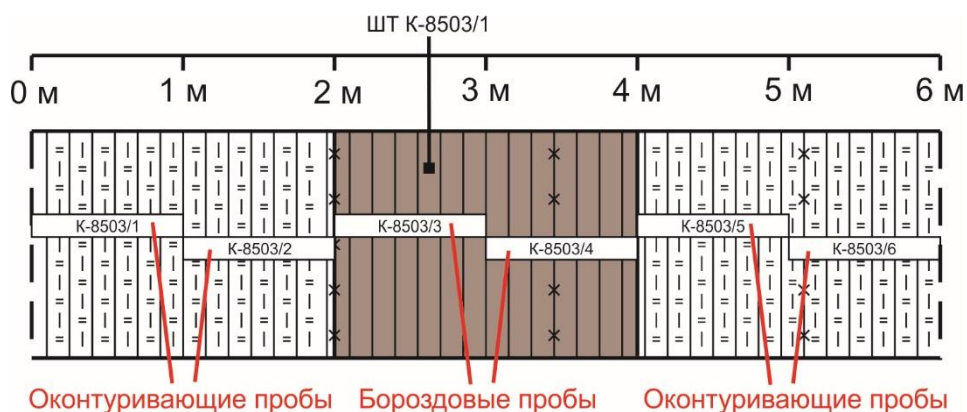


Рис. 3. Примеры изображения полотна горной выработки, подвергнутой бороздovому опробованию.

Отобранные куски разбиваются молотком на фрагменты размером не более 5-10 см и упаковываются в рудный мешок вместе с этикеткой. На этикетке и мешке, помимо номеров горной выработки и пробы, рекомендуется фиксировать вес пробы и интервал, с которого она отобрана.

Контроль опробования осуществляется путем сравнения теоретической и фактической массы пробы. Теоретическая масса пробы рассчитывается по формуле:

$$m = \rho_c \times V_{\phi},$$

где ρ_c – справочное значение плотности (г/см³),

V – объём пробы (см³).

В случае если фактическая и теоретическая массы пробы отличаются друг от друга более чем на 10 %, то проба считается некондиционной.

Характеристика материала и другие параметры бороздовой пробы заносятся в специальный журнал бороздового опробования, форма которого приведена в «Методических рекомендациях по ведению цифровой документации, 2015»

В случае документации на планшете в приложении Sherpa-Android журнал бороздового опробования формируется автоматически.

Привязка, обозначения и нумерация проб, отобранных из горных выработок.

Обязательным является использование обозначений видов проб, который приведены в разделе 1.1.3. Привязка проб в горных выработках имеет свои особенности. Это связано с тем, что точность привязки как с помощью GPS-навигаторов, так и планшетных устройств, ограничена. Поэтому с помощью GPS-навигатора или планшета привязывается только точка начала горной выработки (канавы, траншеи), а далее привязка производится с

помощью рулетки. Поэтому каждая отобранная в канаве проба кроме порядкового номера должна иметь значение интервала пробоотбора от начала канавы.

Ввиду того, что полотно канавы, как правило, должно опробоваться полностью, нумерация бороздовых и сколковых проб предусматривается единая по порядку от начала горной выработки. Номер пробы пишется через дробь, к номеру горной выработки, например:

– БП К-55/1 (инт. 0-1,0 м) – бороздовая проба 1, отобранная из канавы № К-55 с интервала 0-1,0 м;

– СК К-55/14 (инт 20-25 м) – пунктирная сколковая проба, отобранная из канавы № К-55 с интервала 20-25 м;

– БП К-55/15 (инт 25-25,8 м) – бороздовая проба 15, отобранная из канавы № К-55 с интервала 25-25,8 м;

Бороздовые и сколковые пробы, отобранные из стенок, должны продолжать нумерацию проб, отобранных по полотну, также с указанием интервала от начала канавы.

Нумерация образцов, шлифов, аншлифов и штуфов, как правило, наследует номера бороздовых и сколковых проб для удобства сопоставления, но может быть и независимой, так как в одном интервале бороздового или сколкового опробования может отбираться несколько образцов и других видов точечных проб.

Однако, в обоих случаях указывается конкретный метраж отбора этих видов точечных проб, например:

– ОБР, ШЛ, АНШЛ К-55/14 (21 м) – образец, шлиф и аншлиф, отобранные на 21 м канавы № К-55 в пределах интервала отбора сколковой пробы СК 55/14;

– ШТ К-55/3 (23 м) – третья по порядку штуфная проба, отобранная в канаве № К-55 на 23 м от начала канавы.

Условные координаты пробоотбора в горных выработках программно рассчитываются от начала горной выработки при введении данных в цифровую форму журнала опробования или использовании для документации приложения Sherpa-Android.

Места пробоотбора обязательно фиксируются на зарисовке горной выработки. Масштаб зарисовки выбирается таким образом, чтобы была возможность показать каждую интервальную пробу. Как правило, используется масштаб 1 : 50.

1.4. Опробование керна скважин

Из керна скважин отбираются различные виды проб для уточнения структурно-текстурных особенностей и состава пород, границ литологических (рудных и безрудных) интервалов, установления содержаний полезных компонентов в рудных телах и др. Основными видами проб, которые отбираются из керна скважин, являются:

- типичные образцы горных пород и руд;
- образцы для изготовления шлифов, аншлифов;
- сколковые проб для геохимической характеристики пород или оценки видимой, или предполагаемой рудной минерализации;
- штуфные и керновые пробы из зон рудной минерализации
- протоочки для изучения минерального состава пород и руд
- специализированные пробы для определения петрофизических особенностей пород и др.

Особенности их отбора, за исключением керновых проб, в основном описаны выше в разделе 1.1 и главе 2. Однако, ввиду некоторых особенностей опробования керна скважин, для некоторых из видов проб ниже даны уточнения.

Керновая проба является аналогом бороздовой пробы. Её основным назначением является установление содержания полезных компонентов в рудных телах. Опробование производится в соответствии с рудными интервалами, которые выделяются на основании сопоставления документации керна и данных коротажа. Длина каждого интервала опробования зависит от характера оруденения - структурно-текстурных особенностей руд (наличия вкрапленников, ксенолитов вмещающих пород и др.). Помимо этого, обязательным является отбор оконтуривающих керновых проб из вмещающих пород без видимого оруденения.

Опробование проводится непрерывно, на полную мощность рудного тела. Максимальная длина пробы при равномерном оруденении не превышает 3 м. Минимальная рекомендованная длина пробы составляет 0,1-0,3 м в зависимости от диаметра керна. Рекомендуется отбирать пробы длиной кратной 1 м. Недопустимым является отбор в пробу рудного материала, добытого разными рейсами при резкой разнице выхода керна между ними (>10%). Также недопустим отбор в одну пробу керна с разным диаметром бурения. Длина оконтуривающей пробы составляет 1 м. Как правило отбирается по 2 пробы с каждой стороны от рудного тела.

Перед опробованием керн распиливается вдоль длинной оси пополам. При большом диаметре керна (более 92 мм), допускается использовать для опробования $\frac{1}{4}$ керна. Одна половина керна используется для отбора проб, а другая сохраняется как дубликат или служит материалом для отбора других видов проб. Линия, по которой распиливается керн, намечается геологом. Она наносится на керн несмываемым маркером. Видимая минерализация должна быть приблизительно одинаково распределена в половинках. В случае наличия одного крупного вкрапленника рекомендуется распиливать керн по нему. Плоскость, по которой распиливается керн, должна быть расположена перпендикулярно

рудным пластам, прожилкам или слоистости пород. После того, как керн будет распилен появляется возможность уточнить границы рудных интервалов в соответствии с характером оруденения на плоскости спила. Границы интервалов опробования не должны пересекать границы рудных интервалов. Например, если рудный интервал составляет 8 м, то рекомендуется взять 4 керновые пробы длиной 2 м.

Отобранные куски разбиваются молотком на фрагменты размером не более 5-10 см и упаковываются в рудный мешок вместе с этикеткой. На этикетке и мешке, помимо номеров скважины и пробы, рекомендуется фиксировать вес пробы и интервал, с которого она отобрана.

В керновом ящике начало керновой пробы отмечается деревянной табличкой или этикеткой с указанием номера пробы. После отбора других видов проб (шлифов, штуфов и др.) дубликат керна фиксируется в керновом ящике деревянными или пенопластовыми брусками во избежание вращения и повреждения керна (Рис. 4).



Рис. 4. Схематическое изображение керна (кернового ящика), из которого отобраны различные виды проб.

Затем определяется объемный вес руд, учитывая их естественную пористость, трещиноватость и др. Он определяется путем гидростатического взвешивания (допускается использовать уже известные ранее значения объемного веса). Вначале определяется вес пробы в воздухе. После выполняется взвешивание пробы в воде. Из полученных значений веса определяется объемный вес породы по формуле:

$$\rho = \frac{m \text{ (воздух)}}{m \text{ (воздух)} - m \text{ (вода)'}}$$

где $m \text{ (воздух)}$ – вес пробы в воздухе (кг),

где $m \text{ (вода)}$ – вес пробы в воде (кг).

Образец. Отбор образцов, как правило, проводится из каждого выделенного в ходе документации керна литологического интервала. Образец должен быть представительным и полностью характеризовать породы интервала. Если породы в интервале переслаиваются, то отбирается образец, который характеризует обе разновидности пород, а также их контакты. Длина интервала отбора зависит от длины литологического интервала и не превышает 10 м. Например, интервал длиной 33 м должен быть охарактеризован 4 образцами. Для образца откалывается столбик длиной около 10 см. На образце несмываемым маркером стрелкой отмечается его кровля и подошва, а также расположение забоя скважины. Помимо этого, фиксируются номера скважины и образца, а также глубина отбора.

В керновом ящике место отбора образца фиксируется деревянным или пенопластовым бруском во избежание смещения и повреждения керна. На бруске также указываются номер образца и глубина его отбора.

Образцы хрупких пород рекомендуется вначале обернуть бумагой, на которой сперва следует зафиксировать всю необходимую информацию (номер скважины и др.). Затем данный образец оборачивается пластиковой стретч-плёнкой, чтобы избежать его повреждения.

Хранить образцы рекомендуется в пустых керновых ящиках. Образцы укладывают в ящики последовательно, по мере увеличения глубины пробоотбора. Таким образом у исследователя будет возможность ознакомиться с полным последовательным разрезом скважины. Образующиеся пустоты в ящике с образцами аналогичным образом заполняются деревянными или пенопластовыми брусками.

Сколковая проба. Данный вид пробы используется для получения литогеохимической характеристики *вмещающих пород безрудных интервалов*. Отбор пробы как правило проводится из каждого выделенного в ходе документации керна литологического интервала. Длина интервала опробования зависит от длины литологического интервала и не превышает 10 м. Например, в случае если длина литологического интервала составляет 12 м, то рекомендуется отбирать 2 сколковые пробы из интервала опробования длиной 6 м. Отбор производится методом пунктирной борозды, путем отбивания 9-10 сколков размером 2-3 см. Общий вес пробы составляет 150-300 г. Отобранные сколки упаковываются в мешочек из плотной ткани вместе с этикеткой. На этикетке и мешке фиксируются номера скважины и пробы, а также интервал опробования.

Шлиф, аншлиф. Данный вид пробы используется для уточнения минерального состава, структурных и текстурных особенностей пород и руд. Из керна откалывается небольшой кусок размером не менее 2×2×1 см. На пробе несмываемым маркером

отмечается линия плоскости распила, номер скважины и пробы, а также глубина пробоотбора. Шлиф или аншлиф упаковываются в мешочек из плотной ткани, на котором фиксируются номера скважины и шлифа или аншлифа, а также глубина пробоотбора.

В керновом ящике место отбора шлифа или аншлифа фиксируется деревянным или пенопластовым бруском во избежание смещения и повреждения керна. На бруске также указывается номер шлифа или аншлифа и глубина пробоотбора.

Штуфная проба. Данный вид пробы используется для получения петрохимической характеристики литологических интервалов (как рудных, так и безрудных). В пробу отбирается цилиндр керна длиной 5-25 см (в зависимости от диаметра керна). Из рудных интервалов штуфные пробы отбираются с дубликата («половинки») керновой пробы. Отобранная проба разбивается молотком на сколки размером 2-3 см и упаковывается в мешочек из плотной ткани вместе с этикеткой. На этикетке и мешке фиксируются номера скважины и пробы, а также глубина пробоотбора.

В керновом ящике место отбора штуфной пробы фиксируется деревянным или пенопластовым бруском во избежание смещения и повреждения керна. На бруске также указывается номера пробы и глубина пробоотбора.

Привязка, обозначения и нумерация проб, отобранных из керна скважин.

Обязательным является использование обозначений видов проб, который приведены в разделе 1.1.3. Однако, привязка проб отобранных из керна скважин имеет свои особенности.

Керновые пробы обозначаются аббревиатурой КП с обязательным указанием интервала пробоотбора по стволу скважины от устья, например:

– КП ГК-17/2 (инт 12-13,4 м) – керновая проба, отобранная из керна скважины № ГК-17 с интервала 12-12,4 м от её устья.

При указании интервала опробования керновых проб, в отличие от бороздовых, за длину интервала отбора принимается не фактическая длина в ящике, а длина интервала с учетом потери керна при бурении. То есть при 75% выходе керна, в указанном выше примере, собственно длина керновой пробы составит не 1,4, а 1,05 м. Именно последнее значение используется для весового контроля качества пробоотбора.

Ввиду того, что опробование керна скважин проводится непрерывно, рекомендуется единая нумерация сколковых и керновых проб от устья к забою скважины с обязательным указанием интервала опробования.

Нумерация образцов, шлифов, аншлифов и штуфов, как правило, наследует номера керновых и сколковых проб для удобства их сопоставления. Однако, она может быть и независимой от номеров керновых и сколковых проб, так как в одном интервале кернового

или сколкового опробования могут быть отобраны несколько образцов и др. видов точечных проб.

Так или иначе, в обоих случаях указывается конкретный метраж отбора точечных проб от устья скважины, например:

– ОБР, ШЛ, или АНШЛ ГК-15/14 (21 м) - образец, шлиф или аншлиф, отобранные на 21 м от устья по стволу скважины ГК-15, в пределах интервала отбора сколковой пробы СК 55/14 или

– ШТ ГК-17/3 (32 м) - третья по порядку штуфная проба, отобранная из керна скважины ГК-15 на 32 м от устья.

Точные вертикальные координаты пробоотбора по стволу скважины программно рассчитываются от устья скважины при введении данных в цифровую форму журнала керна опробования или использовании для документации приложения Sherpa-Android.

Все пробы отобранные из керна скважины обязательно наносятся на геологический разрез (колонку) скважины. Масштаб колонки выбирается таким образом, чтобы была возможность показать каждую интервальную пробу. Обычно используется масштаб 1 : 50 или 1 : 100.

При любом варианте опробования обязательными является указание метража или интервала опробования на этикетках проб и их упаковках.

2. Особенности пробоотбора для специализированных исследований

В качестве специализированных исследований при проектировании крупно- и среднемасштабного геологического картирования чаще всего рассматриваются такие виды работ, для которых требуются повышенные затраты труда и времени, в некоторых случаях специальное оборудование. К ним относятся отбор проб для определения возраста, изотопного состава пород, палеоклиматических реконструкций и других условий образования пород. Часто виды опробования для специализированных исследований требуют тщательной документации и расчистки обнажений.

2.1. Особенности пробоотбора для изотопно-геохимических и изотопно-геохронологических исследований

Метод исследования для определения абсолютного возраста и изотопно-геохимических характеристик картируемых подразделений выбирается на этапе проектирования и составления технического (геологического) задания. Исчерпывающие рекомендации по выбору метода изотопного исследования пород различного состава и генезиса приведены в соответствующих методических рекомендациях [Сергеев, 2015].

Общие требования к пробам, предлагаемым для петрологического, геохимического и изотопного исследования должна быть представительной частью породы по содержанию и свойствам минералов, величине и форме кристаллов и зерен. Выветрелые поверхности и внутренние участки с трещинами ожелезнения должны быть удалены. Размер обломков породы отбираемых в пробу не должен превышать 70х70 мм. Объем пробы для изотопно-геохимических и изотопно-геохронологических исследований зависит от лабораторной навески необходимой для проведения анализа.

Метод исследования	Лабораторная навеска
Для определения изотопных параметров Rb-Sr и Sm-Nd систем	10 грамм истертого материала
Для определения геохимии стабильных изотопов – С и О в карбонатах из карбонатных пород, или С в высокоуглеродистых породах, или S в сульфидных породах	5 грамм истертого материала при условии присутствия в нем силикатного материала менее 10%. При большем количестве силикатной составляющей навеска пропорционально увеличивается (по согласованию с ЦИИ).
Для анализа стабильных изотопов С, О, S карбонатов, графита, сульфидов, соответственно.	монофракции навеской не менее 100 мГ,
Для реализации классических изохронных методов (Rb-Sr, Sm-Nd, Re-Os)	неистертые монофракции минералов породы с навеской не менее 1 грамм
Для изотопного анализа благородных газов (He, Ar)	навески монофракций минералов 4-6 грамм, крупностью не менее 0,3 мм.

для реализации локальных методов (SHRIMP, LAICPMS)	не менее 10 единичных зерен, при условии, что они принадлежат одной генерации.
Для реализации Ag-Ag метода	монофракции слюды или калиевых полевых шпатов около 100 мг.

Несмотря на кажущиеся малые количества вещества, достаточные для лабораторного анализа, объем проб для указанных анализов довольно значителен. Общий вес пробы должен учитывать, что часть пробы (около 100 грамм с учетом возможных дублей) отквартовывается для пертохимического анализа (силикатный анализ), определение геохимии малых элементов (ICP MS, ICP AES). Если вероятность выделения нужного количества акцессорных минералов не велика (например, цирконов в основных породах), объем пробы может быть увеличен на усмотрение геолога.

В зависимости от предполагаемых методов исследования объем пробы различный:

Порода в целом	Породообразующие минералы (первичные и вторичные)	Акцессорные минералы (тяжелая фракция)
<i>определение начальных изотопных отношений и соотношений: Nd, Os, He и Ar, Li; изотопная систематика Sr, O и C.</i>	изохронные Sm-Nd, Re-Os и Rb-Sr методы. определение возраста Ag^{40}/Ag^{39} методом. изотопная систематика O, C и S.	U-Pb и Lu-Hf локальные методы. изотопная систематика S, O, Hf, Lu-Hf изохронные Sm-Nd и Rb-Sr методы U-Th-Pb датирование
не менее 0,5 кг	1-2 кг (не менее 0,5 кг)	3-5 кг породы

Особенности отбора проб из разных пород

Для изотопного изучения процесса магматизма следует обратить особое внимание на наличие возможных вторичных изменений, в полевых условиях отбирать пробы вне областей выветривания, тектонических зон, участков метасоматических или иных преобразований. Для крупных и многофазных массивов отбираются наиболее распространенные разности. Учитывая вероятность контаминации веществом вмещающих пород, пробы следует отбирать на удалении от контактов. При отборе проб из гипабиссальных образований, следует отдавать предпочтение более крупнокристаллическим разностям. Не рекомендуется отбирать пробы из маломощных тел.

Для изотопного изучения метаморфических и метасоматических пород необходимо отбирать пробы как раз на участках наиболее интенсивно измененных пород, где в наибольшей степени проявлен интересующий процесс. Это может выражаться в появлении признаков частичного плавления, мигматитизации, развитии специфических текстур. Например, для случаев мигматизации («гранитизации») предпочтение следует отдавать неосоме (лейкосоме), поскольку палеосома с большой долей вероятности будет содержать

древнюю минеральную компоненту. Однако, следует проявлять осторожность, опробуя интенсивно тектонизированные зоны, поскольку они могут содержать механическую смесь различных пород. Зоны метасоматоза нуждаются в тщательном изучении их минералогии и внутренней структуры для выявления зон новообразования минералов, пригодных для изотопных исследований [Сергеев, 2015].

2.2. Методика отбора проб для датирования радиоуглеродным методом

Метод используется в геоморфологических и палеогеографических исследованиях. В качестве материала для датирования используются древесина и другие растительные остатки, торф, дисперсная органика в виде почвенного гумуса или водных органических отложений (сапрпель, гиттия), уголь, кость (датирование проводится по белку коллагену), раковины моллюсков, кораллы. Возможно датирование материалов неорганического происхождения, например, почвенных карбонатов [А. В. Панин, 2014]. Нижний предел определения для данного метода (по шкале времени) 50–60 тыс. лет. Применение AMS-технологии (*ускорительная масс-спектрометрия accelerated mass-spectrometry*) позволяет снизить этот предел до 80 тыс. лет [Кузнецов В. Ю., 2008].

Оптимальная масса образцов для радиоуглеродного анализа (А. В. Панин, 2014)

Материал	Сцинтилляционный и газовый методы	Ускорительная масс-спектрометрия (AMS)
Древесный уголь	50 – 100 г	50–100 мг
Древесина	100-300 г	100-300 г
Торф	300-500 г	1-3 кг
Раковины и другие карбонаты	200-300 г	30 мг
Кость хорошо/плохо сохранившаяся	500-700 г/2-3 кг	150-200 мг/2-3 кг
Почва, сапрпель	3-5 кг	1-3 г

Чтобы предотвратить загрязнение при пробоотборе, любые образцы на ^{14}C помещаются в пластиковые пакеты как на рисунке 5 (ни в коем случае не в бумажные или тряпичные мешочки!). Опробование проводится чистым инструментом. Можно использовать строительный мастерок. Для использования метода AMS – обязательно использование пинцета. Бумажные этикетки должны быть изолированы от материала пробы.



Рис. 5. Упакованная проба для проведения радиоуглеродного датирования и инструмент пробоотбора.

Опробование проводится после расчистки и фотодокументации обнажения снизу-вверх по разрезу во избежание попадания в пробу материала из вышележащих пачек.



Рис. 6. Вскрытые в коренном выходе палеопочвы и место пробоотбора.

При отборе пробы на радиоуглеродное датирование важно установить одновозрастность отбираемого материала и вмещающих пород. Существует вероятность, что органический материал переотложен тогда возраст получится древнее возраста вмещающих отложений. Поэтому необходима расчистка и изучение разреза, из которого предполагается отбор пробы. В кернах скважин не всегда можно отличить аллохтонную (принесенную и захороненную) древесину от корней деревьев, спускающихся с более высоких стратиграфических горизонтов или даже современных. Предпочтительнее отбирать образцы на датирование из обнажений или шурфов, где одновозрастность

стратиграфических единиц и включенных в них органических веществ может быть установлена более уверенно.

2.3. Методика отбора проб для датирования пород методом ОСЛ

Приведенное ниже описание методики отбора проб и необходимых для этого инструментов опубликовано на официальном сайте ВСЕГЕИ

Необходимые инструменты:

1. Пластиковая непрозрачная труба (если отложения очень сухие и плотные и/или сцементированные, используется металлическая труба) внешним диаметром около 50 мм с толщиной стенки около 3 мм и длиной около 300 мм (Рис. 7). К примеру, клеевая водонапорная труба ПВХ 50х3,7 мм. Кромка одного конца трубы должна быть заточена под углом 45° для более лёгкого проникновения в породу.



Рис.7. Кромка одного конца трубы должна быть заточена под углом 45°.

2. Молоток.

3. Стальная насадка, расширенная часть которой соответствует внешнему диаметру трубы и надевается на неё заподлицо. Это необходимо для предотвращения попадания дневного света внутрь трубы. В стенке насадки должно быть маленькое отверстие диаметром не более 1 мм, чтобы обеспечить выход воздуха при забивании трубы в породу. Обратная сторона насадки служит рукоятью для её удержания и на конце имеет утолщение для работы по нему молотком. За неимением специальной насадки, можно использовать подручные средства, например, поршень тормозного суппорта от автомобиля (Рис. 8). Старые поршни можно найти в автосервисах.



Рис. 8. Специальная насадка для забивания труб в породу (слева), вместо которой можно использовать поршень тормозного суппорта от автомобиля (справа).

4. Клейкая лента эластичная шириной около 30–50 мм. Идеальный вариант – белая лента для заклейки окон “Folsen” (Рис. 9). Скотч не подойдет, так как он не обеспечивает герметичность пробы.



Рис. 9. Клейкая лента “Folsen” идеально подойдет для гидроизоляции проб.

5. Непрозрачные крышки П-образного сечения (Рис. 7), для закрытия торцов трубы с внешней стороны. Например – наружная декоративная пластиковая черная заглушка d51.

6. Ветошь.
7. Масляный или перманентный маркер.
8. Мастерок.
9. Лопата.

Отбор проб:

Главный принцип отбора образцов – не допустить их освещения дневным светом. Для отбора проб на определение возраста методом оптически стимулированной люминесценции подходят кварцсодержащие и/или полевошпатсодержащие пески. Отбор проб производится из субвертикальной хорошо расчищенной стенки при отсутствии признаков современных гравитационных смещений. Желательно избегать участков

сильного вторичного изменения пород, в том числе свидетельств постседиментационной миграции подземных вод. Необходимо исключить попадание на образец любого света за исключением тех частей образца, что окажутся в торцах трубы.

На расчищенной стенке необходимо обозначить место отбора, номер образца, сфотографировать и измерить высоту (Рис. 10). Для ОСЛ датирования необходимо также знать глубину отбора относительно дневной поверхности или поверхности формы рельефа, которую слагают опробуемые породы. Например, это может быть расстояние от бровки обрыва или от поверхности аллювиальной террасы до места отбора образца в стенке обнажения. Данная информация необходима при расчете влияния космического излучения, воздействие которого на породу, ослабевает с глубиной.



Рис. 10. На расчищенной стенке необходимо обозначить место отбора, номер образца, сфотографировать и измерить высоту.

Полая труба забивается перпендикулярно к стенке обнажения (Рис. 11).



Рис. 11. Отбор пробы на ОСЛ.

Непосредственно перед пробоотбором снимается верхний слой породы около 2–5 см. Затем на дальний от стенки торец трубы надевается насадка и при помощи молотка труба целиком забивается в стенку. Труба должна быть забита на 3–4 см глубже своей длины, чтобы песок в ней спрессовался. В идеальной ситуации, порода в трубе не рассыпается, а входит в трубу цельным керном. При заколачивании трубы в стенку обнажения следует строго соблюдать технику безопасности. Не следует отбирать образцы под стенками с отрицательным углом падения и в других опасных местах.



Рис. 12. Последовательность извлечения пробы.

После того как труба забита (Рис. 12, А), придерживая насадку, мастерком необходимо полностью убрать песок вокруг внешнего торца трубы (Рис. 12, Б). После этого можно снять насадку и сразу надеть на трубу крышку, аккуратно подбив её молотком для плотной фиксации. Затем труба откапывается (Рис. 12, В), ветошью удаляется песок с открытого торца трубы и плотно закрывается второй крышкой. Чтобы убедиться, что отбор

произведён успешно, необходимо осмотреть место, откуда извлечена труба. В отверстии не должно быть трещин и следов постседиментационной миграции воды. Крышки необходимо плотно замотать гидроизоляционной лентой для сохранения в образце естественной влажности.

На трубу несмываемым маркером наносится номер образца, как минимум, в двух местах.

Из одной толщи объекта датирования необходимо отобрать как минимум три образца, чтобы получить минимальную статистическую выборку. В этом случае места отбора располагаются одно над другим, равномерно по всей мощности толщи. Надежность полученного возраста объекта возрастает с увеличением числа датированных образцов.

При отборе проб из слоя мощностью в несколько см необходимо проследить его падение, чтобы труба не прошла мимо. Следует убедиться, что маломощный слой не выклинивается вглубь от стенки обнажения.

В случае очень плотных отложений, куда сложно забить трубу (например, сухие лёссовидные породы), вырезают монолит грунта, который для транспортировки фиксируют гипсом. Иногда такие твёрдые породы также отбирают ночью в светонепроницаемые герметичные пакеты. Идеально подойдут фольгированные изнутри «дой-паки» с тройным замком типа «zip-lock» (Рис. 13). Для полной уверенности в герметичности и светонепроницаемости можно использовать 2-3 пакета для каждой пробы.



Рис. 13. Правильно отобранный образец для ОСЛ-датирования (слева). Фольгированный изнутри «дой-пак» с тройным замком типа «zip-lock» (справа)

Если предполагается молодой возраст образцов (столетия), то для увеличения точности датирования рекомендуется отобрать образец современного материала

аналогичного генезиса (например, если датируется молодой аллювий, это может быть подповерхностный песок из современной прирусловой отмели). По нему будет определяться уровень обнуления электронных ловушек для введения соответствующих поправок [Панин, 2014].

Аналогично пробу из современных отложений можно отобрать, если предполагается датирование по полевым шпатам. При экспонировании светом электронные ловушки в полевых шпатах обнуляются гораздо медленнее, чем в кварце, поэтому вероятность получить удревнённый возраст возрастает. Полевые шпаты обычно используют для датирования при отсутствии или низком содержании в пробе кварца или в случае, если по кварцу получаются запредельные датировки. Нижний предел датирования по кварцу составляет 100-150 тыс. лет, в то время как для полевых шпатов он может достигать 500 тыс. лет.

2.4. Отбор проб для гранулометрического и минералогического анализа рыхлых отложений

При изучении рыхлых отложений отбираются пробы для гранулометрического и минералогического анализа, как правило из кровли, подошвы и центральной части выделяемой пачки, интервал опробования зависит от сложности разреза. Материал пробы



отбирается чистым инструментом. В качестве инструмента идеально подойдет строительный мастерок.

Вес пробы для каждого из видов анализа составляет не менее 100 г.

Отобранный материал упаковывается в плотные герметичные полимерные пакеты, к которым прикладывается этикетка с номером, написанным карандашом (её желательно тоже поместить в п/э пакет). Мешок с пробой и этикетка помещается в дополнительный пакет (или полотняный мешочек), на который наносится номер пробы несмываемым маркером.

2.5. Особенности пробоотбора на различные группы фауны и флоры, споропыльцевой анализ, микрофауну, акритархи

К настоящему времени в палеонтологии накоплен громадный опыт пробоотбора ископаемой фауны и флоры в полевых условиях, а также последующей подготовки окаменелостей к изучению. Многие методики детально описаны в многочисленных палеонтологических учебниках и пособиях (общие рекомендации, см. Янин, Барсков, 2017, Микропалеонтология, 1995, Практическое..., 1989, Михайлова, Бондаренко, 1997; отбор проб из грунтовых трубок, см. Янин, 1997; отбор проб на радиолярии и конодонты см.

Барсков, 1985, Назаров и др., 1990; на диатомовые — Микропалеонтология, 1995, Диатомовые водоросли..., 1974; на остракоды - Неуструева и др., 2005; на плоды и семена растений - Криштофович, 1956, 1957).

Методы отбора каждой группы ископаемых отличается спецификой, связанной с их палеобиологическими, тафономическими, биофациальными и другими особенностями. Размер проб и частота их отбора зависят от вещественного состава вмещающих отложений и мощности разреза. Кроме того, методы отбора проб зависят от поставленных задач, объема намечаемых камеральных исследований, степени доступности и обнаженности разреза, от времени, отведенного для изучения разреза и возможности транспортировки коллекций.

Здесь изложены общие приемы и правила отбора ископаемых и приведены советы по отбору тех групп организмов, которые позволяют решать основные задачи, встающие перед геологами при геолого-съёмочных работах – 1) определение возраста слоев в определенной точке разреза и 2) расчленение разреза на слои корреляция его с соседними разрезами.

Отбор палеонтологических проб, позволяющий решать эти задачи качественно, возможен только во время специализированных маршрутов, нацеленных на описание разрезов, на отбор проб по разрезам, поиск и сбор макроскопических палеонтологических остатков. Надо учитывать, что единичные микропалеонтологические пробы, которые отбираются при прохождении геолого-съёмочных и поисковых маршрутов, в большинстве случаев не приводят к надёжному определению возраста.

Так как отложения, как правило, насыщены фауной неравномерно, то на большинство микрофоссилий (конодонты, фораминиферы, остракоды, акритархи, диатомовые водоросли и др.) рекомендуется отбирать ряд проб последовательно по разрезу. Это позволяет выявить границы биостратиграфических подразделений, а также получить представительные комплексы с диагностичными таксонами. Палинологический анализ в единичных пробах вообще невозможен, для него всегда необходим отбор нескольких (не менее трех) проб по разрезу.

Качественный сбор необходим и в случае макропалеонтологического анализа - чем больше макрофоссилий собрано и чем лучше их сохранность, тем точнее можно определить возраст вмещающей породы.

2.5.1. Микропалеонтологический (микрофаунистический и палинологический) анализ

К микропалеонтологическим объектам относятся фоссилии мелкого размера, изучение которых требует применения бинокля или микроскопа. Круг таких объектов

чрезвычайно широк и включает остатки многих групп животных и растений (фораминиферы, радиолярии, остракоды, микроскопические двустворки, гастроподы, брахиоподы, криноидеи, сколекодонты, конодонты, диатомовые водоросли, споры и пыльца, семена и плоды), а также многочисленные проблематичные организмы (хитинозои, акритархи, кальцисферы и др.), чья таксономическая принадлежность до сих пор остается неясной. В виде микроскопических остатков встречаются изолированные части более крупных организмов (склериты, таблички иглокожих и криноидеи, спиккулы губок, чешуи и зубы рыб и т. д.).

Многие из микрофоссилий были планктонными, псевдопланктонными или являются фрагментами нектонных организмов. Этим определяется их широкое географическое распространение и, соответственно, возможность их использования для межрегиональных и глобальных корреляций. К таким микрофоссилиям относятся, например, фораминиферы, радиолярии, известковый наннопланктон, акритархи, конодонты, споры и пыльца и некоторые другие, которые для определенных стратиграфических интервалов являются ортостратиграфическими группами, имеющими большое значение для биостратиграфии и определения относительного возраста пород. Биостратиграфический потенциал других организмов, например, сколекодонтов, криноидей, хитинозой, кальцисфер, пока полностью не раскрыт или незначителен. Но в отсутствие ортостратиграфических групп, такие ископаемые также могут быть полезны и использованы для определения возраста. На рис. 1 показано стратиграфическое распространение основных используемых для определения возраста отложений групп фауны и флоры.

Большое значение для биостратиграфии имеет спорово-пыльцевой анализ: в дочетвертичных отложениях спороморфы позволяют проводить прямые корреляции морских и континентальных отложений, а в континентальных четвертичных отложениях они обеспечивают детальное расчленение на климатостратиграфической основе.

Отличительной особенностью микрофоссилий является их наличие в породах обычно в большом количестве, что дает возможность практически непрерывно сантиметр за сантиметром (это актуально для четвертичных пород, особенно для проб из донных отложений) характеризовать и датировать протяженные интервалы разрезов, иногда на основании одной группы, а иногда по нескольким группам сразу. Поэтому, часто только микрофоссилии могут обеспечить необходимую сейчас точность и детальность расчленения осадочных толщ.

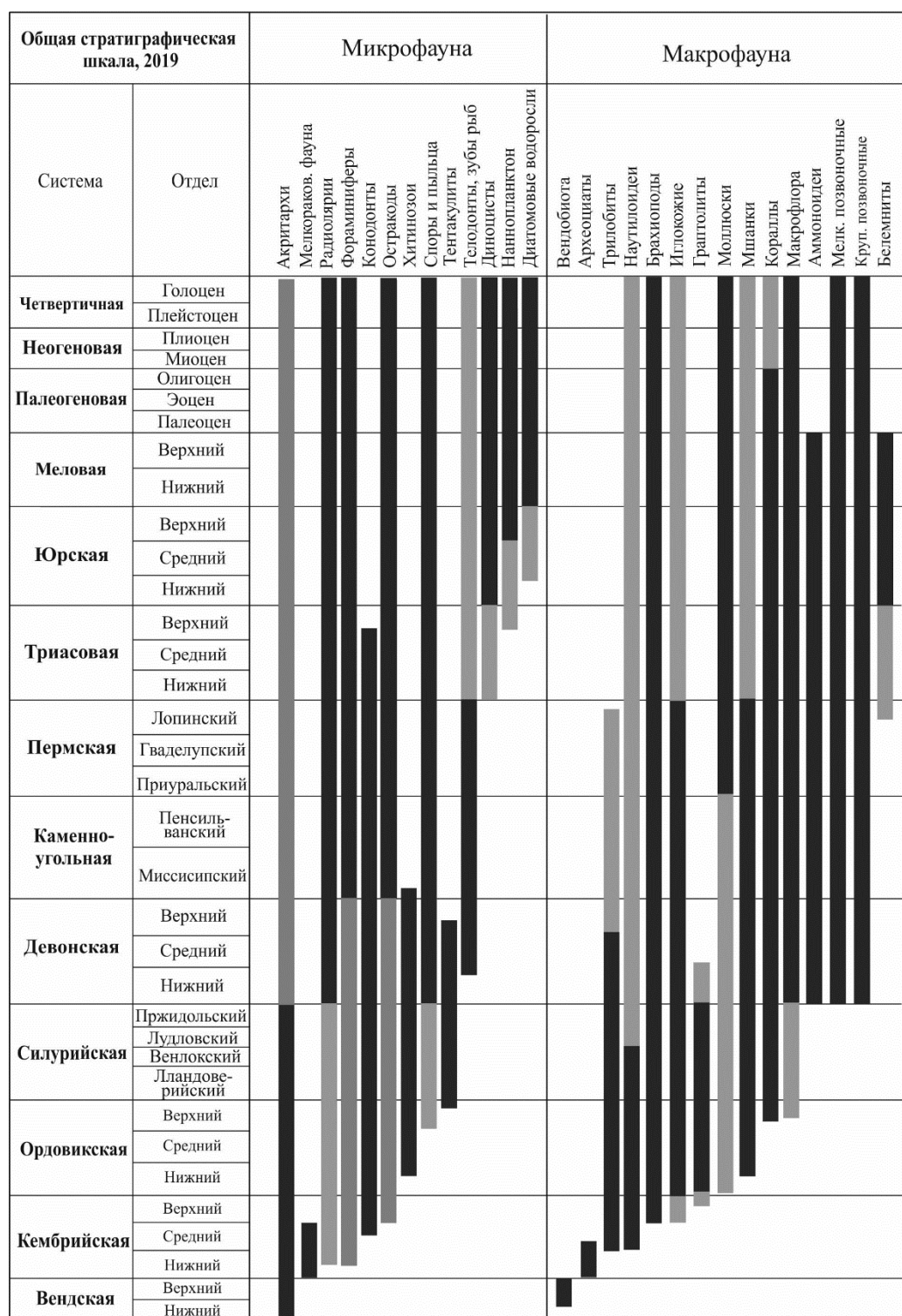


Рис. 14. Стратиграфическое распространение основных групп микро- и макрофауны. Черной линией обозначен интервал, в котором группа имеет ортостратиграфическое значение, серой – интервал, где группа встречается, но не имеет ортостратиграфического значения

Общие рекомендации по отбору проб на микропалеонтологический анализ

1) При выборе пород на микропалеонтологический анализ надо учитывать, что палеонтологические остатки содержатся практически во всех типах осадочных пород, не подвергшихся сильному метаморфизму. Многие группы микроорганизмов являются

породообразующими (кокколитофориды, фораминиферы, диатомовые водоросли, радиолярии, различные известковые водоросли и др.). Отбор образцов из благоприятных для микрофоссилий типов пород позволяет получить их наиболее представительную выборку. Из таких пород пробы надо отбирать по возможности чаще. Из пород, неблагоприятных для получения материала, пробы берутся реже, для контроля.

Микроокаменелости с известковым скелетом чаще встречаются в известняках, мергелях, меле, глинах, алевролитах, но редко встречаются в песках. Для нахождения микроокаменелостей с кремневым скелетом благоприятны диатомиты, глины, алевролиты, яшмы, трепелы, опоки, фосфориты и др., а также осадки, обогащенные органическим веществом (сапропель, илы). Остатки с органической оболочкой обильны в торфе, сапропеле, углях, лигните, диатомите, погребенных почвах, лёссе, лагунных, неритовых и гемипелагических темных глинистых, аргиллитовых и алевроитовых морских осадках. Грубозернистые породы (песчаники, гравий, галечники) или хорошо сортированные пески, как правило, лишены спор и пыльцы. Отдельные типы известняков и доломиты также не содержат этих остатков.

2) Частота отбора проб для микропалеонтологического анализа зависит от вещественного состава породы, мощности слоёв и характера отложений (однородная толща или переслаивание разнородных пород). Для определения возраста отложений желательно отбирать образцы из всех литологических типов осадочных пород в разрезе и из всех его слоев. Это дает возможность получить наиболее полные данные о распределении микропалеонтологических остатков в разрезе. Обычно из пород, сформированных при низких скоростях седиментации, пробы отбирают чаще, например, из глин через 10-25 см. Из пород, для которых характерны высокие скорости накопления, пробы отбирают реже, из песков — через 50 см и более. Из толщи, представленной чередованием пород, образцы берутся чаще, из монотонной — реже. Отбор образцов особенно тщательно производится в зоне контакта между слоями (пробы берутся из кровли подстилающего и подошвы перекрывающего слоев).

3) Порода пробы на микропалеонтологический анализ должна быть в невыветренном состоянии. Особенно важно это учитывать при отборе проб на палиноморфные фоссилии. Это уменьшает вероятность заражения пробы более молодыми микроостатками из верхних слоев или осыпи. Кроме того, в выветренных частях породы, содержащиеся в ней остатки могут быть сильно изменены либо отсутствовать. В случае отбора керна на палиноморфные фоссилии берется только середина керна, так как его периферийные части могут быть засорены более молодыми формами в результате их

естественного проникновения вниз по трещинам при циркуляции подземных вод или искусственного засорения с буровым раствором.

4) Иногда при изучении разреза возникает необходимость отбора микроокаменелостей на месте, в том числе, для уменьшения массы проб, а также для предварительного определения возраста слоя и расчленения разреза. В этом случае пробы из глин, мергелей, слабосцементированных песчаников и алевролитов отмывают при помощи сита или способом мацерации, обязательно в пресной воде. Полученный осадок высушивают. В случае недостаточности материала его отбирают вновь.

Рекомендации по отбору проб на ортостратиграфические группы микрофоссилий

1. Отбор проб на конодонты. Конодонты – вымершая группа, предположительно, бесчелюстных хордовых, которая существовала с середины кембрия по триас. В ископаемом состоянии от конодонтов сохраняются зубообразные фосфатные части их ротового аппарата - конодонтовые элементы, размером 0,2-2 мм.

Конодонтовые элементы встречаются практически во всех типах осадочных пород морского происхождения, при том сохраняются в породах зеленосланцевой и даже амфиболитовой стадии метаморфизма. Наиболее благоприятными для отбора образцов на конодонтовые элементы являются детритовые известняки. В аргиллитах и кремнистых породах (яшмах, кремнях, фтанитах) скопления конодонтовых элементов приурочены к плоскостям напластования, где их можно обнаружить, просматривая поверхности напластования породы с помощью лупы.

Для исследования пород на конодонты стандартными считаются пробы весом 500—1000 г. из карбонатных пород; 1000—1500 г из песчаников с карбонатным цементом, алевролитов, аргиллитов, глинистых сланцев. При необходимости сбора массового материала из определенных интервалов разреза, представленных породами с небольшим содержанием конодонтов, производят дополнительный отбор проб в виде шtuффов весом до 2,5 кг. В некоторых случаях производятся валовые сборы из конкретного высокопродуктивного горизонта по его простиранию (вес пробы от 5 до 50 кг). При отборе проб из керна скважин в случае его малого диаметра можно ограничиться меньшим объемом породы (например, 250 г).

В платформенных областях отбор осуществляется с интервалом 1-10 м, в складчатых областях – с интервалом более 10 м, а в отложениях с медленной седиментацией – через каждые несколько сантиметров.

Окраска конодонтовых элементов позволяет установить насколько велика была степень термальных изменений пород: неизменные конодонты имеют янтарно-желтый

цвет; при нагревании становятся светло-коричневыми, коричневыми, черными и наконец, при температурах выше 500°C – стеклянно-прозрачными. Эта особенность используется в нефтяной геологии при определении перспективных площадей и типов углеводородного сырья, а также при оценке степени метаморфизма изучаемых пород.

2. Отбор проб на фораминиферы. Фораминиферы – раковинные одноклеточные организмы, существовали в течении всего фанерозоя, но биостратиграфическое значение имеют только для каменноугольного, пермского, юрского и мелового периодов, а также для палеогена и неогена [Зональная..., 2006]. Для определения возраста и расчленения нижнего палеозоя (с кембрия до девона) и триаса они практически не используются, так как в этих возрастных интервалах они слабо изучены.

Фораминифер из карбонатных и кремнистых пород, как правило, изучают в шлифах. Для этой цели берут образцы породы, как на стандартные петрологические шлифы, однако, для увеличения представительных срезов раковин и, соответственно, надежности датировок рекомендуется брать образцы в два-три раза крупнее стандартных. Для изучения крупных фораминифер (фузулинид) и некоторых групп мелких фораминифер необходимо изготовление ориентированных шлифов.

Из менее прочных карбонатов и терригенных отложений раковины фораминифер обычно извлекают целиком, с помощью разработанных для этого лабораторных методов.

Размер проб, отбираемых для изучения целых раковин фораминифер, во многом зависит от степени консолидации отложений: прочной породы достаточно отобрать 150 г, из рыхлых пород обычно отбирают как минимум 250 г, а из коренных выходов слабо известковых глин и алевролитов кайнозоя берут свыше 500 г. породы [Практическое..., 2005].

Частота отбора проб на фораминиферы зависит от мощности опробуемой пачки. В слоях мощностью три и менее метра пробы отбираются у подошвы, в кровле и в средней части. Пачки мощностью 4-10 м опробуют с интервалом 0,5-1,0 м. Из пачек мощностью 10-30 м отбирают образцы на микрофауну через 2-3 м, а из более мощных осадочных толщ опробование ведется с интервалом 5 м. В складчатых областях, где мощности выделяемых подразделений нередко достигают тысяч метров, допустим отбор проб с интервалом 20 м и более.

3. Отбор проб на остракоды. Остракоды или раковинчатые раки, относятся к классу ракообразных типа членистоногих (Arthropoda). Их раковины состоят из двух сворок, соединенных на спинном крае, при этом в ископаемом состоянии сохраняются как целые раковины, так и отдельные створки. По размеру раковин различаются микроостракоды (0,01-0,5 см) и макроостракоды 0,5-10 см. Характер комплексов остракод

сильно зависит от солености воды в палеобассейне (от пресной до повышено соленой). Поэтому их можно использовать в качестве показателей глубины и солености бассейна.

Находки остракод отмечаются практически повсеместно от кембрия до голоцена включительно, как в морских, так и пресноводных отложениях и наиболее часто в известняках, мергелях, глинистых мергелях, глинах и алевролитах. Наибольшее количество остракод содержится в алевроитовых и мергелистых породах, тогда как они не встречаются в породах глубоководных черносланцевых и континентальных красноцветных фаций (за исключением неморских остракод).

При работе на обнажении рекомендуется сочетание вертикального и горизонтального (по простиранию прослеживаемого слоя) опробования. В отложениях четвертичного возраста вертикальный отбор проб осуществляется через каждые 1-5 см. При опробовании геологических слоев мощностью нескольких метров отбор осуществляется через каждые 10 см. В более мощных, литологически однородных осадочных толщах частота отбора проб пропорционально уменьшается.

Размер отбираемых проб на остракоды зависит от их стратиграфической принадлежности. В палеозойских (с ордовикского периода) и кайнозойских отложениях они достаточно многочисленны, поэтому из глинистых отложений этого возраста достаточно взять 100-200 г. породы. В глинистых темноцветных отложениях, характерных для мезозоя России, комплексы остракод менее разнообразны, в связи с чем для получения их представительного комплекса требуются более объемные пробы от 300-400 г. Из карбонатных пород отложений палеозоя на остракоды обычно отбирают 0,5-1,5 кг породы. Важно, чтобы пробы были хорошо очищены от инородных примесей.

4. Отбор проб на радиолярии. Радиолярии являются планктонными морскими одноклеточными организмами с кремнистым скелетом размером 0,1-0,3 мм. Они широко встречаются в опоковидных глинах, диатомитах, кремнистых аргиллитах и алевроитовых глинах от верхнего кембрия до настоящего времени. Яшмы и кремни, в том числе входящие в состав вулканогенно-кремнистых толщ, часто более чем на 50% состоят из радиолярий (являются радиоляритами). В таких, породах, радиолярии являются единственными организмами, позволяющими определять возраст отложений.

Для получения представительного комплекса радиолярий, как правило, бывает достаточно отобрать 100 - 400 г. породы.

5. Отбор проб на известковый наннопланктон. Известковый наннопланктон представляет собой разнообразные скелетные остатки планктонных организмов размером 0,01-0,05 мм, среди которых преобладают фрагменты панцирей кокколитофорид (золотистые водоросли типа Chrysophyta класса Haptophyceae), фрагментов их панцирей,

именуемых кокколитами, а также нанолитами, являющимися микроскопическими фрагментами полностью вымерших организмов неясной систематической принадлежности [Plankton..., 1985]. Наибольший биостратиграфический потенциал эта группа имеет в интервале от верхнего мела до верхней части кайнозоя.

Учитывая высокую дробность стратиграфического расчленения, которую обеспечивает изучение наннопланктона (в различных шкалах палеогена выделяется от 19 до 25 зон), при опробовании разрезов рекомендуется, по возможности, отбирать пробы с интервалом 20-30 см. Учитывая породообразующую роль данной группы палеонтологических остатков, а также их чрезвычайно малые размеры, для проведения анализа отбирается не более 10 грамм рыхлой породы. Обязательным условием для отбора проб на наннопланктон является наличие достаточного количества карбонатного вещества в породе, определяемого по ее вскипанию при контакте с концентрированной соляной кислотой. Также стоит избегать очень твердых и перекристаллизованных карбонатных пород, таких как мраморы, доломиты, а также микритовые, водорослевые, крупнообломочные или коралловые известняки. Исключение составляют мелкодетритовые известняки.

6. Отбор проб на акритархи. Акритархи (микропланктон, микрофитопланктон, органостенные микрофоссилии, палиноморфы) представляют собой полифилетическую группу ископаемых одноклеточных организмов с органической (не минерализованной) оболочкой размерами, в среднем, от 0,01 до 0,1 мм (10-100 мкм). Более крупные формы редки и встречаются в основном в докембрийских породах.

Находки акритарх известны от протерозоя до плейстоцена включительно, но наибольшее стратиграфическое значение эта группа имеет в интервале от верхнего докембрия до девона. В силуре и девоне разнообразие акритарх и их содержание в отложениях постепенно снижается. Начиная с карбона, они резко сокращаются в разнообразии и на протяжении последующих эпох становятся редки, уступая место другим планктонными микроорганизмам

Акритархи присутствуют практически повсеместно во всех типах морских осадочных пород. При отборе образцов предпочтение следует отдавать сероцветным глинистым отложениям и аргиллитам без признаков окисления. Оптимальная масса пробы при опробовании такого типа разрезов - 50-100 г. Частота отбора соответствует общим требованиям микропалеонтологических исследований. В карбонатных породах, как и в глубоководных сланцах, акритархи редки, а их комплексы могут быть однообразны и не имеют биостратиграфического значения. Надо учитывать, что акритархи, как и другие органостенные микрофоссилии, не выдерживают термального метаморфизма; в породах,

прогретых до температур более 350 градусов их органическое вещество дезинтегрируется. Поэтому опробовать на акритархи метаморфически преобразованные отложения не имеет смысла.

7. Отбор проб на диноцисты. Диноцисты относятся к органикостенным микрофитофоссилиям и являются ископаемыми цистами динофлагеллат. Они широко встречаются в отложениях морских (вплоть до неритовых), прибрежно-морских (эстуарии и лагуны) и озерных фаций [Микрофитофоссилии..., 2002 г.] со среднего триаса до квартера включительно, однако, стратиграфическое значение имеют только в интервале от юры до неогена. Ценность этой группы микрофитофоссилий заключается в их распространении как в карбонатных, так и в бескарбонатных фациях, что дает возможность расчленения и корреляции разнофациальных осадочных отложений. В связи с незначительными размерами диноцист (0,02-0,15 мм) необходимая масса пробы составляет 50 грамм (обычно отбирается вместе с образцами на споры и пыльцу и часто определяется одним специалистом). Отбор проб на эту группу фитопланктона рекомендуется осуществлять из других проб на микрофауну (фораминиферы, остракоды, радиолярии, споры и пыльца), что обеспечивает комплексный подход в определении возраста.

8. Отбор проб на диатомовые водоросли. Диатомовые водоросли – одноклеточные размером от 0,005 до 0,5 мм, с кремниевой наружной оболочкой. Они распространены повсеместно в морских и пресноводных отложениях всех климатических поясах Земли. Находки диатомей известны с поздней юры, но только начиная с конца позднего мела диатомеи становятся породообразующими и приобретают широкое стратиграфическое значение [Диатомовые..., 1974].

Диатомовые водоросли в большом количестве и часто хорошей сохранности встречаются в диатомитах, опоках, трепелах, сапропелях, торфах, алевропелитах, глинах, иногда в песках и почвах. Отбор проб проводится в соответствии с литологическим составом - чем тоньше материал, тем больше шансов встретить диатомовые и тем чаще собирают образцы: глины – через 20-25 см (для четвертичных отложений 2-10 см), пески – через 50 см. Прослойки органического происхождения (ил, торф) в терригенных осадках отбираются в обязательном порядке. До взятия образцов глин и других осадков обнажение должно быть тщательно расчищено и разрез подробно описан. Сбор образцов производится снизу-вверх, чтобы избежать заражения веществом вышележащих пород. Если материал доставляется из буровых скважин, то керн должен быть тщательно очищен сверху. Шламовый материал для диатомового анализа не пригоден.

Необходимо учитывать, что диатомовые водоросли из-за их микроскопических размеров легко могут быть занесены из одного образца в другой, поэтому необходимо

соблюдать стерильность при отборе образцов и надежную упаковку. Стандартный объем проб составляет 10-100 г породы (в зависимости от вещественного состава породы).

9. Отбор проб на споры и пыльцу. В основе палинологического (споро-пыльцевого) анализа лежит выделение из пород, определение и количественный подсчет спор и пыльцы растений. Наиболее перспективными на выделение спор и пыльцы являются мелководноморские, пресноводные и континентальные тонкотерригенные породы (алевролиты, аргиллиты, глины), лишенные признаков окисления, а также угли, лигниты и торф). Глубоководные фации морских отложений, содержат споры и пыльцу в ничтожном количестве, но чаще бывают пустыми. Грубозернистые хорошо сортированные отложения также содержат пониженное количество спор и пыльцы. Метаморфизованные породы, породы со следами выветривания, ледниковые и флювиогляциальные отложения для палинологического анализа не пригодны. Однако если их прослой или пачки входят в изучаемый разрез, то для получения достоверной информации об отсутствии остатков спор и пыльцы в этих интервалах следует брать один-два образца.

При опробовании на споры и пыльцу необходимо соблюдать максимальную аккуратность, исключая заражение материала. При отборе проб, как из керна, так и из обнажений, шурфов и т.п. разрез обязательно должен быть хорошо очищен от выветрившегося поверхностного слоя. Зачистка разреза осуществляется сбоку, но не сверху вниз, так как в последнем случае смазываются отдельные слои. Отбор проб осуществляется, по возможности, снизу-вверх, чтобы неопробованная стенка обнажения оставалась чистой.

Во избежание засорения образцы на споры и пыльцу запаковывают в пластиковые герметично закрывающиеся пакеты (гриперы) без предварительной сушки. Чтобы современные споры и пыльца из воздуха не попадала в пробы, емкости, где хранятся образцы не рекомендуется оставлять открытыми.

Вес отбираемых проб составляет 50-100 г. Пробы отбираются последовательно из всех наблюдаемых слоев и пачек, таким образом, чтобы был охарактеризован весь разрез. Из каждой пачки отбирается как минимум две пробы: из кровли и из подошвы. Интервалы между пробами зависят от состава отложений, слагающих пачку, а также от ее общей мощности. Так в складчатых областях, где мощности выделяемых подразделений нередко достигают тысяч метров, допустим отбор проб с интервалом в 20 м и более. Из четвертичных отложений они отбираются чаще, с интервалом до 10–25 см, особенно из погребенных торфяников (минимум три пробы из разреза и одну для контроля из почвенного слоя). При отборе проб из угленосных отложений необходимо, чтобы были послойно опробованы все типы угля, встреченные в разрезе, а также вмещающие угли породы.

2.6. Макрофаунистический анализ

Под макрофауной понимаются окаменелости, визуально различимые в породе. К ним относятся полные скелеты животных (раковины, колонии, панцири), их отпечатки и ядра, а также следы жизнедеятельности донных организмов (ихнофоссилии). Макрофауна встречается от верхнего докембрия до настоящего времени, но ее разные группы отличаются частотой встречаемости и приуроченностью к разным типам осадков (литофациям). Так в ордовикских - девонских глубоководных тонкозернистых терригенных отложениях можно ожидать находки граптолитов и пелагических трилобитов, в мезозойских – аммонитов и белемнитов. В карбонатных отложениях шельфов макропалеонтологические остатки наиболее разнообразны и представлены в палеозое археоциатами, трилобитами, брахиоподами, двустворками, кораллами, ортоцератитами, а в мезозое – двустворками, иноцерамами, аммонитами, кораллами, остатками позвоночных. Карбонатные, песчаные, сидеритовые и фосфоритовые конкреции перспективны в отношении находок окаменелостей даже в том случае, если в окружающей породе палеонтологические остатки отсутствуют. От кембрия до мезозоя в конкрециях могут встретиться окаменелости хорошей сохранности, поэтому их рекомендуется разбивать. В кремнистых породах любого возраста макрофауна, как правило, отсутствует.

В зависимости от плотности (степени цементации) и текстуры (массивной, тонкослоистой) породы, варьируют и методы сбора окаменелостей. Макрофауну из плотных известняков и известковистых песчаников, как правило, выбивают при помощи молотка (кувалды) и зубил. Если она при этом раскалывается, ее склеивают или плотно связывают шпагатом, положив бумагу, мешочек или вату на поверхность раскола. Если же позволяет транспорт, то наиболее интересные крупные куски породы (штуфы) с окаменелостями берут целиком. Препарирование самой окаменелости, находящейся в штуфе, осуществляется в камеральных условиях. Если макрофауна представлена и ядрами, и отпечатками, то необходимо брать обе сохранившиеся формы.

В тонкослоистых породах (глинах, алевролитах, сланцах) породах фоссилии часто бывают сильно деформированы, расплющены, поэтому на отделенных от слоя пластинках породы может оказаться отпечаток или ядро либо противоотпечаток, которые надо сразу же соответственно промаркировать.

Крупную макрофауну (колониальные кораллы, рудисты, аммониты) рекомендуется брать целиком (по крайней мере, полное вертикальное сечение крупных колоний).

При отборе образцов некоторых групп макрофауны следует учитывать, что их изучение проводится в шлифах. К ним относятся кораллы, губки, мшанки, археоциаты, строматопоры, строматолиты и кораллы, и др. Для изучения одного экземпляра может

понадобиться от двух шлифов до серии. При сборе коллекции также надо учитывать существенную индивидуальную изменчивость и поэтому, для более точных определений необходима выборка из значительного количества экземпляров. Одиночные кораллы могут быть представлены несколькими видами в одном слое, поэтому отбирается коллекция из некоторого количества визуально различных экземпляров.

При сборе макрофауны желательно фиксировать ее положение в разрезе-прижизненное или со смещением или переотложением, при невозможности отбора колонии целиком замеряются ее размеры и также фиксируется ее положение.

Сланцеватые породы (горючие сланцы, аргиллиты) раскалывают молотком или тонким зубилом по плоскости напластования. Из слабосцементированных или рыхлых песчаных пород макрофауна выбирается при помощи тонких зубил или ножей.

Специальные методы опробования применяются для сбора остатков позвоночных. Они встречаются как в морских, так и континентальных отложениях и представлены в основном костным материалом. В глинах, глинистых и доломитовых сланцах морского и лагунного генезиса иногда находят отпечатки позвоночных хорошей сохранности.

Остатки позвоночных имеют как достаточно крупные, так и очень мелкие размеры, как, например, зубы кайнозойских грызунов. Для сбора мелких объектов требуется промывка и просеивание больших объемов породы. Крупные остатки позвоночных могут быть обнаружены, когда они выступают на поверхность. Проще всего найти отдельные кости и их обломки в осыпи, а затем проследить выше в обнажениях костеносный слой.

Цвет остатков костей в основном зависит от цвета вмещающей их породы: в красноцветных породах — от красного до коричневого; в сероцветных — белый, серый, черный. Характерными признаками костных остатков могут быть губчатая структура, гладкая поверхность, иногда покрытая тонкой скульптурой, форма обломков и др. Часто остатки позвоночных встречаются в конкрециях, при этом лучше всего они сохраняются в карбонатных конкрециях.

В морских отложениях выделяются два типа захоронений: в мелководной, прибрежной, и в глубоководной, застойной, обстановках. Первый тип имеет более широкое распространение. После гибели животных их трупы, наполненные газом, некоторое время плавают в толще воды, переносимые течениями или волнами в прибрежную зону. Черепа и кости скелета, обычно сильно окатанные, нередко покрывают все пространство палеолиторали вдоль побережья, образуя так называемые костеносные слои, залегающие в разрезе в виде отдельных горизонтов или изолированных линз. Второй тип характерен для лагунных и озерных обстановок. Трупы крупных животных (рыб, ихтиозавров и др.)

поверхностными течениями заносились в лагуны и попадали в тонкий илистый осадок, где хорошо сохранялись в восстановительной среде застойных вод.

Качественный сбор крупного и ценного в научном отношении костного материала требует особой подготовки. При изучении разреза и сборе мелких или средних по размеру остатков позвоночных надо отобрать в первую очередь черепа, зубы, кости конечностей. Наиболее важны обломки длинных трубчатых костей, сохранивших эпифизы и шейные позвонки. Бивни и ребра, а также обломки трубчатых костей без эпифиза можно не брать. Обязательно собираются все кости, относящиеся к одному полному скелету или какой-либо части скелета одной особи. В последнем случае перед сбором костей желательно их пронумеровать и сделать схематическую зарисовку их расположения в слое.

В случае большой хрупкости и трещиноватости кости при нахождении в рыхлой породе необходимо перед извлечением ее закрепить, для чего применяется несколько способов, сводящихся к пропитке и цементации объекта (Прохоров, 1931; Очев и др., 1994).

В качестве пропитывающих веществ в настоящее время используются следующие:

1) раствор шеллака в спирте двух концентраций: густой и жидкий. Сначала кость пропитывают жидким раствором, а после подсыхания на ее поверхность наносят слой густого раствора;

2) раствор столярного клея (300 г на 1 л воды). Кость пропитывается теплым раствором несколько раз до полного насыщения. При обмакивании кости в раствор жидкость с нее должна легко стекать. Недостатком этого способа является то, что он требует много времени.

В качестве цементирующего вещества на плотных, но непористых объектах обычно используется гипс, размешивающийся в воде до консистенции жидкой сметаны.

2.7. Палеофлористический анализ

К макрофлоре относятся фрагменты растений - стволов, веток; отпечатки листьев, побегов и др., обычно углефицированных или замещенных вторичными минералами. Макрофлору можно обнаружить в отложениях всех геологических систем, начиная с верхнего протерозоя и во всех литофациях. В морских карбонатных и терригенных отложениях типичными растительными остатками являются водоросли, в континентальных отложениях (углистых сланцах, глинах, в буром угле и торфе) встречаются преимущественно наземные растения. Последние в перемещенном состоянии нередко можно обнаружить и в породах морского генезиса, вплоть до глубоководных фаций. В грубозернистых песчаниках, вулканических туфах и лавах растений обычно не сохраняются: они также редко встречаются в каменном угле.

В разрезах растительные остатки встречаются чаще всего только в определенных слоях, иногда очень тонких. В этом случае стебли и листья видны в разрезах в виде тонких углистых полосок. Пласт можно легко расколоть по этим полоскам и получить хорошие образцы. Но в некоторых случаях, чтобы получить большие плиты с отпечатками, необходимо снять кровлю пласта и вскрыть часть его поверхности. Отбирать необходимо наиболее полные фрагменты листьев и побегов, а от крупных окаменелостей, таких как стволы и пни деревьев, берутся отдельные куски с указанием соответствующей части образца (низ, верх, середина) для изготовления ориентированного аншлифа. Отпечатки растений важно тщательно упаковывать, т. к. они могут легко повреждаться.

К палеофлористическому анализу относится и изучение карпологического материала - плодов и семян растений, которые благодаря стойкости твердой органической оболочки, хорошо сохраняются в ископаемом состоянии. Находки плодов и семян особенно часты в четвертичных и неогеновых отложениях. Для их извлечения наиболее благоприятны рыхлые или слабосцементированные породы, такие как глины, суглинки и пески; довольно часто плоды и семена встречаются в торфе и бурых углях. Обычно в пробе содержатся многочисленные мелкие остатки, которые можно отобрать только под биноклем. Поэтому необходимо взять пробу осадка довольно большого объема (1 — 2 кг) для последующей обработки в камеральных условиях.

3. Методики первичной пробоподготовки, использующиеся при проведении ГК-200 и ГК-1000

Главная задача пробоподготовки – получение лабораторной пробы, состав которой соответствует среднему составу начальной пробы, а масса достаточна для выполнения всех запланированных аналитических исследований.

Схема пробоподготовки включает операции: дробление, контрольное грохочение, сокращение, истирание, рандомизация. Техническое задание (ТЗ) для процедуры пробоприготовления предоставляется заказчиком. В ТЗ указываются все основные операции, а также требования по хранению остатков, дубликатов, формированию партий проб для передачи в лаборатории и т.д. Работы по пробоподготовке выполняются в лаборатории в соответствии с ОСТ 41-08-249-85. Главное требование к технологии обработки материала - применение схемы пробоподготовки с минимальным количеством оборудования и операций [Руководство..., 2017].

Этапы пробоподготовки	Примечание
разборка проб по типам пород и руд перед сдачей в лабораторию	Пробы: рудные, мономинеральные, углеродистые, карбонатные, любые горные породы, кроме перечисленных, каждый из типов сопровождается ведомостью (реестром).
первичное просушивание	Пробы горных пород имеют естественную влажность. Предварительное просушивание материала необходимо для улучшения сыпучести, для исключения налипания на щёки в зоне дробления, что предохраняет от заклинивания дробилки. Температурный режим поддерживается в диапазоне 35 – 38°С (ГОСТ Р ИСО 11464-2011). Пробы, в которых будет определяться содержание ртути, должны просушиваться по соответствующим инструкциям, а при истирании не допускается перегревание материала проб.
дробление	при необходимости перед дроблением проводится вспомогательное грохочение/просеивание. После каждого цикла дробления производится контрольное грохочение/просеивание, остаток додрабливается до нужного размера зёрен. Затем весь измельченный материал объединяется.
сокращение (квартование) проб	Вследствие неоднородности распределения компонентов в крупных и мелких фракциях, перед сокращением проб производится их перемешивание, которое лучше всего проводить в специальных смесителях.
отбор дубликатов и проб на минералогический анализ и выделение монофракции	для проведения минералогического анализа протоколов, отбирают 100 г материала; для выделения акцессорных минералов, отбирается 1 кг.
истирание (до крупности 200меш, 0,074мм)	производится для химического, спектрального и рентгеноспектрального анализа проб
окончательная проверка соответствия описи и этикеток	

Техника обработки проб. Процессы пробоподготовки могут быть выполнены механическим или ручным способом в зависимости от условий производства и места работ (полевые или лабораторные условия) и имеющихся при этом возможностей. Дробление и измельчение может быть ручным и механическим. Ручное дробление и измельчение проб может применяться в полевых условиях [Альбов М.Н., 1975] при относительно небольшом объеме работ и в отсутствии установок для механического измельчения. Для ручного истирания проб небольшого веса применяются металлические (только для мягких пород), фарфоровые и яшмовые ступки различных размеров.

Механическое дробление проб производят в лабораторных условиях с помощью дробильных машин различной мощности. Ниже рассмотрены этапы дробления проб, проводимые в ЦЛ ВСЕГЕИ [Руководство..., 2017].

Крупнокусовой материал дробится сначала на большой дробильной машине ВВ 300 (Мощность 3000 Вт. Максимальный размер кусков подаваемого материала – 90-100 мм). Твёрдые породы дробятся до крупности 10 – 50 мм, сланцы и рыхлые отложения дробятся до 10 – 20 мм. То есть степень измельчения на этом типе дробилок колеблется в пределах 2-10. Установка более узкой щели на этой стадии малоэффективно, так как приводит к излишней нагрузке на поверхность щёк и повышению износа материала щёк, который в виде стружки останется в обрабатываемой пробе. Чем твёрже горная порода, тем значительнее механическое (абразивное) воздействие кусков пробы на рабочие поверхности щёк и боковых пластин (броней) дробильной камеры. При дроблении прочных пород развиваемого дробящего усилия может оказаться недостаточно для достижения требуемой степени измельчения за один проход. Дробление при этом необходимо осуществлять в несколько стадий с промежуточным грохочением. При этом размер ячеек сита определяется схемой пробоподготовки.

Грохочение или просеивание представляет собой процесс разделения измельченной пробы на классы по крупности частиц. Грохочение после каждого цикла дробления снижает нагрузку на дробильную машину и исключает переизмельчение материала и, следовательно, сохраняет тонкую фракцию, которая состоит, в основном, из легкоизмельчаемых минералов. Контрольное грохочение исключает попадание в материал частиц крупнее заданного размера. Для небольших по весу проб вместо грохотов применяют комплекты круглых сит, вставляемых одно в другое в виде колонки.

После проведения операций дробления пробу необходимо хорошо смешивать для того, чтобы она стала равномерной по содержанию металла. Эта операция особенно необходима для пород и руд, состоящих из минералов с резким различием в плотности и с неодинаковым отношением к измельчению. Таковы, например, кварц-сульфидные руды.

Перемешивание производится механическими смесителями или шаровыми мельницами без шаров. Перемешивание в этих смесителях выполняется в плотно закрытых ёмкостях, что исключает потери лёгкой фракции. Ручное перемешивание выполняется методом кольца и конуса с неоднократным образованием и разворачиванием конуса материала проб в кольцо.

Сокращение – это стадия, при которой от раздробленной исходной пробы сначала отбираются промежуточные пробы, а затем отбирается средняя лабораторная проба. По своему составу, распределению и содержанию определяемых компонентов лабораторная проба должна соответствовать среднему содержанию определяемых компонентов в исходном материале. В зависимости от крупности зерна и массы материала пробы сокращаются следующим образом:

Для проб с небольшой массой (не более 1 – 1.5 кг) рационально применять желобчатый делитель. Для качественного сохранения представительности сокращённой части исходной пробы учитывается количественное соотношение начальной массы материала с максимальным размером зёрен в сокращаемом материале. Они связаны следующей зависимостью:

$$G = 0,06 \times d,$$

где G -масса (кг) исходного (сокращаемого) материала, d - максимальный размер зёрен (мм) в материале, 0,06 – коэффициент.

Сокращение большеобъёмных проб выполняется с применением сократительного агрегата СА с питателем ПГ1, в котором материал делится на равнозначные части. В этом агрегате равномерная регулируемая подача материала сочетается с постоянной скоростью вращения пробосборника. Объём сокращённой пробы регулируется отсекателем со шкалой. Ручное сокращение производят методом многократного (не более 3-х при одном дроблении) квартования и объединения материала двух противоположных квадрантов для продолжения обработки по принятой схеме.

Выделенная часть пробы додрабливается на дробилке ЩД 6 до размера зёрен менее 3 мм. (Мощность 1100Вт. Размер загрузочного отверстия 60X100 мм. Размер кусков не более 50 мм). Для этого возможно придётся выполнить два-три прохода с промежуточным грохочением через сито с размером ячейки 3 мм. На этой стадии чрезмерное переизмельчение нежелательно, так как возможны потери лёгкой фракции. Производительность и окончательная крупность зерна зависят в основном от режима дробления, твёрдости материала. Дробление партии проб выполняется строго по порядку, указанному в прилагаемом реестре (описи). В заключении раздробленный материал

обязательно перемешивается вручную в лотке и методом вычёрпывания отбирается лабораторная проба.

В некоторые схемы пробоподготовки включается валковая дробилка типа ДВГ 200х125. Она является производительным инструментом для измельчения хрупких горных пород. Принцип действия валковой дробилки основан на одновременном сжатии и сдвиге материала между валками, которые совершают встречное вращение с разной скоростью.

Остаток дроблёной пробы упаковывается в новый полиэтиленовый мешок, маркируется, хранится для передачи заказчику. Лабораторная проба высыпается в пакет с защёлкой ГРИППЕР. Подготовленная партия лабораторных проб перемещается на следующую процедуру – истирание, если это предусмотрено схемой пробоподготовки.

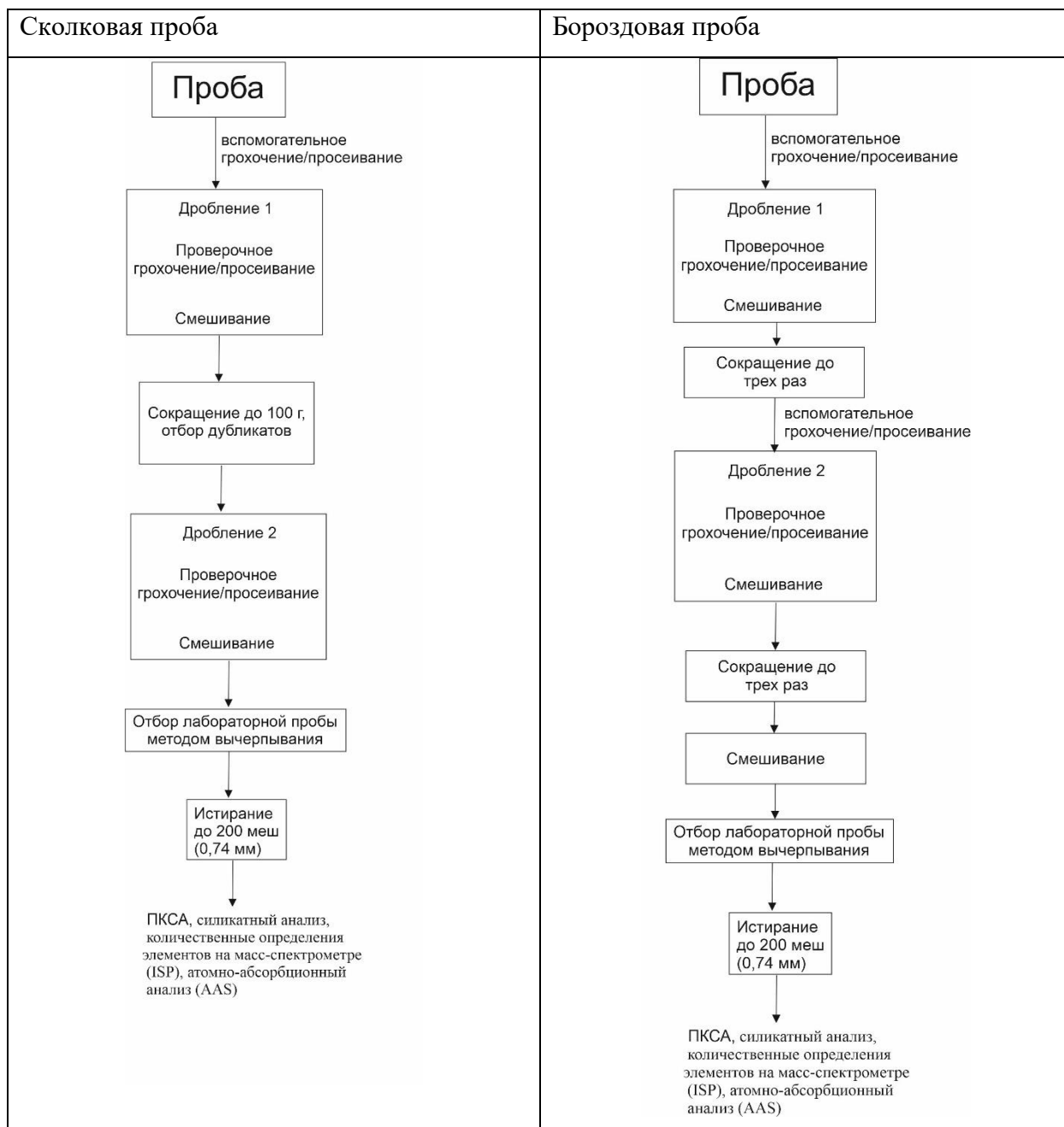
При тонком истищении важным является исключение факторов, изменяющих состав и свойства пробы: внесение внешних загрязнений в пробу; потери компонентов; изменение химического и фазового состава пробы в процессе обработки, например, из-за перегрева материала между дисками. Основным нормативным документом, который устанавливает требования является "ОСТ 41-08-249-85. Управление качеством аналитической работы. Подготовка проб и организация выполнения количественного анализа в лабораториях Мингео". Согласно этому документу масса частиц крупностью 71 мкм должна составлять не менее 85% от общей массы подготовленной пробы.

Пробоподготовка для различных видов аналитических исследований

Схема первичной подготовки проб горных пород для проведения различных видов аналитических исследований включает выше перечисленные операции. Различия в этих операциях зависят от конечной цели исследования и характеристики пород.

Для выполнения подготовки проб, в которых золото, серебро и элементы платиновой группы находятся в форме самородных металлов, следует пользоваться специальными руководствами.

Для определения валового состава породы, в том числе и содержания в породе полезных компонентов отбираются пробы различного объема: от сколовых (около 300 г) до бороздовых (10 кг и более). Различия в пробоподготовке для проведения химического, спектрального и рентгеноспектрального анализа этих проб заключаются в количестве сокращений пробы после дробления (Табл. ____). Крупнообъемные пробы сокращаются несколько раз после каждого этапа дробления. Сокращение производится, как правило, с применением сократительного агрегата.



После дробления производится квартование материала весом около 100 грамм с дальнейшим его истиранием до крупности 200 меш.

В результате пробоподготовки геологической пробы должны быть получены:

- дубликат геологической пробы (крупность материала и масса устанавливаются геологическим подразделением), который хранится в соответствии с положением, действующим в организации, проводящей работы;
- аналитическая проба (крупность материала определяется требованиями планируемого к использованию метода анализа, масса должна составлять не менее 10-кратного значения минимальной представительной навески, определенной методикой анализа).

Для выделения минералов породы осуществляется расситовка материала после стадии дробления. Проба при этом дробится целиком без сокращения. Для выделения породообразующих минералов крупно- и среднезернистых пород (размер зерна более 0,5 мм) используется фракция 0,2-0,3 мм, для мелкозернистых – 0,05-0,1 мм. Для выделения акцессорных минералов (цирконы, бадделеиты и др.) используется фракция 0,05-0,2 мм.

Для реализации классических изохронных методов (Rb-Sr, Sm-Nd, Re-Os) используются нерастертые монофракции минералов породы с навеской не менее 1 грамм (менее – по согласованию с ЦИИ). Для анализа стабильных изотопов C, O, S в карбонатах, графите и сульфидах – монофракции навеской не менее 100 мг.

Для изотопного анализа благородных газов (He, Ar) – навески монофракций минералов 4-6 грамм, крупностью не менее 0,3 мм.

Выделение зерен циркона и бадделеита осуществляется из тяжелой фракции крупностью 0,05 – 0,2 мм. Количество зерен для реализации локальных методов (SHRIMP, LA-ICP-MS) – не менее десяти единичных зерен, при условии, что они принадлежат одной генерации. Учитывая локальность анализа для U-Pb датирования SHRIMP необходимы кристаллы с размером индивидуальных зон различных генераций не менее 30 микрон, для U-Pb, Lu-Hf с помощью LA-ICP-MS – не менее 100 микрон.

Для реализации Ar-Ar метода (в ЦИИ не используется) необходимы монофракции слюд или калиевых полевых шпатов около 100 мг.

Обработка литохимических проб производится в соответствии с единой технологической схемой [Инструкция по геохимическим ..., 1983], определяющей состав работ по обработке литохимических проб.

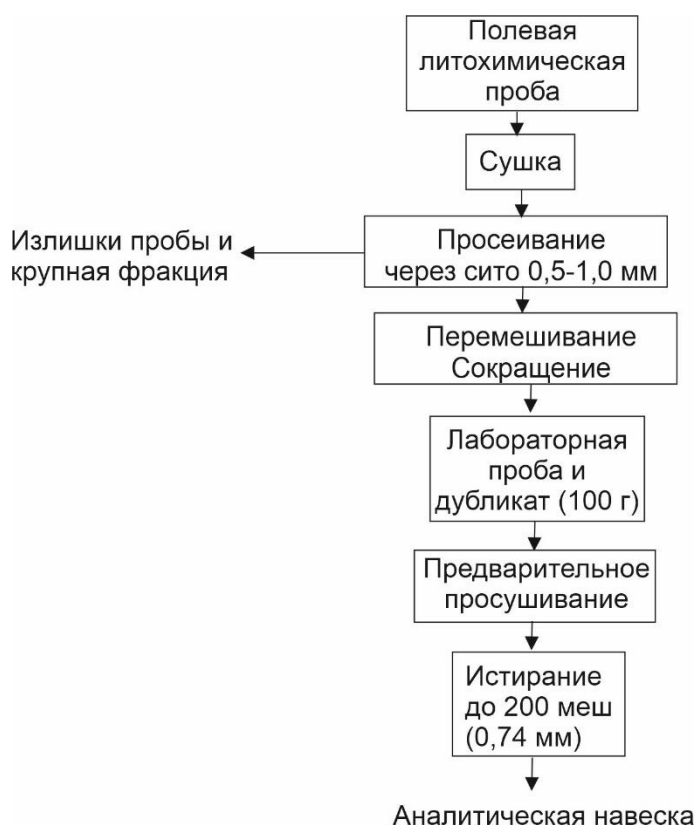


Рис. 14. Схема обработки литохимической пробы по [Инструкция по геохимическим ..., 1983] с изменениями.

Сушка проб и просеивание их через сито рекомендуется осуществлять в полевых условиях и расфасовывать пробы по конвертам из плотной крафт-бумаги.

Методы изучения палеонтологического материала

Прежде чем определить таксономическую принадлежность и возраст палеонтологических объектов как правило необходима лабораторная обработка отобранных в полевых условиях проб. Разные группы фоссилий требуют разных лабораторных методов обработки породы:

1. Микрофоссилии фосфатного и кремневого состава (*конодонты, радиолярии, чешуи бесчелюстных и рыб, склериты, спикулы губок*) выделяют из вмещающей карбонатной, кремнистой, или терригенной породы с карбонатным цементом кислотами (уксусной, муравьиной, плавиковой). Сходные лабораторные методики с применением кислот используются и для извлечения из карбонатных пород относительно крупных микрофоссилий с карбонатным и хитиновым скелетом (*остракоды, остатки иглокожих, хитинозои*). Для последующего выделения фосфатных конодонтов и остатков позвоночных из полученного после растворения проб осадка часто используются тяжелые жидкости. Фоссилии с карбонатным цементом и хитинозои отбираются из проб вручную под биноклем. Выделенные микрофоссилии фотографируют при помощи электронного

микроскопа; реже для изображения палеонтологических объектов используются оптический микроскоп.

2. Органостенные микрофоссилии (*акритархи, споры и пыльца, динофлагеллаты*) требуют более сложных методов обработки проб, включающие полное растворение карбонатной или терригенной породы, а также распыленной в ней органики азотной и соляными кислотами, обогащение в тяжелых жидкостях и центрифугирование осадков. Сходные способы лабораторной обработки используются и для выделения микрофоссилий с кремнистым скелетом - диатомовых водорослей. Изучают и фотографируют органостенные микрофоссилии, как правило, с помощью оптического микроскопа, а микрофоссилии с кремнистым скелетом - с помощью электронного микроскопа.

3. Микрофоссилии небольшого размера с карбонатным скелетом (*фораминиферы, известковые микрофоссилии*) извлекают из терригенных и терригенно-карбонатных пород путем ее дробления и последующего разделения осадка на фракции отмучиванием или декантацией. Фоссилии, линейные размеры которых не превышают 10 мкм изучают с использованием электронного микроскопа. В твёрдых карбонатных породах, разрыхление которых невозможно, эти группы микрофоссилий изучают в шлифах.

4. Для изучения большинства групп макрофоссилий (*трилобиты, брахиоподы, граптолиты, аммониты, двустворчатые моллюски*) требуется предварительная препарирование образца с очищением поверхности ископаемых организмов. Для изучения многих макрофоссилий (*известковые водоросли, археоциаты, кораллы, мшанки*) требуется изготовление многочисленных и крупных «палеонтологических» шлифов.

4. Обзор основных видов аналитических исследований, применяемых для решения задач ГДП-200 (ГК-1000/3)

Выбор наиболее подходящего аналитического метода является ключом к получению надежных и объективных результатов. Для этого необходимо учитывать возможности и ограничения проводимых лабораторных исследований. Методы исследования прописываются в техническом (геологическом) задании на стадии планирования полевых работ. Ниже приведены наиболее часто используемые методы химического анализа состава пород, применительно к задачам средне- и мелкомасштабного геологического картирования.

Приближенно-количественный эмиссионный спектральный анализ (ПКЭСА) эффективен как предварительный аналитический метод для выбора оптимального количественного метода анализа. Главная особенность ПКЭСА – возможность экспрессного определения более 40 химических элементов одновременно при невысокой стоимости анализа. Точность метода – V категория (по ОСТ 41-08-212-82). Как правило, ПКЭСА применяется для полуколичественного определения содержаний химических элементов и порообразующих оксидов в сколовых, штучных и литохимических пробах.

Существует два варианта метода, которые отличаются способом введения материала пробы в дуговой разряд: испарение из канала угольного электрода и просыпка порошка пробы. Первый предпочтителен для определения «труднолетучих» элементов: Zr, Hf, Nb, Ta, Be, PЗЭ, U, Th, а также при малом количестве материала пробы. Второй вариант отличается более низкими пределами обнаружения «легколетучих» элементов: Ag, As, Cu, Cd, Bi, Ge, In, Pb, Sb, Te, Tl, Zn, а также более высокой воспроизводимостью результатов. Минимальные аналитические навески составляют 30 мг для варианта испарения из канала электрода и 400 мг для варианта просыпки.

Рентгеноспектральный силикатный анализ является одним из главных методов анализа горных пород и руд на основные порообразующие оксиды, Ba, Cr, V. Возможно определение Bi, Br, Cs, Hf, Nb, Mo, Rb, Sr, Th, Pb, U, Y, Zr с пределом обнаружения 2 ppm, Co, Cu, Ni, Se, Ta, Te, Zn с пределом обнаружения 3 ppm и As – 5 ppm. Необходимая навеска пробы составляет 30 г. Для раздельного определения Fe₂O₃ и FeO используется титриметрический метод, для чего требуется дополнительная навеска не менее 1 г. Категория точности метода III.

Кулонометрические методы.

Используются для определения *серы и углерода* в образцах различного состава. В анализаторах применен метод автоматического титрования по показателю

электропроводности раствора. В геологии метод используется для анализа горных пород, почв различного состава на содержание общей серы, а также общего, карбонатного и органического углерода.

Инфракрасная спектрометрия используется для одновременного определения общей серы и общего углерода, а также углерода органического и предназначен для различных видов руд, горных пород и почв. Способ разложения проб основан на обжиге пробы в печи сопротивления в атмосфере кислорода или аргона. В результате сгорания сера и углерод, содержащиеся в образце, переходят в CO_2 и SO_2 соответственно. Выделившиеся газы попадают в ячейки, где происходит измерение их абсорбции в инфракрасной области спектра. Величина абсорбции, измеренная в ячейках, прямо пропорциональна содержанию серы и углерода соответственно.

Ионометрические методы основаны на использовании в анализе ионселективных электродов, для определения, в основном, анионов: F^- , Cl^- , NO_3^- , SO_4^- и др., а также катионов NH_4^+ , K^+ , Ca^+ и т.д. в природных водах. Для исследования твердых проб на содержание F^- , Cl^- проводят их предварительную обработку (пирогидролиз) с целью перевода анализируемых элементов в раствор.

Область применения метода включает лишь те элементы, которые присутствуют в растворах в виде устойчивых ионов (катионов или анионов) и для которых имеется возможность подобрать ионселективный электрод.

Основные физико-химические методы анализа

К основным физико-химическим методам, используемым в ЦЛ, относятся: атомно-эмиссионная спектрометрия и масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС и ИСП-МС), а также атомно-абсорбционная спектрометрия (ААС). Объектами анализа являются порошкообразные образцы горных пород, руд, почв, донных отложений, а также пробы воды (питьевой, природной, сточной). Такие образцы перед проведением анализа требуют перевода их в раствор. Способ разложения проб в каждом конкретном случае согласовывается с аналитиком (лабораторией) в зависимости от спектра определяемых элементов. Применяются следующие приемы разложения пробы:

- сплавление и последующее растворение сплава;
- «полное» разложение пробы смесью концентрированных кислот и окислителей;
- разложение проб «царской водкой».

Необходимые навески проб для спектрометрических методов составляют 50 г, для определения Au и МПГ методом ААС – 100 г.

Атомно-абсорбционный анализ (ААС). Метод элементного анализа, в основе которого лежит явление избирательного поглощения (абсорбции) электромагнитного

излучения атомами отдельных элементов. Единоновременно анализируется один химический элемент. В современных атомно-абсорбционных спектрометрах реализованы наилучшие способы коррекции фонового поглощения. Для диссоциации молекул пробы на свободные атомы используются:

- пламенная атомно-абсорбционная спектрометрия (ААС) для определения высоких концентраций элементов;
- атомно-абсорбционный непламенный метод (метод «холодного пара») используется очень широко для определения ртути в горных породах, почвах, природных водах и других объектах окружающей среды;
- атомно-абсорбционная спектрометрия с электротермической атомизацией в графитовой кювете (ЭТААС) традиционно используется для определения золота, платины и палладия.

Атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-АЭС) – это метод измерения излучения, испускаемого элементами в пробе, помещенной в индуктивно-связанную плазму. Температура плазмы может достигать 10 000°K, что обеспечивает полную атомизацию химических элементов. Измеренные значения интенсивности эмиссии затем сравниваются со значениями интенсивности стандартов с известной концентрацией для того, чтобы получить значение концентрации элемента в неизвестной пробе.

Как и для ААС, необходимо предварительное растворение твердой пробы для перевода анализируемых элементов в раствор.

В геологии используется для определения как порообразующих компонентов, так и элементов-примесей в горных породах различного состава, рудах, почвах, природных водах, экологических объектах.

Масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС).

В рамках решения задач ГДП-200 (ГК-1000/3) при необходимости определения в одном образце сразу большого количества элементов чаще всего используется масс-спектральный метод как наиболее универсальный и чувствительный. ИСП-МС – метод многоэлементного анализа, в котором для атомизации пробы используется индуктивно-связанная плазма, а для определения элементов – разделение их ионов по массе). Обеспечивает минимальные пределы определения, что позволяет определять следовые содержания элементов-примесей.

Метод широко применяется в геологии и геохимии для решения широкого круга задач, в том числе, наиболее успешно – для определения редкоземельных и редких элементов, а также в поисковой геохимии при использовании технологии МАСФ.

Пределы обнаружения элементов на уровне 0.0002 -0.01г/т в горных породах и на два порядка ниже – в воде.

Масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой с лазерным пробоотбором (ЛА-ИСП-МС). Метод не требует перевода пробы в раствор, обладает всеми преимуществами ИСП-МС, позволяет анализировать включения диаметром 10-300 мкм на широкий круг элементов (до 70) с пределами обнаружения, характерными для масс-спектрометрии. Предназначен для локального анализа твердых проб: зерен минералов, металлов и сплавов.

Метод	Элементы	Мин. объем пробы	Аналитическая навеска
Приближённо-количественный эмиссионный спектральный анализ (ПКЭСА)	Способ просыпки предпочтителен для определения элементов с высокой упругостью пара (т.н. «труднолетучие»: Zr, Hf, Nb, Ta, Be, редкоземельные элементы, U, Th), а также в случае малого количества материала пробы	10 г	400мг
	Способом испарения из канала электрода отмечаются более низкие пределы обнаружения т.н. «легколетучих» элементов (Ag, As, Cu, Cd, Bi, Ge, Pb, Sb, Zn) и лучшая по сравнению с испарением из канала воспроизводимость результатов анализа	10 г	40 мг
Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ:	основные породообразующие оксиды (силикатный анализ; включает определение ППП). Пределы определяемых оксидов – от 0,001 до 95%	30 г	1г
Метод титриметрии	Для определения Fe ₂ O ₃ и FeO		не менее 1 г.
Атомно-абсорбционный анализ (AAS)	для определения в породах как основных компонентов, так и микропримесей, в том числе благородных металлов. Пределы обнаружения для различных элементов лежат в диапазоне 0.001 – 0.1 г/т.	50 г	0,1 – 1 г для определения благородных металлов – 10г.
Атомно-абсорбционный непламенный метод (метод «холодного пара»)	Определение ртути . Предел определения достигает 0.0005 г/т.	5 г	1г.
Кулонометрические методы.	Определение серы и углерода . с пределами определения: сера – 0.005%, углерод – 0.03%.	5 – 10 г	0.01 – 2 г (в зависимости от концентрации элемента)
Инфракрасная спектроскопия	Используется для одновременного определения общей серы и общего углерода, а также углерода органического. Пределы определения: сера – 0.0005%, углерод – 0.005%.	5 – 10 г	0.01 – 2 г (в зависимости от концентрации элемента)

Ионометрические методы	Для определения, в основном, анионов: F^- , Cl^- , NO_3^- , SO_4^- и др., а также катионов NH_4^+ , K^+ , Ca^+ и т.д. в природных водах. Пределы определения: F^- - 0.003%, Cl^- - 0.005%.	5 – 10 г	Навеска пробы – 0,5г.
Определение химических элементов на масс-спектрометре с индуктивно-связанной плазмой (ICP-MS, ИСП-МС)	Чаще всего используется для определения редкоземельных и редких элементов. Пределы определения на уровне 0.0002 -0.01г/г; для благородных металлов (Au, Pt, Pd, Rh, Ru, Ir) предел определения 0,002 г/г.	50 г	0,05 – 0,1г, для определения благородных металлов – 10г.
Определение химических элементов на оптическом эмиссионном спектрометре с индуктивно-связанной плазмой (ICP-OES, ИСП-АЭС)	используется для определения как породообразующих компонентов, так и элементов-примесей в горных породах различного состава, рудах, почвах, природных водах, экологических объектах. Пределы определения – 0.01 – 0.01%.	50 г	0.1 – 1г
Масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой (ICP-MS) с лазерным пробоотбором	Позволяет анализировать включения порядка 10-300 мкм в диаметре на широкий круг элементов (до 70) с пределами определения, характерными для масс-спектрометрии.		

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Альбов М.Н. Опробование месторождений полезных ископаемых Издание 5 Недра, Москва, 1975. – 232 с.
2. Абрамович И.И., Березкина Л.И., Будько В.М., Бурдэ А.И., Бурков Ю.К., Васильева В.И., Высоцкая Г.В., Гальперов Г.В., Гендлер В.Е., Доливо-Добровольский А.В., Кумпан А.С. Методическое руководство по геологической съемке масштаба 1:50000. Т. 2. /А. С. Кумпана. Л. – Недра, Москва, 1974. – 519 с.
3. Бакулина Л. П. Шлиховое опробование и анализ шлиховых проб. Учебное пособие. Ухта, УГТУ, 2014
4. Баландина Н.П., Захарова М.Л. Методика современного приближенно-количественного эмиссионного спектрального анализа геологических объектов. Заводская лаборатория. Диагностика материалов. Т.81. №1-2. 2015 г. 29-35 с.
5. Барсков И. С. Конодонты в современной геологии // Итоги науки и техники: Общая геология. 1985. Т. 19.
6. Белякова Е.Е., Бордон В.Е., Бураков М.И., Дортман Н.Б., Духовский А.А., Казицын Ю.В., Кочурова Р.Н., Немцович В.М., Николаев В.Ф., Перекалина Т.В., Полевая Н.И., Рудник В.А., Саминина И.А. Методические указания по геологической съемке масштаба 1:50 000. Выпуск 3. Геологическая съемка интрузивных образований. / Кумпан А.С – Недра, Ленинград, 1972. – 320с.
7. Беренштейн Л.Е., Гречишникова Г.Н., Масалович Н.С., Тайчикова Л.И. СТ 41-08-214-04. Стандарт отрасли. Управление качеством аналитических работ. Внутренний лабораторный контроль точности (правильности и прецизионности) результатов количественного химического анализа. – ВИМС, Москва, 2004.
8. Бурдэ А.И., Васильева В.И., Ветров А.Г., Вознесенский В.Д., Волостных Г.Т., Ганешин Г.С., Донских В.В., Зелепугин В.Н., Колотов Б.А., Кочегура В.В., Крицук И.Н., Кронидов И.И., Кумпан А.С., Кутейников Е.С., Лавров В.В., Литвак М.И., Николаев В.Ф., Олейников А.Н., Питулько В.М., Рыбаков М.Б., Самынина И.А., Старченко В.В., Томский И.В., Черноморский М.А. Полевая геология. Книга 1/ Под ред. В. В. Лаврова, А. С. Кумпана. – Л., Недра, 1989. – Кн. 1: 400
9. Вассоевич Н. Б. Справочник по литологии. / Вассоевича, Н. Б. Либровича В. Л., Логвиненко Н. В., Марченко В. И. – М.: Недра, 1983. – 509 с.
10. Временные требования к организации, проведению и конечным результатам геологосъемочных работ, завершающихся созданием госгеолкарты – 200 (второе издание). МПР РФ. М, 1999. 160 с.
11. Григорян С.В., Кузин М.Ф., Соловов А.П. Инструкция по геохимическим методам поисков рудных месторождений. / Овчинников Л.Н. – Недра, Москва, 1983. 191 с.
12. Гусев Г.С., Гладких В. С., Русся (Федеративон); Геологическое картирование вулcano -плутонических поясов Роскомнедра, 1994. – 298 с.
13. Гордиенко В.В., Михайлов В.В. Простейшие лабораторные методы выделения мономинеральных фракций. Учебно-методическое пособие. – Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, 2012. – 48 стр
14. Диатомовые водоросли СССР. Ископаемые и современные. Том I Наука, Ленинград, 1974 г., 403 стр.
15. Зональная стратиграфия фанерозоя России // ФГБУ «ВСЕГЕИ», Санкт-Петербург, 2006 г., 256 стр.
16. Карпов Ю.А. Савостин А.П. Методы пробоотбора и пробоподготовки. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2003. – 143 с.

17. Красулин В.С. Справочник техника-геолога. Издание 2 – Недра, Москва, 1974. – 384 с.
18. Криштофович А. Н. История палеоботаники в СССР. М., Изд-во АН СССР, 1956,
19. Криштофович А. Н. Палеоботаника. Л., Гостоптехиздат, 1957.
20. Кузнецов В. Ю. Радиохронология четвертичных отложений. СПб: Комильфо, 2008. 312 с.
21. Микропалеонтология: Учебник/Н. И. Маслакова, Т.Н. Горбачик и др. — М.; Изд-во МГУ, 1995 — 256 с.: ил.
22. Михайлова А., Бондаренко О. Б., Обручева О. П. Общая палеонтология. М.: Изд-во МГУ. 1989.383 с.
23. Назаров Б.Б., Ормистон А.Р. Биостратиграфический потенциал радиолярий палеозоя // Радиолярии в биостратиграфии. Свердловск: УрО АН СССР, 1990. С. 3–25.
24. Наумов М. В., Кухаренко Е. А., Костин А. Е., Ремизов Д. Н. Практическая петрология: методические рекомендации по изучению магматических образований применительно к задачам госгеолкарт. / Шарпенюк Л. Н. – СПб: ВСЕГЕИ, 2017. – 168 с.
25. Неуструева И. Ю., Сеница С. М., Ханд Ё., Мельникова Л. М. Позднемезозойские и палеогеновые остракоды Издательство: "Наука", 2005, 152 стр
26. Очев В. Г., Янин Б. Т., Барсков И. С. Методическое руководство по тафономии позвоночных организмов. — М.: Изд-во Моск. ун-та, 1994. — 143 с.
27. Панин А. В. Методы палеогеографических исследований: четвертичная геохронология. Учебное пособие. – М.: Географический факультет МГУ, 2014. – 116 с.
28. Плякин, А.М. Опробование твёрдых полезных ископаемых: метод. указания. – Ухта: УГТУ, 2009. – 23 с.
29. Пожиленко В.И. Геологическое картирование с основами структурной геологии Учебное пособие. – Мурманск, 2008. – 243 с.
30. Практическое руководство по микрофауне СССР. Справочник / Ред. Соколов Б. С. Л.: Недра. 9-ти томах. Т.1 Известковый науплиан. 1987. 239 с.; Т. 2 Радиолярии палеозоя. 1988. 230 с.; Т.3 Остракоды кайнозоя. 1989.234 с.; Т. 4 Остракоды палеозоя. 1990.353 с.; Т. 5 Фораминиферы мезозоя. 1991. 373 с.; Т. 6 Радиолярии мезозоя. 1999.270 с.; Т. 7 Остракоды мезозоя. 1999. 243 с.; Т. 9 Козлова Г. Э. Радиолярии палеогена бореальной области России. 1999. 323 с.
31. Руководство по подготовке проб к химико-аналитическим исследованиям в центральной лаборатории ВСЕГЕИ, 2017
32. Сергеев С.А., Лохов К.И., Сергеев Д.С. Обзор современных методов изотопной геохронологии (составная часть Геохронологического Атласа) – Санкт-Петербург 2015
33. Сергеев С.А., Лохов К.И., Сергеев Д.С. Рекомендации по отбору и подготовке образцов для геохронологических исследований различными методами (составная часть Геохронологического Атласа) – Санкт-Петербург 2015
34. Хорин Г.И., Бельчанская Л.Н., Бородин В.П., Матвеев А.А., Миляев С.А., Морозов В.И., Николаев Ю.Н., Ивлеев Р.Р., Красников А.Н. Методические рекомендации по литохимическим методам поисков рудных месторождений по вторичным ореолам рассеяния. – ИМГРЭ Москва, 1993 – 192 с.
35. Чичагова О. А. Радиоуглеродное датирование гумуса почв. М.: Наука, 1985. 158 с.

36. Электронный справочник-определитель руководящих ископаемых России.
ВСЕГЕИ (Отв. редактор И.Я. Гогин).
37. Янин Б. Т., Барсков И. С. Методика и техника палеонтологических исследований:
Учебное пособие. ч.1, 1997.
38. Янин Б. Т., Барсков И. С. Пособие по технике палеонтологических исследований.
— Геос М, 2017. — 215 с
39. Plankton Stratigraphy. 1985. H. M. Bolli, J. B. Saunders & K. Perch-Nielsen (eds.)
Cambridge, London, New York, New Rochelle, Melbourne, Sydney: Cambridge
University 1032 pp.