

ИММЕРСИОННЫЙ МЕТОД МИНЕРАЛОГИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Цель работы: исследование оптических свойств минералов иммерсионным методом.

Материалы и оборудование: поляризационный микроскоп, иммерсионные жидкости, минералы, микроскопические препараты, агатовая ступка, спиртовка, минералогическая игла.

1. Общие сведения

Иммерсионный метод представляет собой микроскопический метод исследования мелкозернистых кристаллических веществ, погруженных в иммерсионные среды с известными показателями преломления. Название происходит от латинского слова *immersio*, что означает погружение.

Метод основан на том, что при погружении зерен минералов в иммерсионную жидкость вследствие разницы показателей преломления на их границе образуется световая полоска, называемая полоской Беке. Появление ее объясняется следующим образом.

Представим себе, что исследуемое зерно с показателем преломления n_1 погружено в иммерсионную жидкость с показателем преломления n_2 , причем $n_1 > n_2$. Пусть снизу на такой препарат падает параллельный световой пучок, направленный вдоль оси микроскопа. Лучи освещающего пучка, падающие на плоскопараллельные участки препарата и помеченные цифрами 1 и 3, идут через эти участки, не меняя направления (прямой свет). Лучи того же пучка (например, луч 2), прошедшие через границу раздела двух сред, в результате преломления отклоняются от первоначального направления и выходят из препарата под некоторым углом к оптической оси микроскопа. Если микроскоп сфокусирован на препарат (рис. 24, а), то в плоскости изображения препарата, совпадающей в данном случае с фокальной плоскостью окуляра, наблюдают равномерное распределение света.

Если же изменить положение рассматриваемого препарата по отношению к плоскости установки, т.е. поднять или опустить столик или тубус микроскопа (рис. 24, б, в), то в обоих случаях лучи, отклоненные краем кристаллического зерна, пересекут фокальную плоскость окуляра на участках, освещаемых прямым светом. Взаимодействие прямого и отклоненного луча вызывает усиление яркости света на данных участках, что и выражается в появлении в изображении препарата, вблизи границы раздела двух сред, полоски Бекке (рис. 25).

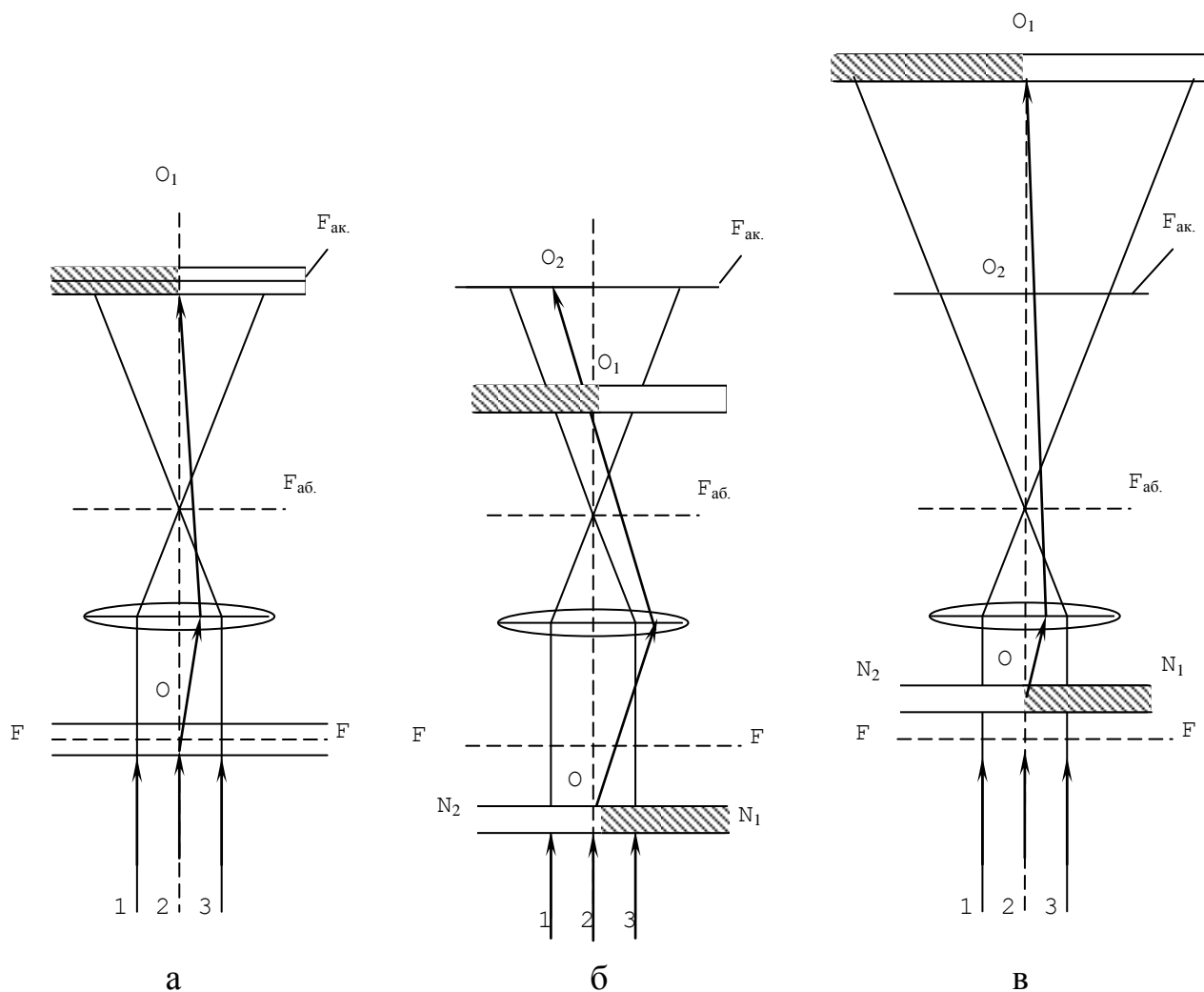


Рис. 24. Схема образования полоски Бекке при фокусировке микроскопа
 а – ход лучей при наведении на фокус; б – при опускании столика (поднятии тубуса) микроскопа; в – при поднятии столика (опускании тубуса) микроскопа; $F_{об.}$ – задняя фокальная плоскость объектива; $F_{ок}$ – фокальная плоскость окуляра; 1, 3 – лучи, прошедшие без преломления; 2 – преломленные лучи.

При поднятии тубуса микроскопа полоска смещается в сторону более высокопреломляющей среды, а при опускании – в противоположную сторону. Таким образом, если показатель преломления минерала меньше показателя преломления иммерсионной жидкости, то при поднятии тубуса микроскопа полоска Бекке будет смещаться в сторону последней (рис. 25, 1), и напротив, при более высоком показателе преломления минерала полоска будет смещаться в сторону минерала, образуя тонкую светлую каемку в минерале вдоль его границы. При равенстве показателей преломления двух сред полоска Бекке исчезает, так как в этом случае не происходит преломления света на границе двух сред.



Рис. 25. Схема возникновения полосы Бекке

- 1 – показатель преломления кристалла меньше, чем среды;
 2 – показатель преломления кристалла больше, чем среды.

Иммерсионные жидкости. Для определения показателей преломления иммерсионным методом служат эталонные жидкости и твердые среды (сплавы) с различными показателями преломления. Стандартный набор иммерсионных жидкостей, выпускаемых Львовским заводом химических реактивов, состоит из 98 жидкостей с показателями от 1,408 до 1,780 (табл. 7). Значения показателей преломления жидкостей набора даны для света с длиной волны 589 нм (спектральная линия D паров натрия) при температуре 20°C. Показатели, определенные в этих условиях, обозначаются символом N_D^{20} . Практически используется интервал спектра, близкий по длине к 589 нм (область желтого цвета).

Иммерсионные жидкости должны отвечать следующим требованиям:

- 1) не вступать в химическую реакцию с исследуемым веществом и не растворять его;
- 2) быть устойчивыми, т.е. не разлагаться на свету, в воздухе и т.д. и не менять показатель преломления при хранении;
- 3) не изменять значительно показатель преломления при изменении температуры;
- 4) легко смешиваться друг с другом во избежание образования остаточных оболочек вокруг зерен при смене жидкости;
- 5) должны быть бесцветными или слабо окрашенными;
- 6) по возможности быть безвредными;
- 7) не должны быть летучими;
- 8) в составе смесей должны обладать близкими скоростями испарения.

Иммерсионные жидкости стандартного набора приготавливаются из нескольких исходных путем смешивания их в различных пропорциях. В качестве исходных жидкостей для составления смесей используются изоамиловый спирт ($N_D = 1,408$), легкие погоны нефти и фракция керосина с температурой кипения 220–240° (N_D от 1,408 до 1,460), б-хлорнафталин ($N_D = 1,633$), йодистый метилен ($N_D = 1,737$), насыщенный раствор серы в йодистом метиле ($N_D = 1,780$).

Таблица 7

Показатели преломления (N_D) иммерсионных жидкостей при 20 °С

№№	N_D	№№	N_D	№№	N_D
1	1,408	34	1,528	67	1,630
2	1,412	35	1,531	68	1,630
3	1,416	36	1,534	69	1,633
4	1,420	37	1,537	70	1,638
5	1,425	38	1,540	71	1,642
6	1,430	39	1,543	72	1,646
7	1,435	40	1,546	73	1,650
8	1,440	41	1,549	74	1,654
9	1,445	42	1,522	75	1,658
10	1,450	43	1,555	76	1,662
11	1,455	44	1,558	77	1,666
12	1,460	45	1,561	78	1,670
13	1,464	46	1,564	79	1,674
14	1,469	47	1,567	80	1,678
15	1,471	48	1,570	81	1,682
16	1,474	49	1,573	82	1,686
17	1,477	50	1,576	83	1,690
18	1,480	51	1,579	84	1,694
19	1,483	52	1,583	85	1,698
20	1,486	53	1,585	86	1,702
21	1,489	54	1,588	87	1,706
22	1,492	55	1,591	88	1,710
23	1,495	56	1,594	89	1,714
24	1,498	57	1,597	90	1,718
25	1,501	58	1,600	91	1,722
26	1,504	59	1,603	92	1,726
27	1,507	60	1,606	93	1,730
28	1,510	61	1,612	94	1,734
29	1,513	62	1,615	95	1,737
30	1,516	63	1,618	96	1,754
31	1,519	64	1,621	97	1,767
32	1,522	65	1,624	98	1,780
33	1,525	66	1,627		
Определение показателей преломления жидкостей №№ 1–85 производится с точностью $\pm 0,001$, №№ 86–98 – с точностью $\pm 0,002$					
Температурная поправка на 1 °С для жидкостей №№ 1–52 = 0,0004 – « – « – « – №№ 53–84 = 0,0005 – « – « – « – №№ 85–98 = 0,0006					

Примечание. №№ – номера жидкостей. С повышением температуры показатель преломления уменьшается, с понижением – увеличивается.

Жидкости иммерсионного набора, имеющие в своем составе йодистый метилен, на свету легко разлагаются и темнеют. Чтобы не допустить порчи указанных жидкостей, в них помещают металлические стружки, которые поглощают йод, выделяющийся при разложении йодистого метилена.

Жидкости иммерсионного набора должны храниться в закупоренном состоянии в специальном деревянном ящике при температурах, близких к $+20^{\circ}$, но не ниже $+10^{\circ}$. Для хранения жидкостей употребляют стеклянные флаконы со стеклянными притертыми пробками, имеющими оттянутый закругленный конец, погруженный в жидкость. При вынимании пробки на ее оттянутом конце всегда будет находиться капля иммерсионной жидкости, которая легко может быть перенесена на предметное стекло.

К набору прилагаются данные (см. табл. 7) со значениями показателей преломления N_D , определенными с точностью до $\pm 0,001$, и величиной температурных поправок.

Показатель преломления иммерсионных жидкостей может заметно изменяться в зависимости от температуры: уменьшаться с ее повышением и наоборот. В связи с этим при определении показателей преломления исследуемых минералов следует вводить температурную поправку. Температурный коэффициент (поправка) $\frac{dn}{dt} = \Delta n$ характеризует изменение показателя преломления жидкости при изменении температуры на 1° .

Показатель преломления жидкости при температуре t вычисляется по формуле: $N_D = n_D^{20} + (20^{\circ} - t^{\circ}) \cdot \Delta n$, где n_D^t – показатель преломления жидкости при температуре t° , Δn – температурная поправка, взятая по таблице; t° – температура рабочего помещения. Например, жидкость с показателем преломления при температуре 20° C $n_D^{20} = 1,615$ при $t = 30^{\circ}$ будет иметь показатель $n_D^{30} = 1,610$, а при 10° – $n_D^{10} = 1,620$.

При правильном хранении стандартного иммерсионного набора жидкости со средними значениями показателей преломления (N_D от 1,45 до 1,63) устойчивы и мало изменяются со временем. Показатели преломления низкопреломляющих жидкостей набора (N_D меньше 1,45) со временем повышаются. Наиболее неустойчивы жидкости с показателями преломления 1,64–1,73, представляющие смеси с йодистым метиленом, благодаря испарению которого со временем происходит понижение показателей преломления. Для жидкости № 98 ($N_D = 1,780$), представляющей собой насыщенный раствор серы в йодистом метилене, с понижением температуры показатель уменьшается вследствие выпадения серы из раствора. В этих случаях флакон с жидкостью следует слегка подогреть на водяной бане до растворения серы.

Для определения показателя преломления со значениями выше 1,743 до 2,15 используется выпускаемый в настоящее время набор высокопреломляющих иммерсионных (ВИЖ) сред, включающий 46 жидкостей. Эти жидкости весьма ядовиты и работа с ними требует особой осторожности. После перенесения капли жидкости на предметное стекло набор тотчас же необходимо плотно закрыть. Нельзя допускать попадания жидкости на кожу и особенно в

порезы или царапины. В случае попадания пораженные места необходимо сразу же тщательно промыть водой с мылом.

Потребность в низкопреломляющих жидкостях в минералогической практике более ограничена. Эти жидкости применяются для определения показателей преломления фторидов, некоторых сульфатов, фторсодержащих стекол и некоторых других веществ. Для работы в интервале значений 1,330–1,450 применяются смеси легких фракций нефти, а также смеси глицерина и спирта с водой.

В связи с изменением показателя преломления иммерсионных жидкостей при длительном хранении определение их показателей преломления производится на специальных приборах – рефрактометрах. Принцип работы рефрактометров основан на определении величины предельного угла полного внутреннего отражения (угла ρ), происходящего на границе двух сред. Согласно закону преломления света, лучи, падающие на границу раздела двух сред со стороны более преломляющей среды под углом, превышающим предельный угол ρ , полностью отражаются от границы раздела.

Иммерсионные препараты. Препараты для работы иммерсионным методом подготавливаются в виде мелкозернистого материала. С этой целью исследуемые зерна минералов размельчаются в агатовой или фарфоровой ступке. Минералы с невысокой твердостью удобно измельчать непосредственно на предметном стекле с помощью шпателя или стеклянной палочки. Измельчение материала должно быть по возможности равномерным, поэтому тонкая и наиболее крупная фракции могут быть отсеяны на сите.

Размер зерен. Наиболее удобны для работы зерна размером 0,05–0,20 мм. При подготовке препаратов необходимо иметь чистые, тщательно протертые спиртом или ацетоном сухие предметные и покровные стекла. Размер последних определяется задачами исследования. При определении показателя преломления и других оптических констант можно использовать не целое стандартное покровное стекло (18x18), а его 1/4 и 1/8. При иммерсионных исследованиях для изготовления первых препаратов рекомендуется выбирать жидкости с показателем преломления, близким к значению показателя преломления предполагаемого минерала. При работе с неизвестным веществом следует начинать со среднего значения показателя преломления (1,52–1,56).

Изготовление препаратов с использованием жидких иммерсионных сред производится двумя способами: без закрепления минеральных зерен и с закреплением их.

Приготовление препаратов *без закрепления зерен* осуществляется следующим образом. Небольшое количество исследуемого вещества насыпается на чистое предметное стекло. Легким потряхиванием или при помощи минералогической иглы порошок тщательно разравнивается. Зерна в препарате должны лежать в один слой, не накладываясь друг на друга, излишняя густота зерен в препарате не желательна. Препарат накрывается покровным стеклом. Иммерсионную жидкость извлекают из флакончика с помощью оттянутого закругленного конца стеклянной пробки. Капля жидкости переносится на предметное

стекло и помещается рядом с краем покровного стекла, накрывающего порошок. Капиллярными силами иммерсионная жидкость засасывается под покровное стекло. Для лучшего проникновения жидкости препарат можно слегка наклонить, приподняв край предметного стекла на 2–3 мм. Надо внимательно следить, чтобы в препарате не оставалось пузырьков воздуха. В случае их наличия следует слабо надавить на покровное стекло для «выжимания» пузырей. Жидкость должна полностью заполнить промежуток между зернами, для чего операцию перенесения жидкости обычно повторяют несколько раз. Избыток жидкости удаляют полоской фильтровальной бумаги.

В некоторых случаях, например, при работе с тонкозернистым веществом можно предварительно поместить каплю иммерсионной жидкости на предметное стекло и вводить в нее исследуемый материал с помощью иглы, добиваясь его равномерного распределения, после чего накрыть агрегат покровным стеклом.

При необходимости длительного сохранения препарата для предотвращения испарения жидкости край покровного стекла следует помазать парафином или менделеевской замазкой. Подобная осторожность особенно необходима при работе с легколетучими или ядовитыми жидкостями.

Прикрепление зерен к предметному стеклу, в случае нерастворимых в воде веществ, осуществляется с помощью очень слабого (0,5 %) водного раствора желатина. Следует избегать более концентрированных растворов, так как при высыхании раствора может происходить обволакивание зерен, мешающее наблюдению эффекта применяемого способа сравнения.

В тех случаях, когда исследуемое вещество имеется в неограниченном количестве или нет необходимости производить измерения на определенных разрезах, при смене жидкости изготавливается новый препарат. Когда количество материала ограничено или необходимо сохранить выбранный разрез зерна, работа ведется в одном и том же препарате со сменой жидкости. Зерна в препарате в этих случаях обязательно должны быть закреплены.

Смена жидкости может осуществляться непосредственно на столике микроскопа. Исследуемое зерно в этих случаях ставится на крест нитей, и препарат тщательно закрепляется на столике микроскопа. Полоску фильтровальной бумаги осторожно подносят к краю покровного стекла и приводят в соприкосновение с жидкостью. Покровное стекло при этом следует слегка приподнять, придерживая иглой. Для полного удаления жидкости фильтровальную бумагу следует сменить несколько раз. После тщательного отсасывания в препарат вводится новая иммерсионная жидкость.

Обычно при тщательной работе количество жидкости, остающееся между зернами препарата, невелико и ошибкой, происходящей от неполного удаления жидкости, можно пренебречь.

Определение показателей преломления минералов. Для определения показателя преломления *изотропного минерала* теоретически достаточно одного зерна. Однако, для удобства работы и большей уверенности в результатах

определения рекомендуется готовить препарат с 5–6 зернами. Исследование ведут следующим образом:

1) Устанавливают иммерсионный препарат под микроскопом и, перемещая по высоте с помощью микрометрического винта тубус микроскопа, наблюдают за направлением перемещения полоски Бекке. Определив при помощи последней, какая из двух сред имеет больший показатель преломления, производят смену жидкости в препарате в направлении сближения показателей преломления минерала и жидкости.

2) При достижении равенства показателей преломления двух сред полоска Бекке исчезает, а зерна едва заметны на фоне поля зрения или сливаются полностью с ним, как бы «растворяясь». В этом случае показатель преломления кристалла принимают равным показателю преломления той жидкости, в которой наблюдают указанный эффект.

3) Если не удается добиться полного исчезновения полоски Бекке ввиду того, что применяемые для приготовления препарата наборы иммерсионных жидкостей не образуют непрерывного ряда значений показателей преломления, искомый показатель преломления находят как среднее арифметическое значение из значений показателей преломления двух соседних жидкостей набора, показатель преломления одной из которых больше, а другой меньше, чем показатель испытываемого образца зерна минерала:

$$N_m = \frac{n_1 + n_2}{2}, \text{ где } n_1 \text{ и } n_2 \text{ – показатели преломления жидкостей.}$$

Определение показателей преломления *анизотропных минералов* производят также, как изотропных, но в зерне определения ведутся по двум направлениям, соответствующим лучам с большим и меньшим показателем преломления.

При сравнении показателей преломления минерала и жидкости можно пользоваться *косвенными признаками*. В случае, если показатель преломления минерала меньше жидкости, то минерал как бы имеет светлую буроватую окраску, а если наоборот – очень бледную зеленоватую. О близости или, наоборот, расхождении в показателях светопреломления минерала и жидкости можно судить и по рельефу минерала. Последний может быть положительным, когда показатель светопреломления минерала больше, чем у жидкости. В этом случае минерал кажется как бы выступающим над окружающей средой. Если показатель преломления минерала меньше показателя жидкости, минерал имеет отрицательный рельеф и кажется как бы ниже общей поверхности или.

Различные типы рельефов приведены в таблице 8.

Таблица 8

Типы рельефа

Тип рельефа	Разница в показателях светопреломления
Очень резкий	± 0,2
Резкий	± 0,1
Сильный	± 0,05
Слабый	± 0,03–0,01
Очень слабый	± 0,002

2. Порядок выполнения работы

1. Приготовить иммерсионный препарат исследуемого вещества, для чего минерал измельчить в яшмовой ступке до такой тонкости, чтобы при растирании приготовленного порошка между пальцами не чувствовалось крупинок (крупность зерен должна составлять 0,05–0,20 мм). Если исследуемое вещество имеет мелкокристаллическое строение, его измельчают до крупности гораздо меньшей, чем оптимальная, так как необходимо, чтобы исследуемые зерна представляли собой не агрегаты, а монокристаллы.

2. Измельченную пробу шпателем или кончиком лезвия безопасной бритвы поместить на чистое и обезжиренное предметное стекло в незначительном количестве так, чтобы частицы лежали изолированно друг от друга. Препарат прикрывают чистым обезжиренным покровным стеклом, беря его за уголки, чтобы не загрязнить покровное стекло. Затем из набора иммерсионных жидкостей берут один из флакончиков и стеклянной пробкой наносят каплю жидкости на предметное стекло у самого края покровного стекла. Вследствие капиллярности жидкость быстро растекается под покровным стеклом, смачивая порошок. Для равномерного растекания последнего карандашной резинкой слегка надавливают на покровное стекло, передвигая его на небольшое расстояние и тем самым, раздвигая зерна порошка.

3. Проверить микроскоп и установить его в рабочее положение. Проверить, выключены ли линзы Бертрана и Лазо, а также анализатор, открыть диафрагму, наладить правильное освещение.

4. Поместить препарат на столик микроскопа, закрепить и при увеличении (окуляр 5^x или 8^x , объектив 20^x или 40^x) наблюдать, как при перемещении тубуса микроскопа ведет себя полоска Бекке на контакте минерала с иммерсионной жидкостью. Исследования следует проводить оперативно во избежание испарения иммерсионной жидкости.

5. Отработать методику определения показателя преломления на примере галита (каменная соль, NaCl). Исследование ведут в следующем порядке:

1) Приготовленный препарат помещают в жидкость № 85 с показателем преломления $N_D = 1,698$. Корректируя его на температуру помещения ($23\text{ }^{\circ}\text{C}$), получаем $(0,0006 \times 3) + 1,698 = 1,6998$.

2) При медленном поднятии тубуса микроскопа оказывается, что полоска Бекке перемещается на жидкость, т.е. показатель преломления минерала, меньше, чем жидкости – $N_M < N_D$. Косвенные признаки: минерал имеет зеленоватую окраску, рельеф очень слабый.

3) Готовим новый препарат и берем жидкость № 12 с $N_D = 1,46$, корректируем $0,0004 \times 3 + 1,46 = 1,4612$. Полоска Бекке теперь перемещается на минерал, т.е. $N_M > N_D$. Косвенные признаки: минерал имеет буроватую окраску, рельеф резкий. По результатам двух замеров показатель преломления минерала ниже, чем 1,6998 и выше, чем 1,4612.

4) Путем последовательного исследования жидкостей 42, 39, 37 находим, что жидкость № 39, имеющая скорректированный показатель преломления

1,5442, в которой линия Бекке не наблюдается, минерал имеет очень слабый рельеф и как бы растворяется в жидкости. Следовательно, его показатель преломления равен $N_M = 1,544$.

5) По показателю преломления, изотропности (отсутствием интерференции при включенном анализаторе и вращении столика микроскопа), низкой твердости, прозрачности, стеклянному блеску, растворимости порошка в воде, по справочнику (Шарай В.Н. Пособие к лабораторным работам по курсу минералогии и петрографии. – Мн.: Высшая школа, 1964, с. 128–142) находим, что исследуемый минерал относится к галиту.

б) Результаты исследования занести в таблицу.

Результаты определения показателей преломления минералов

№ п/п	№ иммерсионной жидкости	Показатель преломления иммерсионной жидкости	Температура помещения, °С	Скорректированный показатель преломления	Характер перемещения тубуса микроскопа и линии Бекке
-------	-------------------------	--	---------------------------	--	--

Продолжение таблицы

Характер рельефа	Цвет минерала	Характер спайности	Форма кристалла	Исследуемый минерал
------------------	---------------	--------------------	-----------------	---------------------

Контрольные вопросы

1. Что представляют собой и для чего применяются иммерсионные жидкости?
2. Как готовятся препараты для определения показателей преломления минерала?
3. Охарактеризуйте порядок работы при определении показателей преломления.
4. Что такое линия Бекке?