

Российская академия наук
Институт геологии и Институт биологии
Коми научного центра
Уральского отделения РАН

ПРОБЛЕМЫ СОВРЕМЕННОЙ ПАЛИНОЛОГИИ

Материалы XIII Российской палинологической конференции
с международным участием

Том I

Морфология спор и пыльцы.
Палинология в филогенетических исследованиях
Методика исследований
Палинология докембрия, палеозоя и мезозоя
Альгофлора. Диатомовый анализ

Сыктывкар, Республика Коми
5–8 сентября 2011 г.

Сыктывкар
2011

СОВРЕМЕННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И ОБОРУДОВАНИЕ В ОБРАБОТКЕ КАРБОНАТНО-ТЕРИГЕННЫХ ПОРОД ДЛЯ ПАЛИНОЛОГИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Е. Г. Раевская, О. В. Шурекова

ФГУНПП «Геологоразведка», Санкт-Петербург; *lena.raevskaya@mail.ru, lyoliksh@gmail.com*

Приводится краткая характеристика оптимизированной методики обработки пород, позволяющей существенно облегчить и ускорить процесс макерации проб для палинологического анализа. Главными преимуществами являются: скорость, экономичность, эффективность, минимизация рисков и экологическая безопасность.

Поразительная особенность палиноморф сохраняться в ископаемом состоянии неминерализованными позволяет извлекать их посредством дезинтеграции и растворения вмещающей породы сильными кислотами или щелочами. Выбор методик, химических реагентов, их чередование и степень воздействия на породу определяется исходным минеральным составом анализируемых образцов. Для палинологического анализа осадочных отложений наиболее перспективными являются терригенные кремнистые породы (глины, аргиллиты или алевролиты), лишенные признаков окисления. Еще в начале прошлого столетия был разработан фтористоводородный метод Ашарсона и Гранлуnda, основанный на реакции плавиковой кислоты (HF) с силикатными минералами, в процессе которой кремний уходит в летучие соединения. Этот метод стал основой классической методики, используемой в спорово-пыльцевом анализе. Эффективность методики состоит в совокупности основных последовательных операций: 1) с помощью плавиковой кислоты удаляется кремний, 2) соляная кислота (HCl) растворяет карбонатную примесь, а последующая центрифужная сепарация оставшегося осадка в тяжелой жидкости (сепарационный метод Гричука) обеспечивает практически полный выход микрофитофосси-

лий из первоначальной пробы пород [1]. В разных вариациях с небольшими изменениями или дополнениями, связанными со спецификой исходного материала и целями исследований, данная методика на протяжении десятилетий применялась и традиционно применяется до сих пор большинством палинологов.

Вместе с тем, современные требования многих видов работ, особенно в области прикладной палинологии, востребованной, прежде всего, нефтяными компаниями, приводят к необходимости поиска новых подходов для оптимизации классической методики.

В «советскую эпоху» широкого развития и расцвета отечественной палинологии химические лаборатории централизованно обеспечивались надлежащим оборудованием и реагентами вне режима строгой экономии, утилизация химических отходов осуществлялась специальными службами, а на решение поставленных научных задач, как правило, отводилось столько времени, сколько для этого было необходимо. Иногда на обработку десяти-двадцати образцов «классическим методом» уходили недели. В наши дни зачастую приходится работать в жестких ограничениях по всем статьям, осуществляя «экспресс-анализы» больших объемов керна в сжатые сроки.

Несмотря на то, что применение тяжелой жидкости до сих пор считается наиболее результативным приемом извлечения органомацерата, от ее использования давно стремятся отказаться многие специалисты, так как, входящие в ее состав элементы кадмия или ртути умножают и без того высокие риски чрезвычайно вредного процесса обработки. Серьезной проблемой является и утилизация отработанной тяжелой жидкости. В некоторых зарубежных лабораториях вместо сепарации по удельному весу успешно применяется метод фильтрации осадка в проточной дистиллированной воде с использованием мембранных сит в различных установках или специальных вакуумных системах [2]. В качестве фильтра обычно используется промышленная синтетическая ткань с порами от 10 до 200 мкм (существуют варианты 15, 20, 50 и 100 мкм). Удобство применения ткани связано с возможностью нарезания ее лоскутами любого требуемого размера и повторного использования при условии очистки щеткой (фото 12) и последующей обработки в ультразвуковой ванне (фото 9).

Так, в последние годы в практику препарационных работ вошли новые приемы, которые позволили существенно облегчить и ускорить процесс мацерации. На основе многолетнего собственного опыта с привлечением новых технологий, применяемых в международной практике, в лаборатории ФГУНПП «Геологоразведка» отработана новая оптимизированная методика обработки карбонатно-терригенных пород, неоспоримыми достоинствами которой являются: скорость, экономичность, эффективность, минимизация рисков и экологическая безопасность. Далее приводится поэтапное описание предлагаемой методики.

Методика мацерации карбонатно-кремнистых пород для палинологического анализа.

1. Подготовительный этап

Для получения представительного органомацерата в среднем используется 70–100 г породы. Порода очищается от поверхностных загрязнений и затем дробится керноколом (фото 1) до кусочков приблизительно одной размерности, оптимально 0.5 см (фото 5). Соразмерность кусочков обеспечивает относительную одновременность растворения всей пробы. Важным моментом является просеивание породы после дробления для избавления от пыли, которая при контакте с плавиковой кислотой стремительно вступает в реакцию, образуя пленку из окислов фтора и замедляя дальнейший процесс растворения. Подготовленная таким образом порода помещается в заранее маркированные стаканы для последующей химической мацерации (фото 4).

2. Химическая мацерация

В процессе мацерации используются только плавиковая и соляная кислоты. Первостепенное значение имеет минимизация рисков работы с химическими реагентами. Безопасность работ основана на полной осведомленности о последствиях контакта с кислотами и правильном поведении в лаборатории. Обязательным условием является наличие аптечки с лекарственными средствами против ожога плавиковой кислотой (фото 2, а, б): крем HF-антидот, таблетки с кальцием, специальная жидкость для промывания глаз и другие. Все действия с химическими реагентами должны проводиться в специальной одежде с использованием средств инди-

видуальной защиты (пластиковая каска с защитным экраном (фото 6), прорезиненный фартук, нарукавники, плотные двойные резиновые перчатки) под хорошей тягой воздуха в вытяжном шкафу со встроенной пластиковой раковиной и пластиковым краном устойчивыми к воздействию плавиковой кислоты (фото 7). Главным отличием описываемого метода является принцип «ручной» работы, что подразумевает непосредственный контакт с кислотой в процессе отмывки, сопровождаемый немедленной ее нейтрализацией с помощью технической или пищевой соды. Поэтому необходимым условием является постоянное наличие в шкафу соды и проточной воды.

Если образец реагирует выделением газа и теплоты на каплю 10 %-ной соляной кислоты, то порода на первом этапе заливается соляной кислотой. Количество используемого реагента не должно превышать уровня необходимого для того, чтобы покрыть породу в стакане на 1 см выше ее поверхности (фото 4). Как правило, действие соляной кислоты затухает и практически прекращается с образованием насыщенного желто-зелено-вато-серого раствора. Это происходит обычно в течение 1–2 часов, после чего образец уже не имеет смысла держать в кислоте и он промывается чистой водой до нейтральной среды. Чтобы не потерять при этом органический осадок промывка осуществляется через синтетическое сито с размером ячейки не более 15 мкм (фото 10, б, в). Сито закрепляется в специальном держателе по принципу пялец (фото 10а). Широкий диаметр рабочей поверхности сита, возможность прямого воздействия принудительной струей из пульверизатора (фото 16) с поступлением пальцами под дну и стенкам способствуют быстрому избавлению от кислоты и мелкой взвеси (фото 8). Сливаемые в раковину отходы разбавляются большим количеством проточной воды с содой и прове-ряются лакмусовым индикатором, прежде чем уйти в канализационный сток.

Породы, не отреагировавшие на каплю HCl, минуя описанную стадию обработки сразу заливаются плавиковой кислотой. Для работы с HF используются специальные пластиковые химически стойкие банки с герметично завинчивающейся крышкой. Если реакция не сильная, крышку можно закрыть сразу. В ином случае, – только после снижения степени реакции. При использовании лабораторного шейкера (фото 3) с орбитальным или линейным возвратно-поступательным движением платформы полного растворения образцов можно достичь в течение одного рабочего дня. При отсутствии шейкера необходимо периодически взбалтывать банки с залитыми плавиковой кислотой образцами в течение 2–3 дней. Добившись полного растворения породы, осадок снова промывается через сито с размерностью ячеек не более 15 мкм. Наданном этапе, осадок может содержать вторичные фторосиликаты или карбонаты, поэтому отмытый от плавиковой кислоты осадок заливают небольшим количеством 10 %-ной соляной кислоты, поместив его в отдельный стеклянный стакан. После характерного «позеленения» или по истечении как минимум получаса осадок повторно промывается через мелкое (15 мкм) сито. В случае присутствия в составе органомацерата большого количества аморфной органики, затрудняющей промывку, стакан с осадком помещается в ультразвуковую ванну



1



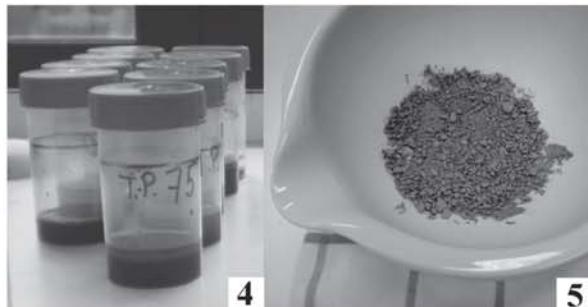
2a



2b



3



4

5

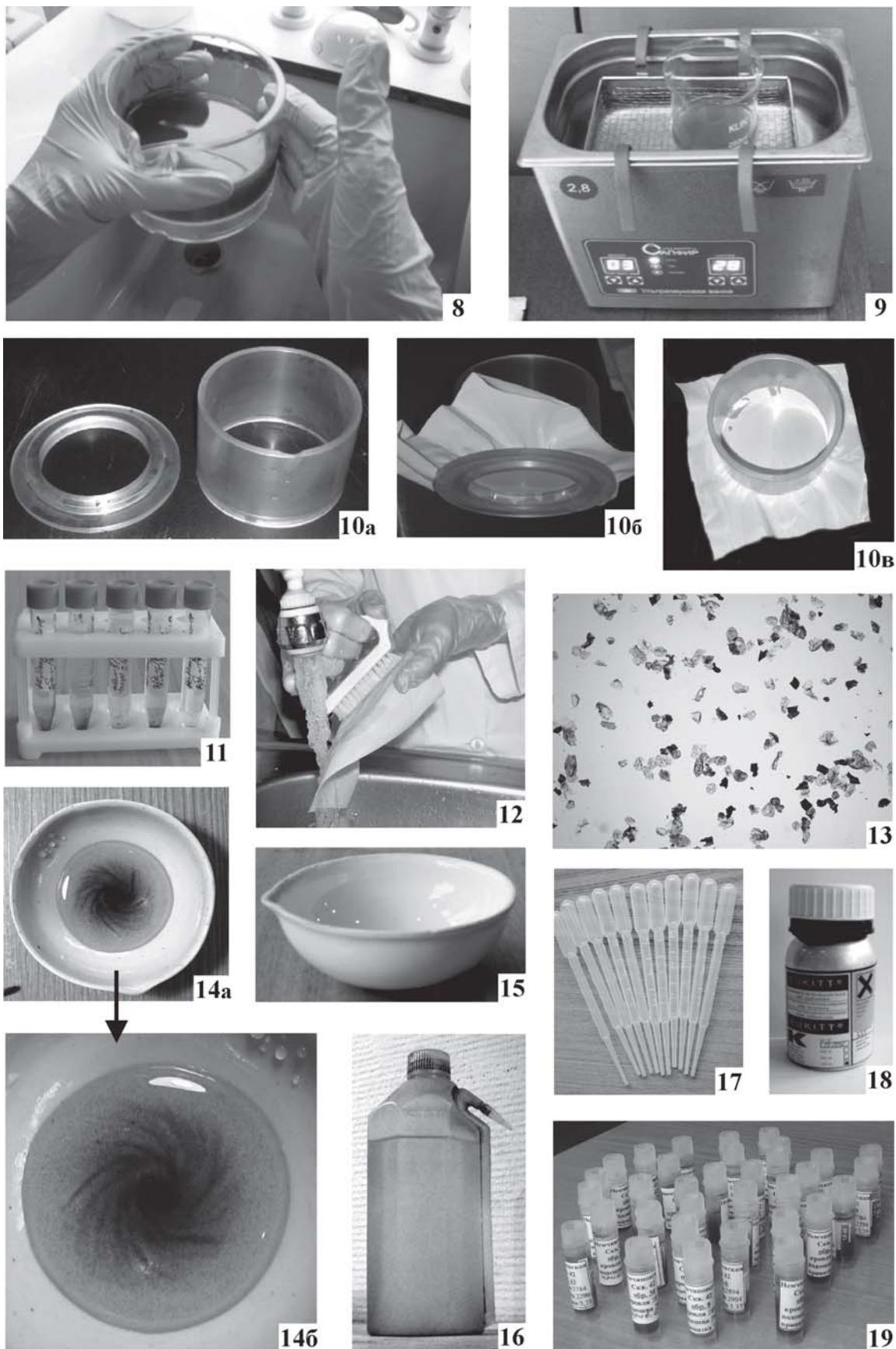


6



7

1 – кернокол; 2, а, б – аптечка с лекарственными средствами против ожога плавиковой кислотой; 3 – шейкер; 4 – пластиковые химически стойкие банки с герметично завинчивающейся крышкой; 5 – раздробленная порода; 6 – пластиковая каска с защитным экраном; 7 – лабораторные раковина и кран, устойчивые к воздействию агрессивных сред;



8 — процесс промывания макерата; 9 — ультразвуковая ванна; 10 а — держатель для сита; 10 б, в — сито, вставленное в держатель: б — вид снизу, в — вид сверху; 11 — пластиковые пробирки с завинчивающейся крышкой; 12 — процесс очистки использованного сита при помощи щетки перед обработкой ультразвуком; 13 — фото макерата в готовом постоянном препарате; 14 — сепарация макерата: а — спираль тяжелой фракции на дне чашки, б — увеличенный вид; 15 — выпаривательная чашка; 16 — пульверизатор, используемый для промывки осадка в сите; 17 — пластиковые пипетки, применяемые в процессе изготовления постоянных препаратов; 18 — оптический клей; 19 — мини-контейнеры для хранения органомакерата

(фото 9) на 2–3 мин. Под воздействием ультразвука с частотой 35 КГц коагулированная органика или крупные склеившиеся водорослевые фрагменты распадаются, высвобождая отдельные палиноморфы. Дальнейшая промывка обработанного таким образом органомацерата существенно облегчается. Степень «готовности» осадка определяется прозрачностью проходящей сквозь сито дистиллированной воды. Когда она остается чистой, осадок в небольшом количестве воды выливается в фарфоровую выпаривательную чашку (фото 15). Медленными круговыми движениями руки с чашкой на ладони в течение 1–2 минут осадок сепарируется. Тяжелая фракция оседает на дне, закручиваясь в виде спирали (фото 14, а, б). Во взвеси остается легкая органическая составляющая, которая аккуратно сливаются в пробирку и плотно закрывается крышкой (фото 11).

3. Изготовление постоянных палинологических препаратов

Очень часто бывает удобно анализировать полученный материал во временных препаратах в глицерине. Однако изготовление постоянных препаратов является необходимым условием создания рабочих коллекций. Традиционно используемая глицерин-желатиновая сре-да, к сожалению, не всегда способна обеспечить длительную консервацию палиноморф. При неудачном техническом исполнении препаратов или в результате нарушения герметичности окантовки покровного стекла, из-за попадания воздуха происходит кристаллизация среды, нарушающая целостность и оптические свойства препарата. Оптимальной альтернативой глицерин-желатиновой среде является полимерный оптический клей, который прост в применении и гарантирует неограниченный срок хранения ценного материала.

Для изготовления постоянного препарата готовый мацерат аккуратно набирается в пластиковую пипетку (фото 17) в объеме примерно 1–1.5 мл из расчета того, чтобы полностью заполнить площадь покровного стекла размером 22×32 мм. На теплой поверхности электри-

ческой плитки при слабом нагреве покровного стекла дистиллированная вода медленно испаряется, а взвешенные в ней палиноморфы равномерно оседают и слегка присыхают. Высохшее (но не пересушенное) покровное стекло снимается с плиты и остывает. На предметное стекло наносится 1–2 капли клея и оба стекла скрепляются с легким прижимом деревянной палочкой, чтобы выгнать случайные пузырьки воздуха. Полное затвердевание препарата наступает спустя несколько часов. Используемый оптический клей (фото 18) не требует герметизации краев покровного стекла и полностью отвечает оптическим свойствам канадского бальзама. Оставшийся после изготовления препаратов органомацерат помещается в лабораторные мини-контейнеры (фото 19) для постоянного хранения.

Описанная методика является одним из возможных вариантов обработки пород для палинологического анализа. Безусловно, она может быть видоизменена и адаптирована под разные исследовательские задачи. Однако для работы с карбонатно-терригенными осадочными породами палеозоя и мезозоя она оказалась наиболее оптимальной. Использование шейкера и промывка осадка с помощью сита значительно сокращают длительность процесса макерации. Применение ультразвука позволяет извлечь максимальное количество палиноморф. Сепарация органомацерата в выпаривательной чашке без использования тяжелой жидкости и центрифуги существенно снижает степень вредности работ в лаборатории. Отказ от применения тяжелой жидкости и контролируемая в процессе макерации нейтрализация используемых кислот содой решает проблему утилизации химических отходов.

Литература

- Пыльцевой анализ. Раздел 1. Исторический обзор и методика пыльцевого анализа. М., 1950. 106 с.
- Vidal G. A palynological preparation method // Paly-nology, 1988. № 12. P. 215–220.