

## МИНЕРАЛОГИЧЕСКИЕ ЗАМЕТКИ

УДК 548.4:549.454.2:549.514.51

Н.А. БУЛЬЕНКОВ, А.Ф. БЕЛЯНИН, Л.И. ЦИНОБЕР

### ИЗУЧЕНИЕ ОРИЕНТИРОВКИ И ФОРМЫ ВКЛЮЧЕНИЙ В ПРОЗРАЧНЫХ КРИСТАЛЛАХ КВАРЦА И ФЛЮОРИТА

Включения в кристаллах являются важными минерагенетическими признаками условий образования минерала и объясняют закономерности его внутреннего строения. В этой связи существенную роль играют состав, форма и ориентационные соответствия включений со структурой кристалла. Применение рентгеновских методов исследования ориентировки и формы включений весьма ограничено, особенно в случае, когда включения имеют несколько типов форм разных ориентировок [1], поэтому для изучения ориентации и формы достаточно крупных включений с правильными элементами огранения полезно предложить визуальный микроскопический метод.

*Сущность метода и его краткое описание.* Известно, что форму объекта и ориентацию его в пространстве можно определить по двум—трем ортогональным проекциям на плоскости координатных осей [2]. Следовательно, если из прозрачного кристалла вырезать прямоугольный параллелепипед с известной ориентацией плоскостей срезов, то измеряя углы, образованные проекциями ребер и граней включений с ортогональными сторонами образца, можно определить ориентацию и форму включений. В качестве взаимно перпендикулярных срезов параллелепипеда лучше выбирать плоскости с наиболее простыми индексами, так как их можно точнее нанести на стереографическую проекцию важнейших ребер и граней кристалла.

По пересечению двух или трех дуг, соответствующих углам, которые образуют проекции ребер и граней включения со сторонами образца, можно определить их положение на стереографической проекции в установке, соответствующей ребрам образца. Затем определяют сферические координаты найденных ориентаций в стандартной установке кристалла в соответствии с его сингонией, по которым можно вычислить индексы ребер и граней включений в кристаллографических координатах кристалла [3].

Кристалл, приклеенный пицеином к пластинке, укрепленной на гониометрической головке, ориентируют по методу обратной съемки (по Лауэ) и вычисляют необходимые углы поворотов для выведения плоскости реза (одной из граней образца в виде прямоугольного параллелепипеда) перпендикулярно оси вращения головки. Под микроскопом находят положение изучаемого включения в кристалл для того, чтобы оно попало в вырезаемый образец. Кристалл вместе с головкой укрепляют на суппорте станка для ориентированной резки кристаллов. Скорость вращения диска с внутренней режущей кромкой толщиной 0,2 мм может плавно изменяться от 1000 до 5000 об/мин, а механическая поперечная подача регулируется от 5 до 300 мм/мин. Продольная подача осуществляется микрометрическим винтом с точностью  $\pm 0,05$  мм.

Переклеивая кристалл, вырезаем две пары других граней образца, который затем шлифуется и полируется. Измерения проводят на микроскопе МБС-1 с гониометрическим устройством, которое позволяет установить стороны образца параллельно оси вращения образца, а его грани — перпендикулярно лучу зрения. Углы проекций

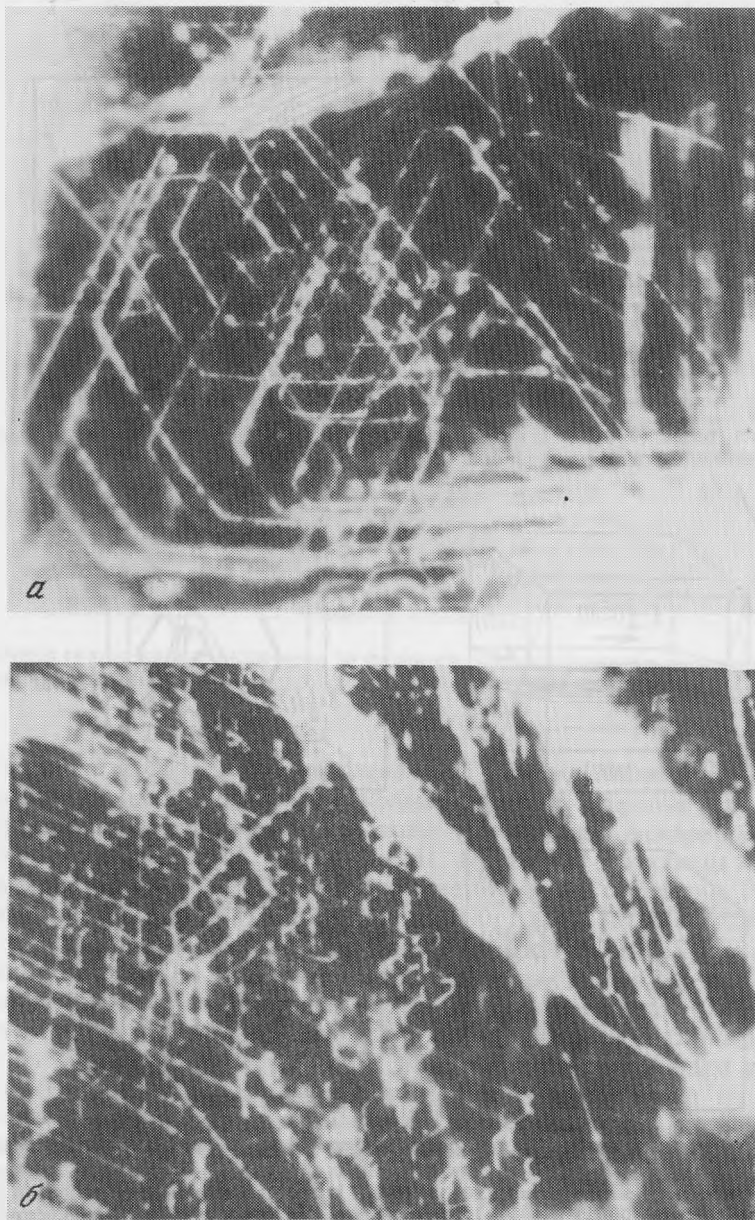


Рис. 1. Дислокационные петли а) и полосы скольжения б) в кварце, декорированном медью. Увел. 100, снято перпендикулярно грани образца (0001)

ребер и граней включения со сторонами образца измеряются с помощью градусной шкалы, нанесенной на окуляр с двумя перпендикулярными линиями в центре поля зрения.

Объектами исследования, на которых можно проверить эффективность метода, были выбраны включения в виде закономерных скоплений декорированных медью дислокаций в кварце [4], что может быть аналогично определению ориентации иголок рутила в кварце "волосатике". Кроме одномерных включений в виде отдельных дислокаций и их пучков, в образце имелись закономерные двумерные скопления в виде полос скольжения и дислокационных петель (рис. 1, а, б).



Рис. 2. Развертка граней (0001) и  $(\bar{1}2\bar{1}0)$  образца и относительное положение различных скоплений дислокаций, нанесенное в виде их проекций на грани

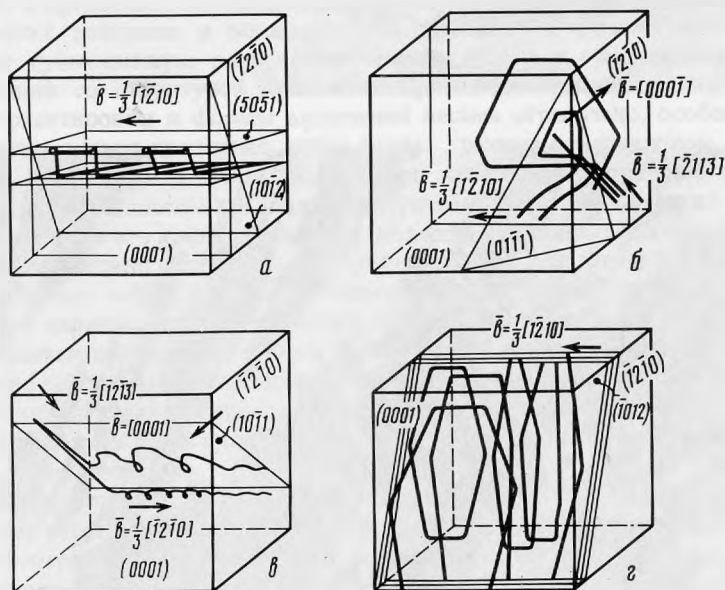


Рис. 3. Дислокационные петли и геликоиды, наблюдаемые в декорированном медью образце  $\alpha$ -кварца

*a* — поперечное скольжение петли  $(50\bar{5}1)$   $(b=1/3 [1\bar{2}\bar{1}0])$  в плоскостях (0001) и (1011); *б* — дислокационные петли (0001) и (01 $\bar{1}1$ ), образующиеся на пучке  $\langle c + a \rangle$  — дислокаций вследствие реакции  $\langle c + a \rangle = \langle c \rangle + \langle a \rangle$ ; *в* — геликоиды  $(1\bar{2}10)$  и фрагменты петель (0001) и (10 $\bar{1}1$ ), образующиеся по той же дислокационной реакции; *г* — нестабильность прямолинейных дислокаций в петлях (1012) в интервале углов  $76^\circ - 104^\circ$

Рентгеновская топография, надежно устанавливающая вектора Бюргерса дислокаций, не эффективна для определения пространственной ориентации линейных дефектов сложной формы и их скоплений. Вследствие значительного поглощения рентгеновских лучей веществом кристалла, толщина образцов, применяемых для топографии, обычно не превышает 1 мм, поэтому каждый дефект можно снять только в одной проекции.

Для опробования методики на трехмерных включениях были выбраны газожидкие включения во флюорите, с достаточно правильной огранкой и не параллельные плоскости спайности {111}.

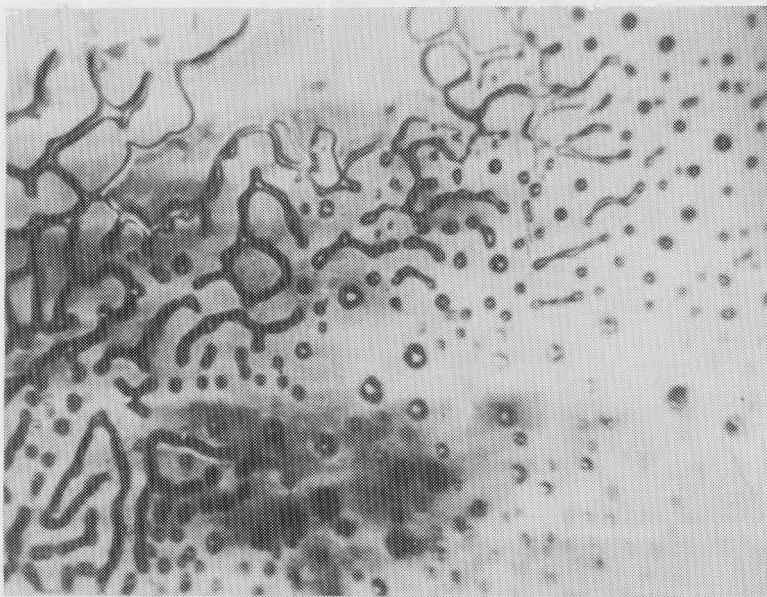


Рис. 4. Вторичные газожидкие включения во флюорите, образовавшиеся в результате заживления внешней трещины. Увел. 200

*Изучение закономерных скоплений дислокаций в  $\alpha$ -кварце.* Ориентация дислокаций и их закономерных скоплений (полосы скольжения, дислокационные петли, геликоиды и т.д.) изучались в образце правого  $\alpha$ -кварца ( $25 \times 8 \times 4$  мм), декорированном медью методом баротермохимической обработки [4]. На рис. 1, а показаны петли, снятые перпендикулярно грани (0001) образца, соответствующие скоплению IV на рис. 2, где показана развертка двух граней образца (0001) и (1210). На развертку граней нанесены проекции основных типов дислокаций (обозначены цифрами 1–4) и образованных ими скоплений (I–IV). Индексы в обозначениях углов  $\alpha$  и  $\beta$ , образованных проекциями дислокаций со стороны  $[1010]$  на гранях образца (0001) и  $(\bar{1}2\bar{1}0)$ , соответствуют нумерации типов дислокаций (1–4). Индексы дислокационных осей вычисляли по сферическим координатам, найденным по измеренным углам  $\alpha$  и  $\beta$ . Вектора Бюргера этих дислокаций приняты нами ориентировочно по результатам ранее проводившихся рентгенотопографических исследований [5], сходных по форме дислокаций, а также в соответствии с теоретическими расчетами угловых зависимостей энергетического фактора  $K$  в  $\alpha$ -кварце [6].

Винтовые дислокации  $[\bar{2}113]$  образуют полосу скольжения  $(2\bar{1}12)$ , пересекающую образец (I и IV на рис. 2). Дислокации  $[\bar{1}011]$  с тем же вектором Бюргера образуют пучки параллельных дислокаций (2 на рис. 2), причем наблюдаются отклонения этих дислокаций от направления  $[\bar{1}011]$  до  $8-10^\circ$ . Непризматические дислокационные петли с  $\bar{s} = 1/3 [\bar{1}2\bar{1}0]$  наблюдались в плоскостях  $(\bar{1}012)$  и  $(50\bar{5}1)$  (I и III соответственно на рис. 2). В нижней части образца петли  $(50\bar{5}1)$  группируются в широкую полосу  $(2110)$  (3 на рис. 2). Заметное поперечное скольжение наблюдалось в непризматических петлях  $\{1120\}$  ( $\bar{s} = [0001]$ ) (II на рис. 2) и  $(50\bar{5}1)$  ( $\bar{s} = 1/3 [1210]$ ) в плоскостях (0001) и  $(\bar{1}011)$  (рис. 3, а). В зонах с пониженной плотностью дислокаций на пучках винтовых дислокаций  $[\bar{2}113]$  наблюдалась дислокационная реакция  $\langle c+a \rangle = \langle c \rangle + \langle a \rangle$  с образованием крупных призматических дислокационных петель (0001) и (0111) (рис. 1, а, 4 на рис. 2, рис. 3, б) и геликоидальных дислокаций (рис. 3, б). Более мелкие петли (0001) и (0110) также образуются в полосе скольжения  $[\bar{2}113]$  (I на рис. 2 и рис. 1, б). Все наблюдаемые в образце дислокации обусловлены деформацией.

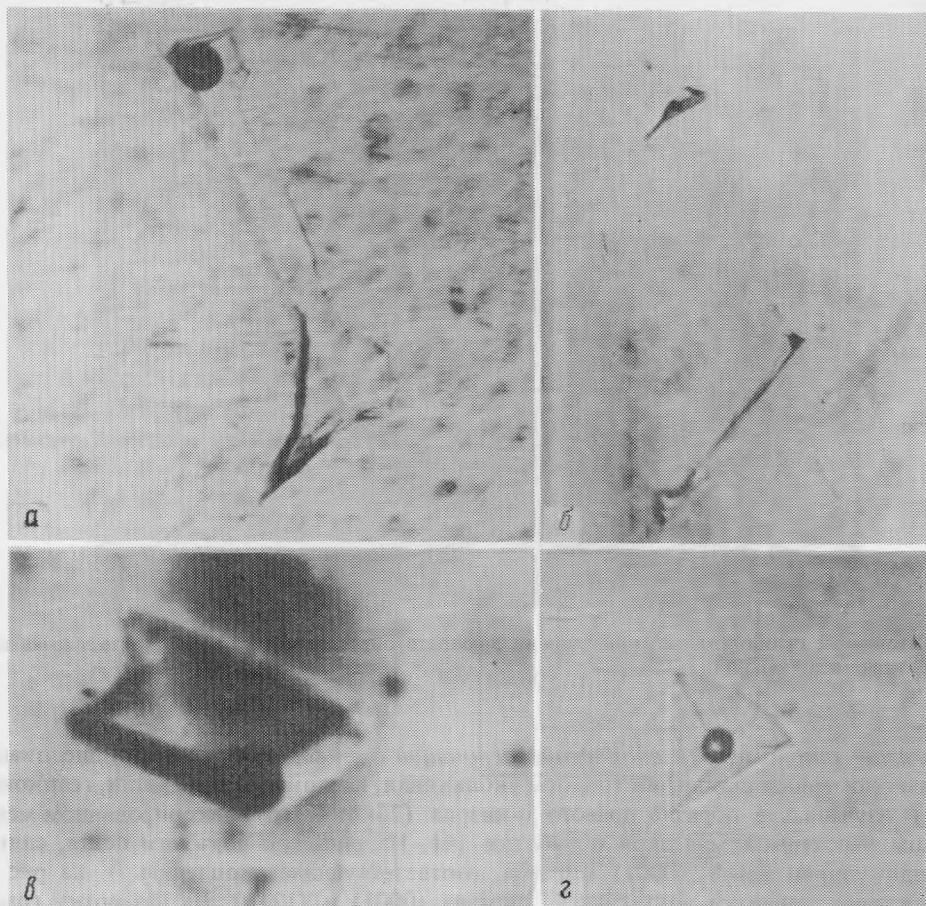
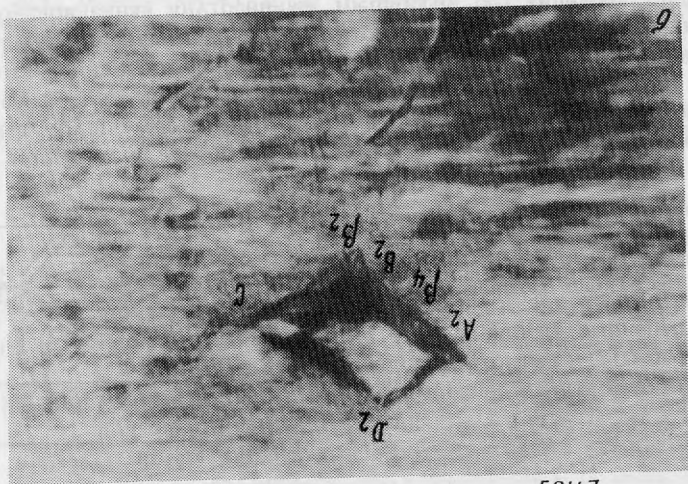
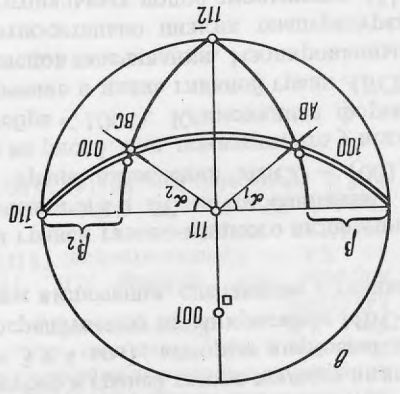
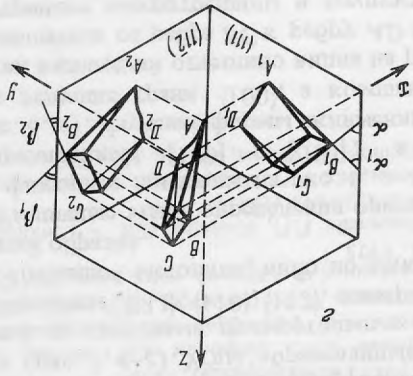


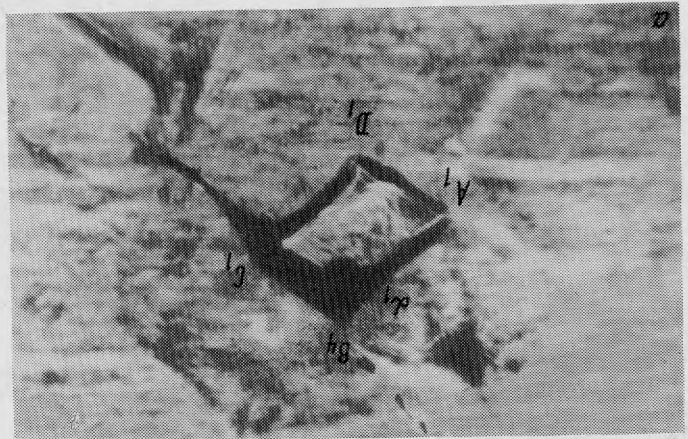
Рис. 5. Виды ограненных газопо-жидких включений в кристаллах флюорита. Увел. 200, снято перпендикулярно грани (111)

Установленные ориентации дислокаций в конфигурациях петель были сопоставлены с теоретическими расчетами численными методами угловых зависимостей энергетического фактора  $K$  в  $\alpha$ -кварце [6]. Минимальные значения для краевых и винтовых дислокаций с  $\bar{e} = 1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$  определяют стабильность геликоидальных дислокаций и допускают возможность существования призматических петель в плоскостях  $\{11\bar{2}0\}$  вследствие генерирования их геликоидами. Непризматическая петля в плоскости тупого отрицательного ромбоэдра ( $\bar{1}012$ ) ( $\bar{e} = 1/3 [\bar{1}2\bar{1}0]$ ) обусловлена более предпочтительными значениями  $K$  краевых дислокаций в плоскостях  $\{h\bar{o}h1\}$  чем в плоскостях  $\{h\bar{o}h\bar{1}\}$  в интервале углов  $\rho$  от  $30^\circ$  до  $70^\circ$  [6]. Значительное искривление дислокаций в петлях ( $1012$ ) (рис. 3, г) по сравнению с другими типами петель находится в соответствии с теоретически допустимым угловым интервалом нестабильности ( $76^\circ - 104^\circ$ ) для прямолинейных  $\langle a \rangle$ -дислокаций в плоскостях ромбоэдров [7]. Сравнение температурной зависимости энергетических факторов  $\langle c+a \rangle$ -,  $\langle c \rangle$ - и  $\langle a \rangle$ -дислокаций показывает, что стабильность дислокаций  $\langle c+a \rangle$  заметно уменьшается при температуре выше  $500^\circ\text{C}$ , вследствие чего имеет место реакция  $\langle c+a \rangle = \langle c \rangle + \langle a \rangle$  [6].

Рис. 6. Микрофотографии проекции газопо-жидкого включения на плоскости  
 а — (111), б — (112), увел. 100; в — определение по углам  $\alpha$  и  $\beta$  индексов ребер и граней включения; г — аксонометрия включения по проекциям включения



$[110]$   $[112]$



$[110]$   $[111]$

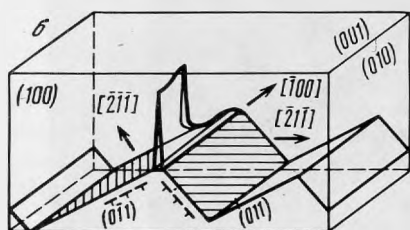
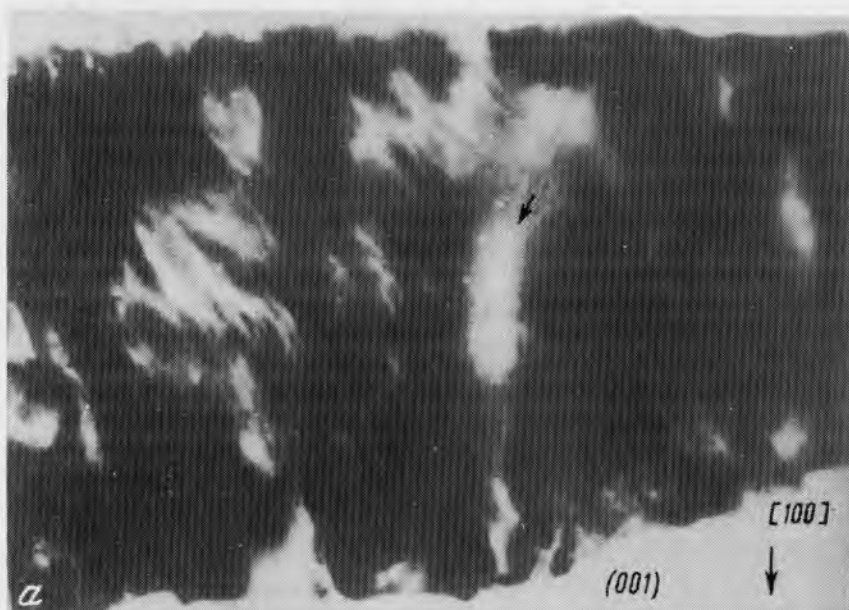


Рис. 7. Рентгеновская топография полос скольжения (110) дислокаций (112) в изучаемых кристаллах флюорита (а) (увел. 12,  $AgK_{\alpha}, g = 220$ ) и схема образования изолированной внутренней поры (с главным ребром)

Изучение морфологии газожидких включений в кристаллах флюорита. В кристаллах флюорита, трудно растворимых в воде, наряду с мелкой сеткой газожидких включений (рис. 4) имеются закономерно ориентированные крупные включения (20–700 мкм), ограниченные почти плоскими гранями, непараллельными плоскостям спайности  $\{111\}$ . Характерным для формы этих включений является клиновидная форма, очевидно, обусловленная внутренними трещинами без видимых следов их залечивания (рис. 5, а–г). Углы, образованные проекциями ребер и граней газожидких включений со сторонами прямоугольных образцов (3 × 3 × 4 мм), которые вырезаны по плоскостям  $\{111\}$ ,  $\{110\}$ ,  $\{112\}$ , измеряли либо непосредственно на микроскопе МБС-1 по описанной методике, либо по микрофотографиям включения, сделанным с разных граней образца.

Различные этапы определения ориентации ребер и граней газожидкого включения во флюорите показаны на рис. 6, а–г. Ребра включения АВ и ВС почти совпадают с направлениями  $[100]$  и  $[010]$ , а наибольшая грань включения ABCD – (001) (рис. 6, в). Изучение формы включений, показанных на рис. 5, а–г, показало, что у всех них ведущие грани  $\{100\}$ , а компланарные им ребра  $\langle 100 \rangle$ . Клиновидная форма таких включений отчетливо видна на рис. 6, е: включение в плане главной грани ABCD утоньшается от ребра ВС к ребру AD без видимых следов залечивания. Изолированные внутренние микротрещины в хрупких телах при относительно низких температурах (менее 0,1 Тпл.) зарождаются при пересечении ортогональных полос скольжения [8]. Линиями скольжения в кристаллах флюорита являются плоскости  $\{110\}$  [9]; линией пересечения двух перпендикулярных полос скольжения  $\{110\}$  является  $\langle 100 \rangle$ , а ком-

планарная этому направлению плоскость  $\{100\}$  делит угол между пересекающимися полосами скольжения пополам.

Для проверки этого предположения нами была снята рентгеновская топограмма с образца, содержащего включение подобной формы. На топограмме (рис. 7, а) отчетливо видны полосы скольжения  $\{110\}$  дислокаций ( $\bar{s} = 1/2 \langle 110 \rangle$ ,  $l = \langle 112 \rangle$ ), а газово-жидкое включение (трещина) находится в зоне пересечения двух полос скольжения. Светлое пятно на топограмме, отмеченное стрелкой, обусловлено релаксацией напряжений в зоне заклинивания двух полос скольжения вследствие образования внутренней микротрещины [10]. Положение полос скольжения, дислокаций в них и трещины, образующиеся при их пересечении, соответствуют картине, наблюдаемой на топограмме и показаны на рис. 7, б.

Наличие воды во включении было установлено по ИК-спектрам поглощения ( $\nu_1 = 1680 \text{ см}^{-1}$  и  $\nu_2 = 3300\text{--}3400 \text{ см}^{-1}$ ) и по экспериментально установленной температуре гомогенизации равной  $175^\circ\text{C}$  [11]. Указанная температура гомогенизации по  $T$ - $V$ -диаграмме чистой воды [12] соответствует объему жидкости — 85%, что примерно равно отношению объемов жидкой фазы и газа у исследуемых микровключений в кристаллах флюорита (см. рис. 5, а-г).

Таким образом, изучение морфологии ограненных газово-жидких включений показало, что в данном случае они образуются на базе закономерно ориентированных изолированных вторичных внутренних трещин, обусловленных особенностями реальной структуры. Заполнение таких трещин водой, очевидно, происходит по механизму, отличному от известных [13] механизмов образования газово-жидких включений.

**Выводы.** 1. Разработан визуально-микроскопический метод изучения ориентации и формы различных включений в кристаллах прозрачных минералов.

2. Изучены закономерные скопления декорированных медью дислокаций в  $\alpha$ -кварце, определены их параметры и возможные причины образования.

3. Изучены ограненные газово-жидкие включения во флюорите, установлены их параметры и причины их образования в виде внутренних трещин с ребром  $\langle 100 \rangle$ . Заполнение этих трещин водой, очевидно, происходит не по обычному механизму образования газово-жидких включений.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Франк-Каменецкий В.А. Природа структурных примесей в минералах. Изд-во МГУ, 1964.
2. Гордон В.О., Семенов-Огиевский М.А. Курс начертательной геометрии. М.: Наука, 1977.
3. Делоне Б., Падуров Н., Александров А. Математические основы структурного анализа кристаллов. М.: Гостехтеориздат, 1934.
4. Штернберг А.А., Гордиенко Л.А., Цинобер Л.И. — Кристаллография, 14(5), 845 (1969).
5. Миусков В.Ф., Цинобер Л.И., Гордиенко Л.А. — Кристаллография, 18(2), 339 (1973).
6. Heinisch H.L., Sines G., Goodman T.W., Kirby S.H. — J. Geophys. Res., 80 (14), 1885 (1975).
7. Savin M.M., Chernov V.M., Stroikova A.M. — Phys. Stat. Sol., (a) 35, 747 (1976).
8. Джонстон Т., Паркер Е. Разрушение неметаллических кристаллов. — В кн.: Разрушение твердых тел. М.: Металлургия, 1967.
9. Шмид Е., Боас В. Пластичность кристаллов. М.; Л.: Гостехтеориздат, 1938.
10. Бублик В.Т., Дубровин А.И. Методы исследования структуры полупроводников и металлов. М.: Металлургия, 1978, с. 192—195.
11. Белянин А.Ф. Автореф. канд. дисс., МИТХТ, М., 1975.
12. Леммлейн Г.Г., Клевцов П.В. — Геохимия, № 2, 133—142 (1961).
13. Леммлейн Г.Г. Морфология и генезис кристаллов, М.: Наука, 1973, с. 196—217.