

УДК 549.08:539.26

## РЕНТГЕНОВСКАЯ ВЫЧИСЛИТЕЛЬНАЯ МИКРОТОМОГРАФИЯ: ВОЗМОЖНОСТИ МЕТОДА ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ

© 2004 О. А. Якушина

ГНЦ РФ Всероссийский научно-исследовательский институт геологических, геофизических и геохимических систем (ВНИИгеосистем), Москва, 117105  
117105 Москва, Варшавское шоссе, 8; тел. (095) 954-53-50; факс (095) 958-37-11; e-mail: [vniigeosystem@geosys.ru](mailto:vniigeosystem@geosys.ru)

Представлены результаты исследования методом рентгеномографии (РВМТ) разных видов минерального и техногенного сырья: марганцевых и железо-марганцевых руд, углеродсодержащих пород, природных и синтетических алмазов, металлургических шлаков цветных металлов, органогенных минералов, уникальных объектов. Показано, что метод позволяет получать информацию о фазовом составе сырья и его текстурно-структурных характеристиках, проводить гранулометрический анализ, количественные морфометрические измерения гетерофазных объектов различной дисперсности и может быть эффективно использован в комплексе с традиционными минералого-петрографическими методами для решения поисково-оценочных задач, поскольку уже на предварительном этапе дает информацию о сырье, на основании которой можно определить оптимальный комплекс задач и методов дальнейшего его изучения, существенно сократив тем самым время и затраты на минералогические исследования.

Промышленная вычислительная томография, называемая в мировой практике *X-ray CT* (Computed Tomography), развивалась прежде всего как метод для решения задач в области дефектоскопии, являясь инструментом неразрушающего контроля внутренних параметров объекта, т.е. для контроля качества изделия (Неразрушающий контроль, 1993), а также в медицине при функциональной диагностике для выявления патологических изменений мягких и костных тканей. Привлекательность метода состоит в его недеструктивности, простоте процедуры съемки, отсутствии этапа предварительной подготовки объекта (распиловка, изготовление полированных шлифов, напыление и др.) и экспрессности, так как анализ проводится за единицы — первые десятки минут.

Большинство современных лабораторий при изучении вещественного состава минераль-

ного сырья пользуется в основном стандартным набором методов, включающим оптико-минералогический, рентгенографический и фазовый элементный (химический) анализы. Для решения конкретных задач в отдельных случаях применяются прецизионные физические методы, такие как микрорентгеноспектральный (микрозондовый) метод и электронная микроскопия. Однако в последние годы в промышленную переработку вовлекаются новые типы сырья, ранее считавшиеся неперспективными, возникают определенные трудности при определении их минерального (фазового) состава и текстурно-структурных особенностей. Это связано, прежде всего, со сложным полиминеральным составом изучаемых объектов, наличием в них тонкодисперсных и аморфных агрегатов, неоднородностью зерен промышленно ценных минералов, близостью физических свойств рудообразующих минералов. Включение

в применяемый аналитический комплекс нового метода рентгеновской вычислительной микротомографии позволяет во многих случаях успешно преодолевать возникающие трудности, а также оптимизировать минералогические исследования.

Использовать метод рентгеновской вычислительной микротомографии (РВМТ) для изучения геологических объектов было предложено во ВНИИгеосистем (Хозяинов, Вайнберг; 1992). Данный метод и в мировой практике является для геологии сравнительно новым аналитическим методом, однако на 32-м Всемирном Геологическом конгрессе (август 2004 г.) он выделен в отдельную тему симпозиума «Geotechnologies: Computerised X-ray tomography applications in geology» (<http://www.32igc.org>), что свидетельствует о внимании к методу и его перспективности.

Следует подчеркнуть, что рентгенотомографическое изучение природных и техногенных объектов в геологии решает другие задачи и имеет иные специфические особенности, чем интроскопия и медицинская рентгеновская томография, которые должны установить, собственно *есть* или *нет* в объекте исследования дефект или отклонение от заданных стандартных параметров (полость, трещина и т.п.), а не определить природу явления, фазовую принадлежность, детальные морфометрические характеристики. Кроме того, обычно изделия, произведенные промышленным способом, не имеют такого сложного, разнообразного, порой очень близкого минерального состава и текстурно-структурных характеристик, что имеет место в горных породах и минералах. В медицинской томографии размер определяемых неоднородностей – нарушений, новообразований – измеряется, как и в дефектоскопии, в основном миллиметрами-сантиметрами, а не микронами, как при минералогических исследованиях; но неорганические вещества ослабляют первичное рентгеновское излучение значительно сильнее, чем органические, биологические объекты, живые ткани, поэтому мощность рентгеновской трубки для медицинской диагностики будет меньше, чтобы не превысить дозу облучения человека, тогда как излучение такой мощности в минеральном объекте почти полностью будет ослаблено, а полученные данные – не информативны. Кроме того, в медицинских томографах объект исследования (т.е. человек) неподвижен, а вокруг

него вращается сканирующее устройство, тогда как в промышленных наоборот, вращается образец исследования.

Таким образом, рентгеновский томограф, применяемый для исследования геологических объектов, должен иметь определенные конструкционные характеристики, отличные как от медицинских томографов, так и дефектоскопов.

### Метод рентгеновской вычислительной микротомографии

В основе метода рентгеновской вычислительной микротомографии (РВМТ) лежит реконструкция (восстановление) пространственного распределения величины линейного коэффициента ослабления (ЛКО) рентгеновского излучения в плоском слое объекта исследования на основе компьютерной математической обработки теневых проекций, получаемых при просвечивании образца рентгеновским лучом по различным направлениям вдоль исследуемого слоя (Хозяинов, Козорезов, 1996).

Величина ЛКО  $\mu$  (см<sup>-1</sup>) любого вещества зависит как от его химического состава и плотности, так и от энергии воздействующего на него гамма-излучения. Для фиксированной энергии гамма-излучения величина ЛКО может быть вычислена по формуле:

$$\mu = \mu_m \cdot \rho, \quad (1)$$

где  $\mu_m$  – массовый коэффициент ослабления гамма-излучения рассматриваемого вещества при той же энергии, см<sup>2</sup>/г;  $\rho$  – плотность вещества, г/см<sup>3</sup>.

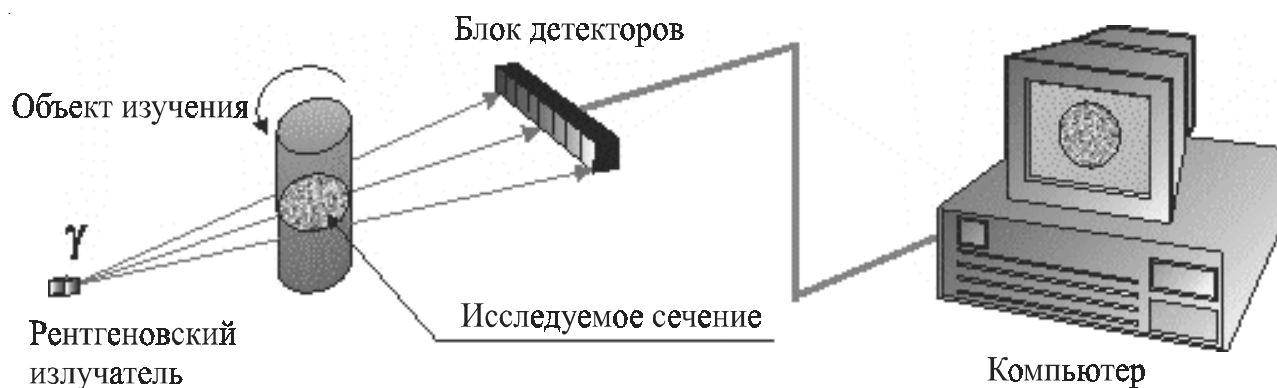
Для вещества со сложным химическим составом величина  $\mu_m$  определяется соотношением

$$\mu_m = \sum_i p_i \mu_{mi}, \quad (2)$$

где  $p_i$  – относительное весовое содержание в минерале (полиэлементном веществе)  $i$ -го элемента, имеющего массовый коэффициент ослабления  $\mu_{mi}$ .

При томографической съемке объект исследования помещается в зону сканирования между рентгеновским источником излучения и детекторами. Томограмму (оцифрованное изображение тонкого плоского слоя) получают

## РЕНТГЕНОВСКАЯ ВЫЧИСЛИТЕЛЬНАЯ МИКРОТОМОГРАФИЯ



### ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МИКРОТОМОГРАФА

Диаметр изучаемых объектов	до 15 мм
Толщина исследуемого слоя	30 мкм
Геометрическая чувствительность	5 мкм
Размер регистрируемых пустот и включений	20-50 мкм
Напряжение рентгеновской трубки	100 кВ
Время сканирования и реконструкции томограммы	7 минут

**Рис. 1.** Принципиальная схема микротомографа ВТ-1 «Геотом».

путем сканирования тонкого плоского слоя объекта. При томографировании образец помещается между рентгеновским излучателем и блоком детекторов (рис. 1). Сканирующее устройство обеспечивает последовательное чередование поперечных по отношению к рентгеновскому лучу и вращательных движений объекта в горизонтальной плоскости. Угол вращения составляет 180° или 360°. Регистрируемые детекторами значения интенсивности излучения позволяют определить величины интегральных проекций линейного коэффициента ослабления (ЛКО) минеральных фаз образца вдоль каждого направления распространения гамма-лучей. Отснятые томограммы обрабатывают по специальным компьютерным программам, в результате чего получают реконструкцию распределения искомым величин ЛКО в изучаемом слое, а также строят трехмерное изображение объекта исследования. Это позволяет проводить неразрушающее изучение внутреннего строения образца: его текстурно-структурных особенностей и фазового состава, так как величина ЛКО в конкретной точке зависит от плотности и элементного состава фазы в той же точке.

Интерпретация результатов исследования, выявление особенностей распределения минеральных фаз (форма и размеры, характер сростаний и др.) осуществляется путем визуального и компьютерного анализа получаемых томограмм и расчета теоретических значений ЛКО

(при расчетах задается химический состав и плотность исследуемых фаз), сопоставляемых с данными предварительного минералогического изучения образцов. Идентификация минеральных фаз образца проводится по величине ЛКО на томограмме с использованием образцов сравнения (медной или алюминиевой стандартизированной проволоки заданного диаметра, обычно 0.4–0.5 мм). Сопоставляются отношения ( $\alpha$ ) амплитуд излучения, прошедшего сквозь рассматриваемые фазы и через образец сравнения (медь или алюминий) с теоретически рассчитанными отношениями величин ЛКО для этих фаз и образца сравнения, применительно к условиям сканирования образца:

$$\alpha_{\text{обр. сравнения}} = \mu_{\text{эсп.}} / \mu_{\text{обр. сравнения}} \quad (3)$$

При расчете теоретических значений ЛКО вводится поправка на немонотонность спектра первичного рентгеновского излучения и на наличие поглощающей среды.

Экспериментальные исследования проводятся на промышленном рентгеновском вычислительном микротомографе ВТ-50-1 «Геотом», изготовленном фирмой ПРОМИНТРО (Россия) специально для решения геологических задач. Томограф управляется персональным компьютером, обеспечивающим автоматизацию процесса сканирования, визуализацию, обработку,

анализ и архивацию томограмм. Источником рентгеновского излучения является микрофокусный рентгеновский аппарат типа РЕИС-150М, оснащенный электростатической и магнитной системами фокусировки электронного пучка и воздушной системой охлаждения мишени. Конструкция томографа позволяет проводить рентгеномографическую съемку в четырех режимах по величине диаметра зоны сканирования: 2.5; 5.0; 10.0; 15.0 мм. Микротомограф имеет автономную биологическую защиту, отвечающую необходимым требованиям норм радиационной безопасности. Ограничения метода определяются конструктивными особенностями микротомографа и реализуемыми алгоритмами обработки данных. Исследование проводится в три этапа:

1) просвечивающая рентгенографическая съемка всего объекта (или его части) как предварительный анализ внутреннего строения;

2) съемка томограммы по выбранному сечению в образце;

3) расчет экспериментальных и теоретических значений ЛКО для определения фаз и выявления структурно-текстурного рисунка исследуемого образца. Во ВНИИгеоситем разработана оригинальная программа анализа изображений «TomAnalysis» (Зинченко и др. 2003), позволяющая проводить выявление фаз и необходимые расчеты в терминах и параметрах, принятых в минералогии.

### **РВМТ-исследование минеральных объектов**

Рассмотрим примеры РВМТ-изучения вещества при аналитических исследованиях. Рентгеномографический анализ успешно применяется для разных видов минерального и техногенного сырья: марганцевых и железо-марганцевых руд, природных и синтетических алмазов, углеродсодержащих пород, металлургических шлаков цветных металлов, органоминералов (жемчуга, коралла), уникальных объектов. Исследования показали, что РВМТ дает достаточно достоверные данные и в комплексе с традиционными оптическими методами позволяет получать информацию о фазовом составе сырья и его текстурно-структурных характеристиках (гранулометрическом составе и морфометрических параметрах). Метод может быть эффективно использован для решения минералогических задач на разных стадиях геолого-разведочных работ.

**Карбонатные марганцевые руды** — *минеральное сырье для металлургии*. В настоящее время сырьевая база страны по ряду металлов может быть существенно увеличена за счет вовлечения в переработку новых промышленных типов месторождений, которые ранее считались труднообогатимыми и неперспективными (Козловский, 1999). Как правило, такие руды характеризуются сложным вещественным составом и требуют применения комбинированных технологий переработки.

В качестве примера использования РВМТ остановимся на анализе низкокачественных карбонатных марганцевых руд, на долю которых приходится более 90% в балансовых запасах России (Шарков, 2000). Они представляют собой полиминеральные образования, характеризующиеся сложным текстурно-структурным рисунком. С учетом априорных знаний о минеральном составе руд ряда отечественных месторождений были выполнены теоретические расчеты значений ЛКО ( $a_r$ ) для основных рудообразующих минералов. Следует иметь в виду, что некоторые минеральные фазы, прежде всего глинистые, широко развитые в осадочных и гипергенных рудах, имеют перекрывающиеся значения ЛКО. Это обусловлено тем, что слоистые алюмосиликаты характеризуются сложным, часто переменным составом за счет изоморфных замещений и непостоянным количеством структурно несвязанной воды. Поэтому при их идентификации необходимо привлекать данные предварительно проведенного минералогического анализа руды.

В карбонатных марганцевых рудах рентгеномографическим анализом четко фиксируются карбонатные фазы, которые обычно из-за близости их оптических свойств практически не различаются методами оптической микроскопии. Карбонаты марганца представлены минералами дискретного изоморфного ряда кальцит-родохрозит. По поглощению ( $a_r$  равны 2.35–2.9; 2.62–2.73 и 2.80–2.87) в рудах вулканогенно-осадочного генезиса установлено три разновидности родохрозита и три разновидности манганокальцита ( $a_r$  равны: 1.14–1.28; 1.34–1.45; 1.60–1.88), которые присутствуют в тесной ассоциации.

Несколько иная картина наблюдается в рудах осадочного генезиса, в которых также присутствуют манганокальцит и родохрозит нескольких разновидностей, однако их структурные взаимоотношения как между собой, так и с

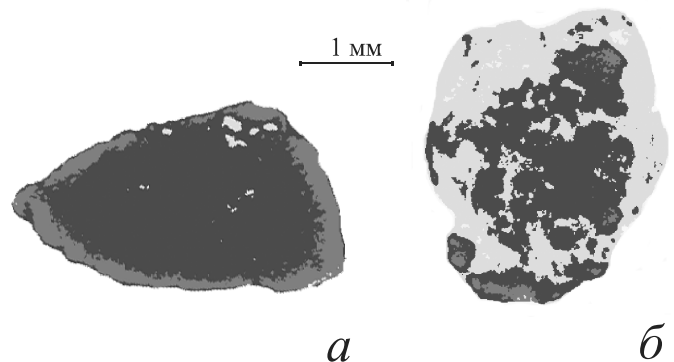
## РЕНТГЕНОВСКАЯ ВЫЧИСЛИТЕЛЬНАЯ МИКРОТОМОГРАФИЯ

**Таблица 1.** Данные томографического исследования карбонатных марганцевых руд вулканогенно-осадочного генезиса

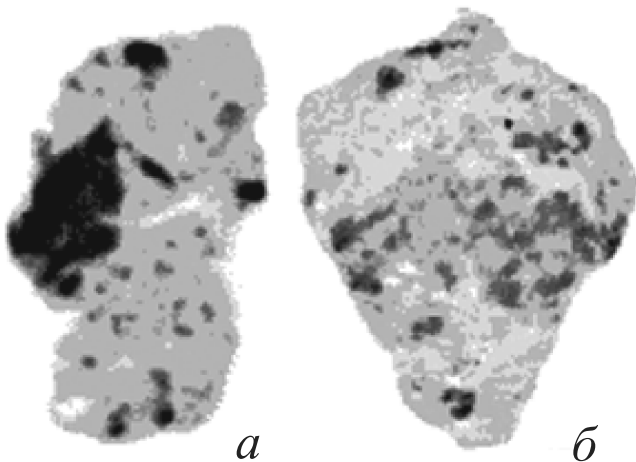
№ серии	Класс крупности, мм	Выделяемые минеральные фазы и их $\alpha$ , (А1-образец сравнения)									
		0.37	0.60-0.76	1.10-1.25	1.41-1.45	1.78-1.92	2.11-1.30	2.35-2.44	2.80-2.87	3.02-3.06	-
1	-15 ? +10										
2	-10 ? +6		0.96-1.03	1.14-1.28	1.34-1.44	1.60 1.76-1.81	2.16-2.22	2.30-2.49	2.62-3.00	3.07; 3.70; 3.93; 4.31; 4.51; 4.72	5.73; 6.8; 10.80
3	-3.2 ? +1					1.62, 1.86-1.97	2.03-2.22		3.11	3.30-3.54	-
Минералы	Поры	Глинистые минералы	Кальцит, марганцовый кальцит	Манганокальцит-1	Манганокальцит-2	Родохрозит III генерации	Родохрозит II генерации	Родохрозит I генерации	Оксиды и гидроксиды Mn (зерна)		

породообразующими минералами более четкие (табл.1, рис. 2, 3). При необходимости в рудах методом РВМТ можно проводить гранулометрический анализ и определять морфометрические характеристики (Якушина и др., 2001; МР НСОММИ, 2001).

Отметим, что именно методом РВМТ с использованием компьютерной обработки изображений по программе «Tom-Analysis» удается установить не только содержание, но и характер распределения силикатов марганца в родохрозите и манганокальците в рудах вулканогенно-осадочного и метаморфогенного генезиса. Это имеет принципиально важное значение, так как оптическими методами не всегда удается различить эти минералы из-за близости их оптических свойств. Полученные данные позво-



**Рис. 3.** Томограммы обломков карбонатной марганцевой руды: *a* - существенно родохрозитового состава (родохрозит, опал); *б* - карбонатно-глинистого состава: (родохрозит, слоистые алюмосиликаты, опал).

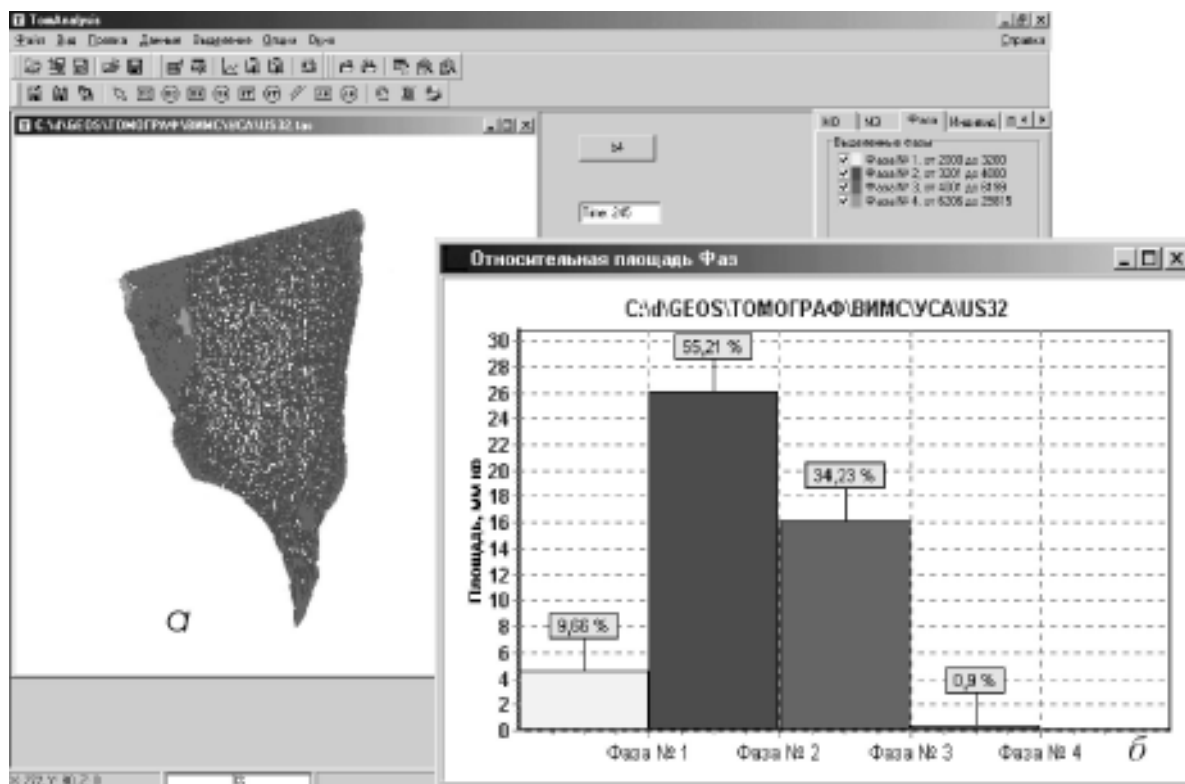


**Рис. 2.** Томограммы образцов полиминеральных агрегатов карбонатных руд Тыньинского месторождения песчано-глинистой (*a*) и карбонатно-глинистой (*б*) разновидностей, сложенных родохрозитом (серое), глинистыми минералами, в том числе глауконитом (светло-серое), опалом (белое), точечные включения пирита – черное.

лили однозначно решить вопрос о невозможности удаления силикатов марганца из рудных карбонатных минералов механическими методами (рис. 4).

Известно, что сведения такого рода можно получить лишь при изучении сырья дорогостоящими прецизионными методами, например, электронно-микроскопическими, тогда как применение РВМТ позволит с меньшими затратами получать такую информацию об изучаемом объекте.

**Алмазы (природные и синтетические) – нерудное драгоценное сырье.** Ведущим сырьем, имеющим стратегическое значение для экономики страны, являются алмазы для целей экономических, технических, ювелирных. Развитие промышленности привело к росту добычи природных алмазов, а вместе с тем совершенствование технологий синтеза алмаза позволило



**Рис. 4.** Результат обработки томограммы образца родохрозитовой руды вулканогенно-осадочного генезиса Усинского месторождения по программе «Tom-Analysis» (разделение фаз и определение их процентного соотношения): а - томограмма и б - гистограмма. На изображениях: родохрозит I генерации – средне-серое, родохрозит II генерации – темно-серое, силикаты марганца – светло-серое, гидроксиды марганца – серое (наименьшее количество).

заменить природные алмазы во многих отраслях техники. Синтетические алмазы ювелирного качества являются также и главным геммологическим объектом для имитации, подделки, облагораживания и синтеза искусственным путем, хотя до настоящего времени промышленный синтез алмаза ювелирного качества не являлся достаточно рентабельным. Поэтому эффективные методики неразрушающей диагностики и распознавания признаков облагораживания природных и синтетических алмазов, исследования качества алмазного сырья, определения включений в алмазах «в рубашке» (т.е. с непрозрачной оболочкой) являются сегодня востребованными промышленностью и другими отраслями экономики.

Было выполнено рентгеномографическое исследование ряда образцов (в кристаллах и в огранке) природных, синтетических алмазов и имитаций, в том числе эталонной коллекции синтетических аналогов алмаза GIA (Геммологического института США). Эталонная коллекция включает самые распространенные имитации алмаза, используемые мировой ювелирной промышленностью.

Задачами исследования было сравнение рентгеномографических характеристик алмаза и его имитаций, выявление внутренних неоднородностей изучаемых кристаллов, включений твердых фаз и идентификация состава включений.

В табл. 2 приведены значения ЛКО ( $a_3$ ) природных и синтетических алмазов в сравнении с основными видами имитаций, из которой можно заключить, что алмаз легко и однозначно диагностируется и отличается от имитаций методом рентгеномографии, даже от муассонита, являющегося на сегодняшний день наиболее близкой к алмазу имитацией.

Исследование характера нахождения включений в природных и синтетических алмазах (рис. 5) показало, что включения распределяются в кристаллах неравномерно и, скорее всего, приурочены к зонам роста. При этом, в зонах разного цвета (соответственно, с разным содержанием и характеристикой дефектов) коли-

Таблица 2. Данные рентгенотомографического исследования алмаза и его имитаций

Название	Формула	$\alpha_3$ (Cu-образец сравнения)	$\alpha_3$ (Al-образец сравнения)
Алмаз природный	C	0.04	0.55
Алмаз синтетический	C	0.04	0.55
Фианит (кубич. цирконий)	(Zr, Hf)O <sub>2</sub>	0.87	12.44
Гадолиний-галиевый гранат (ГГГ)	Gd <sub>3</sub> Ga <sub>5</sub> O <sub>12</sub>	1.23	17.85
Иттрий-алюминиевый гранат (ИАГ)	(TR) <sub>3</sub> Al <sub>2</sub> [AlO <sub>4</sub> ]	0.46	6.57
Титанат стронция	SrTiO <sub>3</sub>	0.53	7.58
Рутил (синт.)	TiO <sub>2</sub>	0.20	2.86
Шпинель (синт.)	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	0.07	1.01
Корунд (синт., лейкосапфир)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.08	1.14
Муассонит	$\alpha$ -SiC	0.098	1.40

чество включений различно, это позволяет говорить о наличии различных генераций включений. Для синтетических алмазов было установлено, что включения представляют собой чешуйки вещества, иногда с кристаллографическими очертаниями, и ориентированы по зонам роста, преимущественно октаэдра (Геологическое изучение и использование недр, 2003).

Высокая «прозрачность» алмаза для рентгеновских лучей и, как следствие, высокая контрастность поглощающих минеральных включений являются большим преимуществом данного метода при исследовании непрозрачных разновидностей алмаза. Например, в непрозрачном кристалле контуры «кристаллов в кристалле» трассированы мелкораспыленными поглощающими включениями. Без применения рентгеновской томографии внутренние кристаллы обнаружить было бы почти невозможно из-за недостаточной прозрачности образца.

**Каменные угли – энергетическое сырье.** В настоящее время возросли экологические требования к качеству используемых в промышленности углей (Минеральное сырье, 1997). В рамках изучения энергетических углей с целью прогнозной оценки их качества по содержанию минеральной составляющей, отвечающей за зольность и сернистость, было проведено рентгенотомографическое исследование каменных углей ряда месторождений России.

Методом рентгенотомографии установлено, что угли Хакассии подразделяются по величинам отношений линейного коэффициента ослабления рентгеновского излучения (ЛКО) и морфоструктурным картинам на томограммах на три группы (рис. 6, табл. 3), что согласуется с данными оптической микроскопии – дюреноклареновые, дюреновые и клареновые.

Среди изученных образцов наиболее четко разделяются однородные по структуре угли на

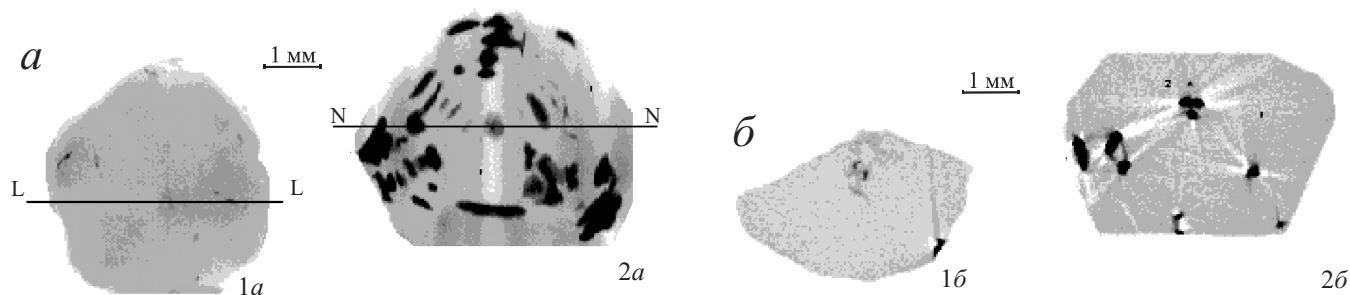


Рис. 5. Томограммы природных (а) и синтетических (б) алмазов. а - обломок кубоктаэдрического кристалла алмаза: 1а - рентгенограмма; 2а - томограмма по сечению LL. В центральной части кристалла - включение твердой фазы. б - синтезированный монокристалл алмаза: 1б - рентгенограмма; 2б - томограмма по сечению NN. Включения металлической фазы (шихта).

Таблица 3. Типизация углей по данным рентгенотомографического исследования

Тип угля	№ серии	Выделенные фазы, их $\alpha_s$ (Al-образец сравнения) и содержание, в %.							
		Поры, микро-трещины	Осн. масса: витринит, инертинит и экзинит	Микрокомп группы витринита	Минералы-примеси в основной массе угля				
					Слоистые алюмосиликаты	Монтмориллонит	Кварц	Карбонаты	Сульфиды
Дюрено-клареновый	1	<0.15	0.22-0.25	0.32-0.45	0.53-0.56	–	0.96-1.20	2.20-2.29	3.20
Дюреновый	2	<0.15	0.19-0.21	0.49-0.59	–	0.89-0.95	1.18	2.19	–
	3	<0.15	0.17-0.18	0.23-0.31	–	0.71-0.94	–	2.14	–
	4	<0.15	0.17-0.20	–	0.45-0.48	–	–	–	–
	5	<0.15	0.2-0.23	–	–	–	–	–	–
	6	<0.15	0.2-0.22	0.37-0.40	–	0.90	–	–	–
Клареновый	7	<0.15	0.17-0.19	0.21-0.28	0.56-0.59	–	–	–	–

дюреновые и клареновые типы. При этом, первые характеризуются наличием фаз с меньшими коэффициентами ослабления рентгеновского излучения, вторые — повышенными. Кроме того, метод РВМТ позволяет получить информацию о характере распределения минеральной составляющей в углях, отвечающей за их зольность и сернистость, а также установить размер минералов, который позволит прогнозировать оптимальную крупность дробления с целью извлечения, например, сульфидов железа. Основные примеси, выделяемые в углях, — это кварц и гидрослюда, в подчиненном количестве присутствуют плагиоклаз, хлорит, карбонаты и пи-

рит. Главная примесь — отвечающий за присутствие и количество серы в углях пирит. Он распространен в гелифицированной основной массе угля и представлен тремя морфологическими разновидностями: среднекристаллической (100–150 мкм), мелкокристаллической (20–100 мкм) и микрокристаллической (менее 20 мкм). По установленной размерности индивидуальных пирита можно давать прогноз оптимальной крупности дробления исходных проб угля (в данном случае — 0.1 мм) в целях максимального извлечения колчеданной серы (Якушина и др., 2003).

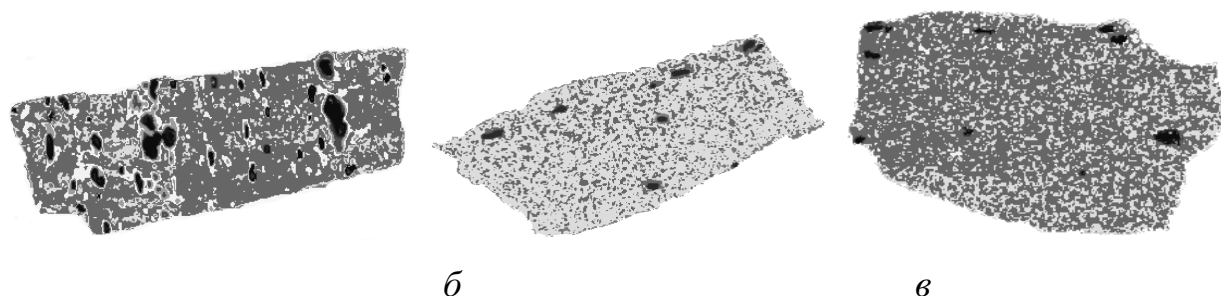


Рис. 6. Томограммы образцов углей: *а* — неоднородный дюреново-клареновый уголь с высоким содержанием минеральных примесей, главным образом сидерита (черное); *б* — однородный уголь дюренового типа, минералы-примеси (черное); *в* — однородный уголь кларенового типа, минералы-примеси в незначительном количестве (черное). На всех рисунках трехкомпонентная основная масса (микрокомпоненты групп витринита, фюзинита и экзинита) — светло-серое, микрокомпоненты группы витринита — темно-серое.



Таблица 4. Данные рентгенотомографического исследования шунгитовых пород

Фаза (минерал)	Шунгитовая порода	Расчетное значение $\alpha_T$ (А1-бразец сравнения)
Углерод	0.50-0.52	0.35-0.45
Кварц	0.76-1.02	0.73-0.8
Прочие фазы, в т.ч. пирит	2.80; 3.57	3.9-4.08

Таким образом, по данным РВМТ можно проводить предварительную типизацию углей и определять оптимальную крупность дробления (по извлечению зольных микрокомпонентов) в технологических целях.

**Шунгитовые породы** – нетрадиционное минеральное сырье, используемое в экологических целях. Углеродсодержащие шунгитовые породы применяются в качестве сорбционного материала для очистки сточных вод от нефтепродуктов и фенолов (Минеральное сырье, 1998). Рентгенотомография применялась для определения фазового состава и структурных особенностей исходной породы и термомодифицированных образцов шунгитовых сорбентов. Шунгитовые породы (уникальный по составу и структуре природный композит – равномерное распределение высокодисперсных кристаллических силикатных частиц, средний размер которых около 1 мкм в аморфной углеродной матрице) обладают рядом перспективных технологических свойств. Они представляют интерес как комплексный сорбент, катализатор или носитель катализаторов, обладающий одновременно свойствами углеродных и силикатных материалов. В настоящее время продолжается изучение возможности использования шунгитовых пород как сорбционных и каталитических

материалов для очистки сточных вод (от нефтепродуктов, фенолов) и газовых выбросов (окисление CO до CO<sub>2</sub>).

Согласно имеющейся классификации шунгитовых пород (ШП), выделяется 5 их разновидностей по содержанию углеродистого и кремнистого вещества (Минеральное сырье, 1998), наиболее богатой из которых является III разновидность с содержанием C 20-30 % и SiO<sub>2</sub> 70-80 %.

Исследовалась исходная шунгитовая порода III-ей разновидности Зажогинского месторождения (Медвежьегорский район Карелии), из которой затем были получены шунгитовые сорбенты дроблением и фракционированием до класса крупности –5.0+2.5 мм в образцах термически модифицированных при температурах 411, 528 и 750°C. Температуры обработки были выбраны на основе термографического исследования исходной шунгитовой породы. Рентгенотомографическим анализом установлено, что основная масса исходных пород сложена шунгитом и кварцем, количественное соотношение которых непостоянно. На томограммах (рис. 6) четко фиксируются фазы шунгита с ЛКО 0.45-0.55 и кварца с ЛКО 0.73-1.02. Данные рентгенотомографического анализа приведены в табл. 4.

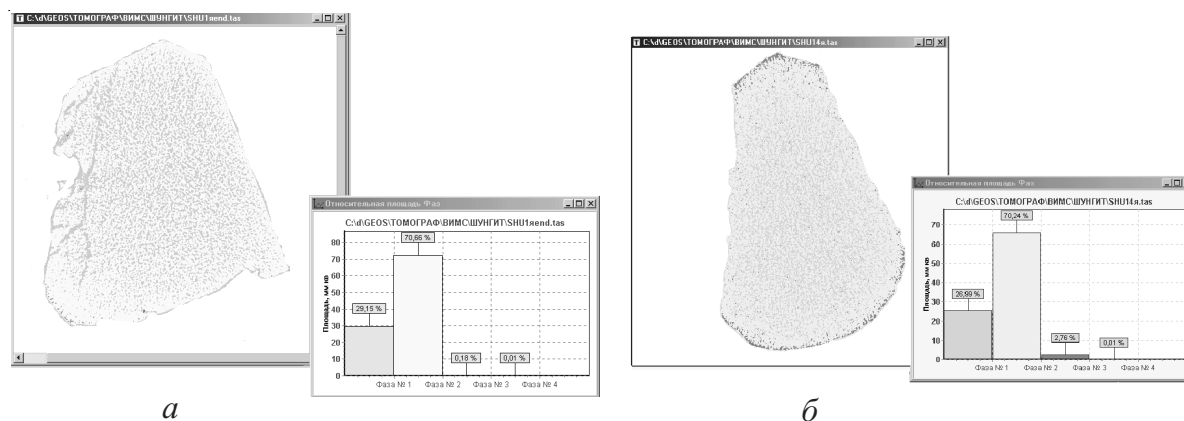


Рис. 7. Рентгенотомографическое исследование шунгитовой породы, обработка по программе «Tom-Analysis»: а, б – два различных образца. На изображениях: углеродистое вещество – темно-серое, кварц – светло-серое, сульфидные фазы, в том числе пирит – черное.

**Таблица 5.** Данные рентгеномографического исследования металлургических шлаков

Фазы	Значения $\alpha$ (Cu-образец сравнения)	Значения $\alpha$ (Al-образец сравнения)
Стекло-I	0.05-0.06	0.70-0.95
Стекло-II (матрица)	0.11-0.12	1.57-1.72
Зональный индивид: внешняя зона	0.19	2.71
внутренняя зона	0.20 и 0.24	2.86 и 3.43
Фаза-1	0.24	3.43
Фаза-2	0.29	4.12
Фаза-3	0.30	4.30
Фаза-4	1.40	20.02

Компьютерная обработка экспериментально полученных томографических изображений по программе Tom-Analysis позволила установить, что кремнистая матрица насыщена тонкодисперсным шунгитом, а также количественное соотношение этих фаз (Крылов И.О. и др., 2002). Выявлены также и другие минеральные фазы: пирит, карбонаты, глинистые минералы.

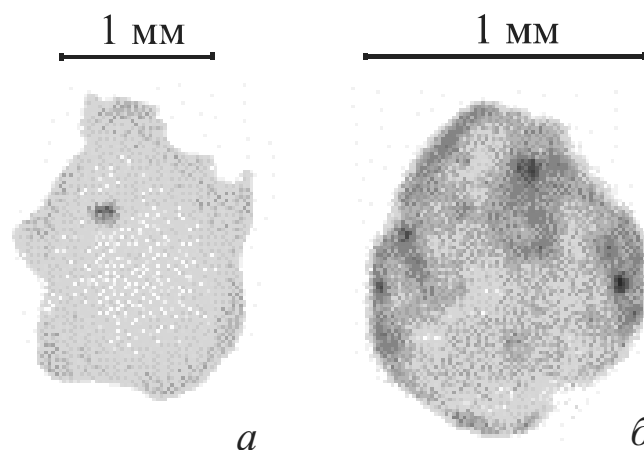
Таким образом, рентгеномография визуализировала характер и зональность распределения углеродистой и кремнистой фаз в шунгитовой породе.

**Металлургические шлаки** – техногенное минеральное сырье. Металлургические отходы, в частности шлаки, представляют собой один из типов техногенного сырья. Они обычно содержат медь, свинец, цинк, никель, золото, серебро, редкие металлы. Из лежалых шлаков отечественных предприятий можно извлечь тысячи тонн никеля, кобальта, олова, свинца, десятки тысяч тонн меди, сотни тысяч тонн цинка, миллионы тонн железа. Шлаки, получаемые при металлургическом переделе руд цветных металлов, существенно отличаются по вещественному составу и свойствам от природных руд, поэтому при прогнозировании технологического процесса их переработки необходимо знание фазового состава, особенностей распределения форм полезных компонентов, их взаимоотношения с основной шлакообразующей фазой – стеклом.

РВМТ-анализ никельсодержащих шлаков проводился в рамках изучения их вещественного состава с целью определения характера распределения техногенных фаз для полного извлечения из них полезных компонентов,

после чего, при отсутствии токсичных фаз, последние можно использовать как сырье, например, для изготовления строительных материалов. Материал исходной пробы крупностью +1 мм представлен стеклом, в котором неравномерно распределены включения рудных фаз, а также иногда присутствуют зерна кварца, хлорита и талька. Содержание никеля в пробе составляло 0.16%, кобальта 0.031% и железа 16.42%.

Методом РВМТ (Cu-образец сравнения) в стекле фиксируются сильнопоглощающие фазы в виде округлых выделений размером 110-120 мкм, количество которых не превышает 2-3%



**Рис. 8.** Томограммы металлургических шлаков: *а* – черный шлак, выделяется двойная фаза треворит-магнезиоферрита (черное) в ореоле оксидов железа (темно-серое), размер внешней зоны 120x160 мкм; *б* – буро-коричневый шлак, являющийся агрегатом треворита, с зернами магнезиоферрита (темное), размер зерен 709-120 мкм.

**Таблица 6.** Рентгенотомографическое исследование органогенных объектов и их имитаций

Объект исследования	Значения $\alpha$ , (Al-образец сравнения)
Жемчуг натуральный, накра	1.25-1.40
Жемчуг культивированный, накра	1.25-1.40
Перламутр створки моллюска	1.35-1.50
Стеклянная имитация жемчуга	0.73-0,88
Пластмассовая имитация жемчуга	0.28-0.50
Коралл природный	1.40-1.60
Пластмассовая имитация коралла	0.35-0.60
Кальцит (арагонит)	1.25-1.50
Стекло (кварц)	0.70-0.95

объема сканированной зоны образца. Иногда в стекле присутствуют фазы зонального строения, внутренняя часть которых имеет более высокий коэффициент ослабления рентгеновского излучения (ЛКО) и обладает большим рентгеновским поглощением по сравнению с внешней зоной. Размер внутренней зоны составляет 50 мкм, а внешней – 20 мкм (рис. 8).

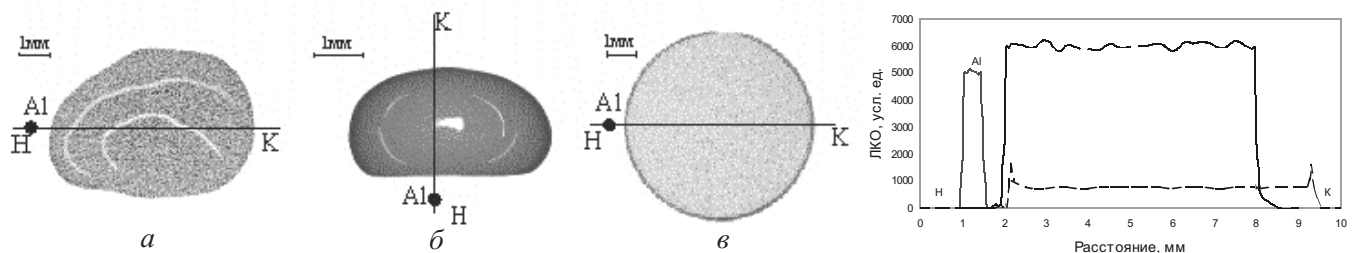
Данные по рентгенотомографии металлургических шлаков приведены в табл. 5 (значения отношений  $a/Al$ -образец сравнения пересчитаны по экспериментальным величинам ЛКО  $Si$ -образца сравнения).

Дальнейшее минералогическое исследование показало, что такие выделения состоят из нескольких железистых фаз. Железосодержащий агрегат размером 1.1 мм характеризовался неоднородным строением, что свидетельствовало о присутствии в нем нескольких фаз, отличающихся в основном содержанием железа. ЛКО основной фазы – матрицы агрегата (представлена магнетиоферритом)  $\alpha_3 = 1.4$  явно выше, чем стекловатой матрицы  $\alpha_3$  и у стекла ( $SiO_2$ ,  $\alpha_T = 0.5-0.6$ ). Присутствующие промежуточные

фазы образовались, по-видимому, в результате замещения основной рудной фазы (Ожогина и др., 2002).

Таким образом, метод РВМТ уже на начальном этапе исследований выявляет характер распределения основных полезных техногенных фаз в шлакообразующей массе, было установлено гетерогенное строение главной рудной фазы, обусловленное присутствием нескольких железистых фаз в рудных агрегатах треворит-магнетиоферритового состава. Полученные данные позволяют оптимизировать дальнейшие исследования при изучении возможности обогащения и переработки металлургических шлаков цветных металлов.

**Жемчуг, коралл** – органогенные минералы, ювелирное, коллекционное сырье. Диагностика органогенных минералов проводится по характеристикам их внутреннего строения, о характеристиках которого необходимо получать достоверные сведения. Для геммологических испытаний используемые методы должны быть неразрушающими, анализ желателен проводить при комнатной температуре и без нагре-



**Рис. 9.** Распределение величин ЛКО (справа) вдоль отрезков НК на томограммах (слева): *a* - натуральный жемчуг, *б* - безъядерный жемчуг, *в* - имитация.

вания образца. В этих целях для жемчуга традиционно применяются эндоскопия, радиография и метод Лауэ; однако, эти методы не всегда эффективны, особенно для «безъядерного» культивированного или окрашенного жемчуга (Kennedy, 1998; Strack, 2001).

Проведенные исследования позволили разработать новую методику исследования внутренней структуры и диагностики органогенных минералов (жемчуга, коралла) с помощью метода РВМТ. В экспериментах образцом сравнения была стандартизированная алюминиевая проволока. В геммологической практике данный метод ранее не применялся (Якушина и др., 2000). Экспериментальные величины ЛКО приведены в табл. 6.

Метод РВМТ четко фиксирует различие внутреннего строения натуральных и культивированных жемчужин и отличие их от имитаций (рис.9). Природный жемчуг является продуктом жизнедеятельности моллюсков, состоит в основном из карбоната кальция (в форме арагонита) и органического вещества конхиолина (разновидность протеина); перламутр створок раковин моллюсков сложен карбонатом кальция (в форме кальцита); коралл также является продуктом жизнедеятельности организмов (кальцит). Для жемчуга (натурального и культивированного) установлено, что ЛКО перламутра жемчуга (накры) имеют значения 1.25-1.40, что близко к таковым для арагонита и кальцита, и для перламутра створок раковин моллюсков – 1.35-1.50. Значения ЛКО имитаций жемчуга существенно ниже, чем у природного (натурального, культивированного) жемчуга: 0.28-0.50 для пластмассовых (ниже стеклянных); 0.73-0.88 для стеклянных (выше пластмассовых). Имитации жемчуга не имеют зональной структуры.

Томограммы натуральных жемчужин выявляют картину концентрически-скорлуповатой зональности роста и отсутствие затравочной области в центре жемчужины. Томограммы культивированного ядерного жемчуга выявляют четкую структуру: наличие геометрически правильного ядра со значением ЛКО, близким кальциту, и окружающий его слой перламутра накры. У ряда ядер в ряде случаев наблюдается слоистая структура, характерная для створок раковины моллюска, из которого обычно изготавливаются ядра культивированной жемчужины. Томограммы безъядерного культивированного жемчуга фиксируют наличие в цент-

ральной области жемчужины: слабо поглощающее рентгеновские лучи (светлое) несколько удлиненное пятно (это область мумифицированной затравочной ткани мантии моллюска) и концентры роста, как у натурального жемчуга, но их обычно меньше и они существенно реже расположены.

Природный коралл имеет значения ЛКО несколько выше, чем жемчуг – 1.40-1.60. При этом если жемчуг имеет концентрически-зональное строение (особенно четко выраженное у натурального), то коралл не имеет выраженной зональной структуры (рис. 10), ее можно охарактеризовать скорее как «зернистую». Имитации коралла (прессованный, синтетический коралл) не обладают зернистой структурой природного коралла.

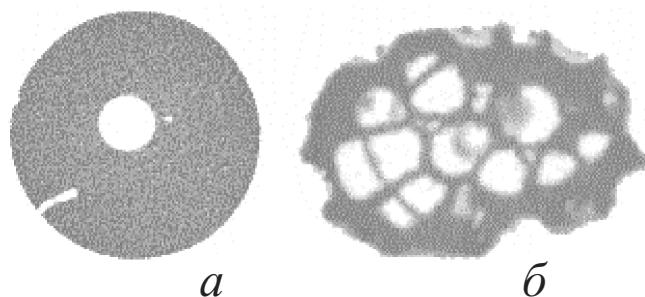


Рис. 10. Томограммы природного коралла: а - бусина, б – обломок губчатого коралла.

Метод РВМТ позволяет экспрессно, недеструктивно и информативно проводить диагностику жемчуга, а именно: *во-первых*, устанавливать (1), жемчужина это или имитация; (2) какое происхождение имеет жемчужина – натуральное или культивированное; (3) способ культивации жемчужины (ядерный или безъядерный). *Во-вторых*, измерять размер ядра и толщину культивированного слоя; выявлять наличие внутренних пустот и давать рекомендации по направлению сверления отверстия и креплению жемчужины, чтобы не был нанесен ущерб внешнему виду (не был разрушен культивированный перламутровый слой накры); устанавливать химическую прокраску черного жемчуга; получать рентгеноматомограмму – образ внутреннего строения – как индивидуальный «паспорт», или привязку, прежде всего для особо ценных или уникальных жемчужин. *В-третьих*, в результате РВМТ анализа получает физически объективные данные, и интерпретация результатов не зависит от визуального опыта эксперта, проводящего диагностику; полученные резуль-

таты документируются в виде картинок и цифровых файлов.

Представляется перспективным применять метод РВМТ для экспресс-анализа жемчуга и других органогенных объектов при решении задач прикладной геммологии.

### Выводы

Принимая во внимание преимущества рентгеновской вычислительной микротомографии (недеструктивность, что позволяет изучать морфоструктурные характеристики минеральных индивидов в естественном окружении; отсутствие этапа предварительной пробоподготовки и экспрессность метода), он может использоваться при минералогических исследованиях природных и техногенных объектов на разных стадиях геологоразведочных работ, в геммологической экспертизе.

Предлагается использовать РВМТ на начальном этапе лабораторных минералогических исследований, поскольку рентгенотомография дает оперативную информацию и позволяет выявить главные особенности минерального состава сырья уже на предварительном этапе, определить оптимальный комплекс задач и методов дальнейшего изучения, существенно сократив тем самым время (и затраты) на минералогические исследования.

Проведенные исследования показывают, что включение рентгеновской вычислительной микротомографии в комплекс методов исследования может существенно повысить эффективность минералогических исследований на всех стадиях геологоразведочных работ.

Минералогические исследования проводились совместно с отделом минералогии ВИМС им.Н.М.Федоровского; образцы алмазов предоставлены геологическим факультетом МГУ им.М.В.Ломоносова. Автор признателен своим коллегам, принимавшим участие в работе.

### Список литературы

Геологическое изучение и использование недр // Информационный сборник. М.: Геоинформцентр, 2003. Вып. 5,6. С.38-53.

Диагностика жемчуга и его имитаций методом рентгенотомографического анализа // Методические рекомендации № 145. Утверждены НСОМИ/ Составители: Якушина О.А., Осипов М.Л., Хозяинов М.С. М.: ВИМС, 2001. 15 с.

Инструкция для пользователя по обработке изображений с помощью программы «Tom-Analysis» (на примере геммологических образцов) / Утверждена ГНЦ РФ ВНИИгеосистем / Составители: Зинченко С.В., Козорезов Е.В., Хозяинов М.С., Якушина О.А. М.: ВНИИгеосистем, 2003. 44 с.

Козловский Е.А. Минерально-сырьевые проблемы России накануне XXI века. М.: Русский биографический ин-т, 1999. 401 с.

Крылов И.О., Якушина О.А., Луговская И.Г. и др. Комплексование минералогических и физико-химических методов при изучении шунгитовых сорбционных материалов // Геоинформатика. 2002. № 3. С. 43-48.

Минеральное сырье. Сырье техногенное // Справочник / Туманова Е.С., Туманов Р.Р. М.: ЗАО «Геоинформмарк», 1998. 44 с.

Минеральное сырье. Уголь // Справочник / Косинский В.А., Корнилоов Ю.Н., Поляковская Е.И. и др. М.: ЗАО «Геоинформмарк», 1997. 63 с.

Неразрушающий контроль. В 5-ти кн. / Под ред. В.В. Сухорукова. М.: Высшая школа, 1993. 329 с.

Ожогина Е.Г., Броницкая Е.С., Ануфриева С.И. и др. Анализ и выбор способов переработки металлургических шлаков // Цветные металлы. 2002. № 8. С. 26-30.

Рентгенотомографический анализ карбонатных марганцевых руд // Методические рекомендации № 146. Утверждены НСОМИ. Составители: Якушина О.А., Ожогина Е.Г., Броницкая Е.С. и др. М.: ВИМС, 2001. 19 с.

Хозяинов М.С., Вайнберг Э.И. Рентгеновский микротомограф как инструмент изучения образцов горных пород // Материалы Межд. научн. конф. «Геофизика и современный мир» М.: ВИНТИ, 1993. С. 255.

Хозяинов М.С., Козорезов Е.В. Неразрушающий анализ структуры минеральных образований с использованием рентгеновского компьютерного микротомографа. М.: ВНИИгеоинформсистем, 1996. 71 с.

Шарков А.А. Минерально-сырьевая база марганца России и проблемы ее использования // Разведка и охрана недр. 2000. № 11. С. 15-19.

Якушина О.А., Ожогина Е.Г., Броницкая Е.С. и др. Рентгенотомография карбонатных марганцевых руд Тынынского месторождения // Руды и металлы. 2001. № 4. С. 53-60.

Якушина О.А., Ожогина Е.Г., Серов И.В., Хозяинов М.С. Использование рентгенотомографии и анализа изображений для минералого-

## ЯКУШИНА

технологической оценки углей // Материалы Межд. конф. «Углерод: минералогия, геохимия и космохимия». Сыктывкар, 2003. С. 290-292.

Якушина О.А., Осипов М.Л., Козорезов Е.В., Хозяинов М.С. Комплексная диагностика жемчуга с применением метода рентгеновской вы-

числительной микротомографии // Вестник геммологии. 2001. № 1. С. 11-15.

Kennedy S.J. Pearl identification // Australian gemologist. 1998. V. 20. № 3. P. 2-19.

Strack E. Perlen. Dьsseldorf-Germany: Rьhle-Diebener-Verlag, 2001. 696 p.

## X-Ray Computed Microtomography: Prospects For Mineralogical Studies

**O. A. Yakushina**

*State Scientific Research Center of Russian Federation – All-Russian Research Institute for Geological, Geophysical and Geochemical Systems (VNIIGeosystem), Moscow, 117105, Varshavskoye shosse, 8. tel.(095) 954-53-50 fax: (095) 958-37-11; e-mail: vniigeosystem@geosys.ru*

The X-ray Computed Microtomography technique for investigation of the internal texture-structural peculiarities has been described, and the examples of its application for working out the tasks applied mineralogy. Natural and technogenic raw material has been investigated, namely manganese and manganese-ferrous carbonate-bearing ores, natural and synthetic diamonds, carbon-bearing ores, metallurgic slakes, organogeneous minerals (pearls, corals), etc. Measurement and calculation of morphometric and granulometric characteristics may be carried out for heterogeneous mineral matter. Data obtained confirm efficiency of this method for geological objects analysis.