

УДК 550.93+535.377(549.514.51+549.651)

Кай ВАРЕС

НЕКОТОРЫЕ МИНЕРАЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ТЛ-ДАТИРОВАНИЯ И ПРОБЛЕМЫ ПОДГОТОВКИ ОБРАЗЦОВ

Методика термолюминесцентного (ТЛ) датирования четвертичных отложений предъявляет довольно высокие требования к лабораторной подготовке датируемого материала. Это связано с тем, что датируют на основе ТЛ-свойств конкретного минерала (кварц, полевой шпат), а также с тем, что методика ТЛ-датирования т. н. крупной фракции (размер зерен более 0,05 мм, иногда до 0,5 мм) требует удаления с поверхности и из трещин зерен слоя не менее 0,02 мм. Последнее неизбежно, чтобы избавиться от продуктов выветривания и влияния α -компонента внешней природной (радиоактивной) дозы на измеряемую ТЛ. По мнению некоторых исследователей, этот компонент составляет до 80% из общей внешней дозы, но методически его трудно определить.

В Институте геологии АН ЭССР для датирования четвертичных отложений различного генезиса используют кварц (КВ) (Хютт и др., 1977, и др.) и калиевые полевые шпаты (КПШ). Размер ситовой фракции обычно 0,1—0,16, реже 0,1—0,3 мм; плотностная фракция (ρ) составляет для КВ 2,62—2,68 г/см³, для КПШ <2,59 г/см³. Для снятия поверхностного слоя и удаления из плотностной фракции лишних минералов (в основном карбонатов, плагиоклаз, слюд) используют обработку в кислотах (HCl и HF в разных концентрациях) с одновременным или последующим воздействием ультразвука. При обилии слюд дополнительно применяется магнитная сепарация, но, к сожалению, из наших проб в магнитную фракцию со слюдами иногда выходил и более чистый КПШ (данные оптической микроскопии).

В последующем нам хотелось бы обратить внимание исследователей на некоторые проблемы, связанные с качеством приготовления проб для ТЛ-измерения. Предполагаем, что с ними следует считаться во избежание ошибок при датировании.

1. Отверстия большинства сит квадратные, а зерна минералов различной конфигурации, даже в хорошо окатанном материале несколько эллипсоидальны. Значит, размер многих зерен просеянной фракции крупнее стандартного диаметра отверстия сита и их средний размер повышен, даже если сита качественные. Так, во фракциях >0,1 мм размер зерен в среднем на 0,03 мм больше среднего по стандарту (рис. 1, табл. 1).

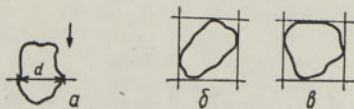


Рис. 1. Примеры истинного ситового диаметра зерен в просеянных пробах: а — вид сбоку; б, в — виды сверху.

2. Растворение поверхностного слоя при обработке кислотой зависит не только от состава минеральных зерен кварца или полевых шпатов (ПШ), но и от генезиса минералов, выветрелости, размеров и конфигурации зерен (табл. 3, 4). Поэтому, особенно при наличии выветривания следует качество приготовленного материала проверять под микроскопом.

Таблица 1

Различие стандартного и действительного ситового размера проб кварца
(определено под микроскопом, увел. $\times 320$), мм

Размер фракции (по стандарту сита)	Средняя ширина ($\bar{x}$) отверстий сита ($\pm 5\%$)	Ситовый диаметр зерен кварца в просеянной фракции		
		$x_{\text{мин}}$	$x_{\text{макс}}$	$\bar{x}$
0,1—0,125	0,1	0,124	0,163	0,141
0,125—0,16	0,125	0,157	0,208	0,180
0,16—0,2	0,16	0,186	0,260	0,220
0,2—0,25	0,2	0,210	0,301	0,256
	0,25			

Таблица 2

Влияние обработки кислотой на размер зерен кварца в
просеянных фракциях песка (измерено под микроскопом), мм

Размер фракции	Ситовый диаметр зерен $x_{\text{мин}} - x_{\text{макс}}$ $\bar{x}$		Уменьшение диаметра зерен ($\bar{x}$)
	до обработки	1 ч в HF _{конц}	
0,1—0,125	$\frac{0,124-0,163}{0,141}$	$\frac{0,105-0,143}{0,121}$	0,02
0,125—0,16	$\frac{0,157-0,208}{0,179}$	$\frac{0,126-0,203}{0,165}$	0,014
0,2—0,25	$\frac{0,210-0,301}{0,257}$	$\frac{0,191-0,285}{0,251}$	0,006

Таблица 3

Влияние кислотной обработки на массу кварца

Размер фракции, мм	Расчетная остаточная масса, % от исход- ного*	Масса после обработки, % от исходного	
		1 ч в HF _{конц}	1,5 ч в HF _{конц}
0,1—0,125	30	44	33
0,16—0,2	47	67	47
0,25—0,315	63	72	55

* По формуле шара, при уменьшении радиуса на 0,02 мм, без учета различий в растворимости и т. п.

Таблица 5

Изменение минерального состава проб при обработке в HF
($q < 2,59 \text{ г/см}^3$)

Режим обработки	Минеральный состав, %*					Индекс кривой ТЛ на рис. 3
	КПШ Ng < 1,527	К-Na ПШ (+ альбит)	Плагиоклазы № № 10—30	КВ	Сильно выветрелые	
20 мин в 5%-ной HF	62	1,9	0	28	8,1	—
20 мин в 10%-ной HF	63	1,3	0	26	9,6	—
20 мин в 15%-ной HF	91	2,7	0,6	4,8	0,9	К
5 мин в 20%-ной HF	48	0,5	0	51	0,9	Н
Контроль (без HF)	49	3,8	10	31	5,9	М

* $\pm 1-2\%$.

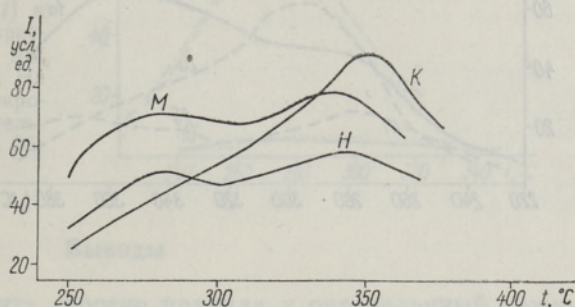


Рис. 3. ТЛ-кривые образцов после обработки в HF (см. табл. 5).

Таблица 6

Состав природных полевых шпатов, определенный с применением различных методик в целях оценки содержания калиевого компонента, %

Образец и место-нахождение	Минералогический состав							Химический состав ($\pm 0,5\%$)		Компонентный состав	
	Оптическая микроскопия ($\pm 1-5\%$)				Рентгеноструктурный анализ ($\pm 10\%$)					КПШ	Альбит
	КПШ	К-Na ПШ	КВ+Пл № 10—30	Выветрелые	КПШ-компонент	Альбитовый компонент	КВ				
Песок Q ₄ (Эстония)	79	12,6	6,3	2,4	—	—	—	12,5	0,62	73	5,2
„	71	1,4	25	2,1	—	—	—	14,1	—	82	—
„	73	6,2	17,5	3,3	—	—	—	11,8	—	69	—
Песок Q ₃ (Акджар)	75	3,0	21	0,7	85	15	0	9,3	1,6	54	13,3
„	90	1,0	8,5	0,5	80 (с Na ⁺)	20	0	13,0	1,0	75	8,5
Дробленные монокристаллы											
Ортоклаз	85	15	<1		>70	<30	0	10,6	2,4	60	20,4
Микроклин					90	≤10	0	9,3	2,5	54	21,2
Санидин					~70	~25	<10				
Альбит		95	5		<10	>90	+	0,28	11,5	<2	97,4

3. Наш опыт показывает, что получить из четвертичных отложений пробу, содержащую только чистокалиевый ПШ (K_2O теоретически около 17%), в практике, к сожалению, невозможно (табл. 6). Однако в некоторых случаях учить содержание калия в пробе методически неизбежно. Так, из-за сложного строения природных ПШ, при ТЛ-датировании по КПШ необходимо определять в каждом образце не только минералогические показатели, но и элементный и структурный составы.

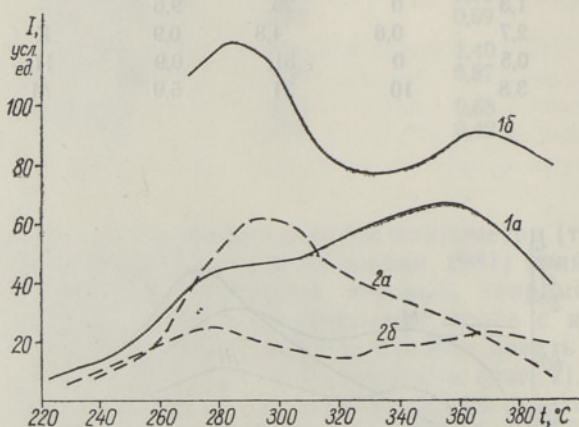


Рис. 4. ТЛ-кривые санидина (1) и альбита (2). Материал природных монокристаллов, а — фракция 0,1—0,16 мм, б — обработан в 10%-ной HF. Состав см. табл. 6.

4. Изучение ТЛ-свойств различных образцов показало, что иногда кислотная обработка значительно влияет на ТЛ-свойства материала (рис. 3, 4). Даже при материале из большого природного монокристалла (музейные образцы), где нет влияния внешнего α -излучения на ТЛ, действие кислоты может оказаться значительным (рис. 4). По данным минералогического анализа, состав образца при обработке существенно не изменился. Правда, по теоретическим представлениям природные монокристаллы по составу не очень однородны, но по номенклатуре ПШ соответствуют своему названию (Трегер, 1980, табл. 6).

Если эти, пока предварительные данные все-же найдут подтверждение на примере других образцов, то в будущем, при датировании по КПШ следовало бы учитывать и структурное строение ПШ (рис. 5). Особенно в том случае, если основной в пробе КПШ содержит много альбитового компонента или является высокотемпературным санидином. Так как ТЛ-свойства КПШ различаются, следует обращать также больше внимания на содержание КПШ с различной упорядоченностью структуры (ортотлаз или микроклин). Свечение микроклина (триклинный КПШ) в данном случае, например, в 15 раз слабее свечения ортотлаза (моноклинный КПШ), хотя их химический состав фактически одинаков. Свечение же моноклинного КПШ санидина, правда, с большим содержанием Na-компонента примеси кварца, около 30 раз слабее свечения микроклина.

Одна из причин получения ошибочных датировок кроется видимо в том, что фракция КПШ четвертичных отложений в большинстве случаев является смесью минералов разных магматических пород. В качестве примера здесь можно привести данные о возрасте отложений Акджарского разреза из Таджикской ССР, датированных нами по КПШ (Варес и др., 1987), где возраст подстилающих слоев в комплексе четвертичных отложений (117 000 лет) получен по ТЛ-датировке моложе надстилающих. Зерна в этом образце более угловатые, чем в других образцах из

этого разреза, некоторые из них с мозаичным погасанием. По данным минералогического анализа фракция КПШ содержит около 7% двойникованных по альбитовому закону зерен. По рентгеноструктурному анализу ортоклаз содержит около 20% изоморфного Na (табл. 6). HF воздействовал на этот материал сильнее, зерна уменьшились почти вдвое.

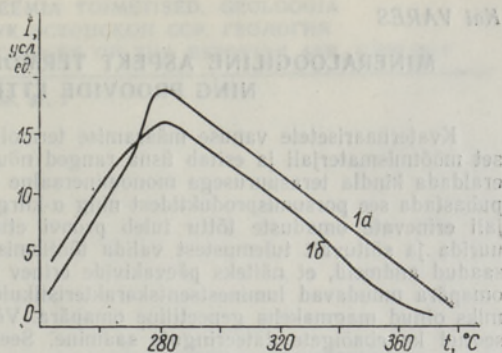
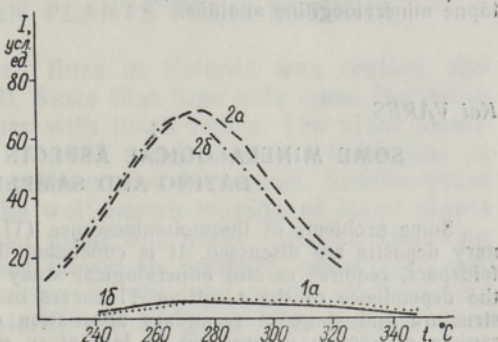


Рис. 5. ТЛ-кривые микроклина (1) и ортоклаза (2). Материал монокристалла: а — фракция 0,1—0,16 мм, б — обработан в 10%-ной HF. На нижнем графике кривые ТЛ микроклина (1а и 1б) даны в сравнительном масштабе с ортоклазом (2а и 2б) по интенсивности.



Выводы

1. Невозможно установить строгие правила и определенный режим приготовления препаратов для ТЛ-датирования, особенно для ПШ. Это затруднено тем, что природный материал часто не обрабатывается согласно теоретическим представлениям. Каждый образец надо изучать отдельно и выбирать наиболее подходящий режим уже в ходе подготовки проб.

2. Режим обработки песчаных фракций кварца (~ 1 ч в HF_{конц}), применяемый в настоящее время во многих лабораториях мира, не гарантирует избавления от влияния α -излучения даже при содействии с ультразвуком потому, что при крупности зерен $> 0,15$ мм толщина растворенного слоя не более 0,01 мм. По той же причине целесообразнее использовать более однородные (узкие) гранулометрические фракции и соответственно отрегулировать время кислотной обработки.

3. Во избежание при датировании ошибок от неоднородности минерального состава все образцы должны контролироваться не менее чем двумя способами — минералогическим и химическим.

ЛИТЕРАТУРА

- Варес К. Х., Кошкина А. А., Сусликов В. Н., Хютт Г. И. Результаты термолюминесцентного датирования плейстоценовых отложений Акджарского разреза (Восточный Памир). — В сб.: Геохронология четвертичного периода. М., 1987 (в печати).
- Сарапик Ю. Некоторые минералогические аспекты термолюминесцентного (ТЛ) датирования по кварцу. — В сб.: Новые методы в геологии Эстонии. Таллин, 1981, 99—115.
- Трегер В. Е. Оптическое определение породообразующих минералов. М., 1980.
- Хютт Г., Варес К., Смирнов А. Термолюминесцентные и дозиметрические свойства кварца из четвертичных отложений. — Изв. АН ЭССР. Хим. Геол., 1977, 26, № 4, 276—282.

MINERALOOGILINE ASPEKT TERMOLUMINESTENTSDATEERIMISEL NING PROOVIDE ETTEVALMISTAMINE

Kvaternaarisetete vanuse määramise termoluminestsentsmeetod nõuab monomineraalset mõõtmismaterjali ja esitab üsna ranged nõuded proovide ettevalmistamisele. On vaja eraldada kindla terasuurusega monomineraalne (kvarts, kaaliumpäevakivid) fraktsioon ja puhastada see porumisproduktidest ning α -kiirgusest mõjutatud kihist. Loodusliku materjali erinevate omaduste tõttu tuleb proovi ettevalmistamisel materjali mikroskoobi all uurida ja sõltuvalt tulemustest valida töötlemisrežiimid raskest vedelikust ja hapetest. On saadud andmeid, et näiteks päevakivide erinev kaaliumisisaldus ja ka lihtsalt struktuuri omapära muudavad luminestsentskarakteristikuid, samuti võib seda põhjustada lähtekivimiks olnud magmakeha geneetiline omapära. Võimalik, et kivimite nende omadustega on seotud ka ebaõigete dateeringute saamine. Seetõttu on soovitatav proovide võimalikult täpne mineraloogiline analüüs.

Kai VARES

SOME MINERALOGICAL ASPECTS OF THERMOLUMINESCENCE DATING AND SAMPLE PREPARATION

Some problems of thermoluminescence (TL) dating of sandy fraction from Quaternary deposits are discussed. It is concluded that the TL dating method, especially for feldspars, requires careful mineralogical study of the prepared material. This is due to the dependence of the resulting TL-curves of the samples upon the genesis, chemical structure and stage of secondary alternation of mineral grains. So the technique and regime of sample preparation in laboratory must be chosen separately for each geological sample to get really adequate probes for TL measuring.

Выводы

1. Для установления строения образца и определения его минералогического состава необходимо провести тщательное исследование. Это исследование должно включать в себя изучение образца под микроскопом, определение его химического состава, а также изучение его структуры и стадии вторичной alteration минеральных зёрен. Так как TL-датирование зависит от происхождения и химического состава минеральных зёрен, то для каждого образца необходимо выбрать соответствующую технику и режим подготовки пробы для TL-измерения.

2. Например, различная концентрация калия в кварце и в полевах приводит к различным TL-кривым. Также структура зёрен и стадия их вторичной alteration влияют на TL-свойства. Поэтому для каждого образца необходимо проводить тщательное минералогическое исследование, чтобы выбрать соответствующую технику и режим подготовки пробы для TL-измерения.

ЛИТЕРАТУРА

- Варес К. А. Кварц и полевые шпаты в археологических памятниках. — В кн.: Археология и этнография. Т. 1. М.: Наука, 1987. С. 10-15.
- Варес К. А. Минералогическое исследование археологических памятников. — В кн.: Археология и этнография. Т. 1. М.: Наука, 1987. С. 16-20.
- Варес К. А. Минералогическое исследование археологических памятников. — В кн.: Археология и этнография. Т. 1. М.: Наука, 1987. С. 21-25.
- Варес К. А. Минералогическое исследование археологических памятников. — В кн.: Археология и этнография. Т. 1. М.: Наука, 1987. С. 26-30.
- Варес К. А. Минералогическое исследование археологических памятников. — В кн.: Археология и этнография. Т. 1. М.: Наука, 1987. С. 31-35.