

МЕТОДИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРНЫХ ОСОБЕННОСТЕЙ ГРАФИТА

Д. В. Вассерман, О. М. Ильичёва

ФГУП «ЦНИИгеолнеруд», г. Казань, atsic@geolnerud.net

Изучена возможность определения структурных характеристик графита комплексом методов: термического и рентгенографического фазового анализа на примере образцов графита Ботогольского месторождения (из коллекции Кузнецова О. Б.). По описанию [Солоненко, 1951] представленный образец графита относится к плотнокристаллическому типу, переходящему в древовидный и характеризуется большим содержанием минеральных примесей (кальцит, кварц, полевой шпат и др.). Количество примесей может достигать 20–30 % масс.

Детальное изучение структурных характеристик графитов позволяет получить сведения об условиях формирования графитсодержащих пород и особенностях структурного состояния собственно графита. Однако, исследование проб графита, содержащих карбонаты, сильно затруднено. В частности, эффекты потери массы на термоаналитических кривых находятся в одной и той же области 500–900 °С. Наложение термических эффектов не позволяет количественно оценить содержание графита в пробе и сделать выводы о наличии разноразмерных типов графита. При рентгенографическом изучении присутствие кальцита в пробе препятствует определению количества ромбоэдрической модификации в силу наложения рефлексов 101 графита и 202 кальцита при значении $d = 2.09 \text{ \AA}$ (рис. 1а).

Удаление карбонатной составляющей проводилось путем растворения в разбавленной соляной кислоте. В результате удаления зарегистрировано уменьшение исходного объема исследуемого вещества на 32 % масс.

Исследование термического поведения графитов проводилось на модернизированном дериватографе Q-1500D. Измерения проводились в воздушной среде со скоростью нагрева 5 град/мин. в интервале температур 25–1000 °С. Рентгенографический анализ проводился на дифрактометре D8 Advance фирмы Bruker Axs с использованием

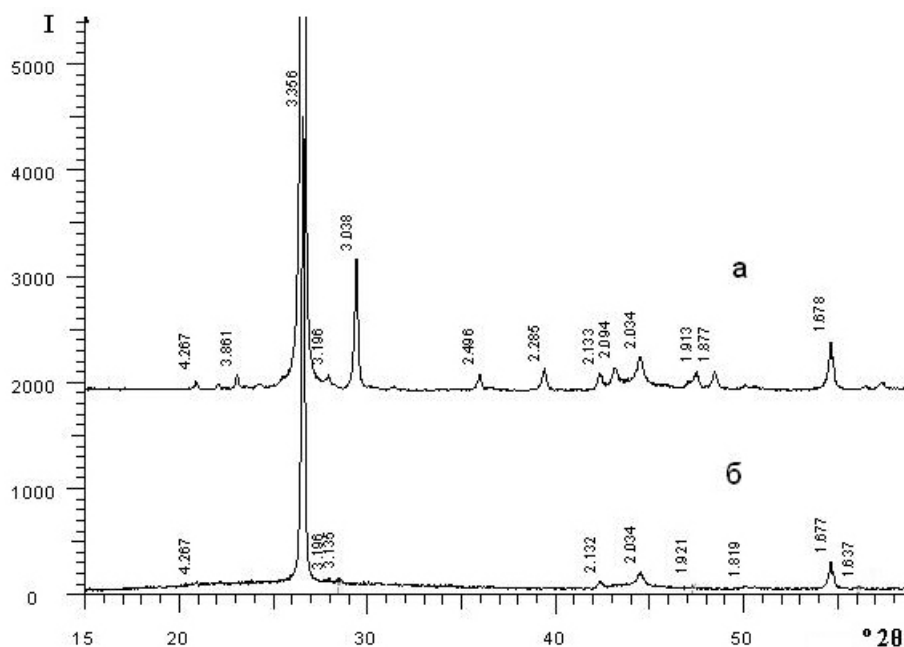


Рис. 1. Дифрактограммы образцов графита до (а) и после (б) удаления карбонатной составляющей.



Рис. 2. Кривая ТГ-ДТГ графита после удаления карбонатной составляющей.

монохроматического медного ($\text{CuK}\alpha$) излучения. Точность определения d_{002} ($\Delta = \pm 0.001 \text{ \AA}$) графита эталонировалась по значениям межплоскостных расстояний кремния кристаллического.

В исследованной пробе содержание графита в образце после удаления кальцита составляло около 93 %. По форме полученной кривой (рис. 2) выявлено смещение начала термоаналитических эффектов в высокотемпературную область на 30–40 °С, а также изменение вида термоаналитических кривых до и после обработки кислотой. По результатам исследований сделан вывод о наличии двух разноразмерных графитов [Иванова и др., 1974], что подтверждается раздвоенным эффектом на термоаналитической кривой с максимумами при 790 и 890 °С.

После удаления карбонатной составляющей были определены структурные характеристики рентгенографическим методом (рис. 1б) [Пуцаровский, 2000, Kwiecinska, 1978]. Параметры элементарной ячейки: $a_0 = 2.460 \text{ \AA}$, $c_0 = 6.706 \text{ \AA}$. Высокое значение степени трехмерной упорядоченности графита ($U = 1.38$), низкое содержание ромбоэдрической фазы R (6 %) и большие значения областей когерентного рассеяния (вдоль оси $c \sim 900 \text{ \AA}$, вдоль оси $a \sim 1400 \text{ \AA}$) позволяют сделать вывод о высокой степени совершенства структуры графита в исследованном образце.

Таким образом, совместное использование методов дифференциальной термогравиметрии и порошковой рентгенографии позволяет в полной мере оценить кристаллохимические и морфологические особенности графита.

Литература

- Иванова В. П., Касатов Б. К., Красавина Т. Н., Розина Е. Л. Термический анализ минералов и горных пород. Л.: Недра, 1974. 399 с.
- Пуцаровский Д. Ю. Рентгенография минералов. М.: ЗАО «Геоинформмарк», 2000. 292 с.
- Солоненко В. П. Геология месторождений графита Восточной Сибири и Дальнего Востока. М.: Государственное издательство геологической литературы, 1951. 384 с.
- Kwiecinska B. On the rhombohedral modification in natural graphites and semi-graphites // Min. Pol. 1978. V. 9. P. 3–13.