

Pásztázó elektronmikroszkóp és energia szóródásos röntgen mikroanalízis alkalmazása talajok vizsgálatára

PÁRTAY GÉZA

MTA Talajtani és Agrokémiai Kutató Intézete, Budapest

Majdnem egyidős a fénymikroszkópos vizsgálatokkal a kutatóknak az a vágya, hogy a látótérben levő objektumokat ne csak morfológiai bélyegeik alapján tudják megkülönböztetni illetve azonosítani.

Fénymikroszkópos vonatkozásban ilyen — kezdetben sikerrel biztató — kezdeményezés volt a lézer mikroanalízis (Zeiss LMA-1, LMA-10). A technikai akadályok leküzdése után azonban a gyakorlati alkalmazásnál jelentkező és a jelenleg még leküzdhetetlen zavaró mátrix hatás megállította a fejlődést. További problémát jelentettek a fény és fényoptika alkalmazásából eredő átléphetetlen gátak, valamint az, hogy a vizsgálat nem volt roncsolásmentes.

Eredményesebbnek látszott az elektronoptikai leképezés és az anyag-elektron kölcsönhatásánál fellépő reakciók felhasználása. A fénymikroszkópnál több nagyságrenddel jobb felbontás, a mélységelesség és végnagyítás, valamint a mintákon elvégezhető különféle analízisek lehetősége siettetette a pásztázó elektronmikroszkópos (SEM) és energia szóródásos röntgen analízis (EDXRA) rendszerek létrejöttét és fejlődését. A közel másfél évtizedes fejlődés eredményeként a felhasználhatóság határai kirajzolódtak mind a SEM, mind az EDXRA vonatkozásában.

Néhány, vizsgálatainkkal kapcsolatos munkát szeretnénk csak megemlíteni.

GOLDSTEIN és YAKOWITZ [13] általános áttekintést ad a SEM-ről és gyakorlati felhasználásáról, CZANDERNA [6] a SEM legfontosabb alkalmazási területéről, a felületvizsgálatokról nyújt rendkívül hasznos felvilágosítást, míg ZUSSMAN [21] és WENK [9] az ásványtani, DOBROVOLSZKIJ és munkatársa [8] a talajtani tudományterületet dolgozták fel. ANDERSON [17] és REED [22] a SEM-hez kapcsolható elem-mikroanalízisről ad minden kérdésre kiterjedő kézikönyvet. WHITE és JOHNSON [15, 32] pedig a matematikai és fizikai állandókat foglalta össze, igen nagy segítséget adva a minőségi és mennyiségi kiértékeléshez. HAYAT [14] és ROSENBAUER [23] összefoglaló munkáiban legfőképpen biológiai és mikrobiológiai vonatkozásban adnak sok hasznos útmutatást.

A SEM vizsgálatok legfontosabb talajtani alkalmazási területeit DOBROVOLSZKIJ [8] a következőkben foglalta össze:

1. Izolált egyedi és komplex összetevők morfológiájának vizsgálata (primér és szekundér ásványok, só, és biogén formációk).

2. Heterogén talaj komponensek szerkezetének vizsgálata (aggregátumok, neoformációk, a talajtextúra üregeiben képződött ásványdúsulások).

3. Elemi talajképző folyamatoknak a vizsgálata (mállás, ásványok destrukciója és szintézise, eluviáció és illuviáció, glejesedés, stb.).

4. Az ásványi és biogén talaj-összetevők kapcsolatának és egymásra hatásának a vizsgálata.

5. A korreláció megteremtése a morfológia és a különböző, a talaj szilárd fázisát alkotó összetevők között. (A cél elérése érdekében szoros együttműködés a különböző vizsgáló műszerek és módszerek között: fénymikroszkóp — TEM — SEM — mikroanalízis — röntgendiffrakció és kémiai analízis).

DOBROVOLSZKIJ az idézett monográfiájában [8] foglalkozik még — többek között — a podzol és rendzina talajok, vas-mangán konkréciók, valamint a humusz anyagok és a talajszerkezetre gyakorolt hatásuk vizsgálatával is.

Számottevő ESWARAN [10] közleménye, melyben megkísérel párhuzamot vonni a klasszikus petrográfiai vizsgálatok és a SEM között. Agyagbemosódásos B-szintből (argillic), podzolos felhalmozódási szintből (spodic), gyengén kifejtett (cambic), valamint kovasavban elszegényedett (oxic) B szintekből vett minták törésfelületét vizsgálta és leírta a látható, szerinte szignifikáns képleteket. Így többek között vasbevonatot, globuláris vasat, kvarcot, agyagbevonatot, halloysitet, stb.

BREWER et al. [3] fénymikroszkópos — SEM — EDXRA és kémiai analízis segítségével különböző talajokban konkréciókat vizsgáltak. Megállapították, hogy a kiválások vagy Fe- vagy Mn-tartalmúak és alumíniumban vagy szerves anyagban gazdag cementáló közegben fordulnak elő. A mélyebb szintekben a vastartalmú konkréciók száma megnövekedett.

Hasonló kiválásokat vizsgáltak a talajban GALLAHER et al. [12] SEM módszerrel. Fe-, Mn-, Ba-, Ti-tartalmú, valamint kvarc centrumok köré kivált alumíniummal és szilíciummal cementálódott vaskonkréciókat írtak le.

Különböző talajok szövetét vizsgálták LYNN és GROSSMANN [16] és a fénymikroszkópos morfológiához hasonlóan, megkísérelték jellemző struktúr elemeket meghatározni és leírni elektronmikroszkópos nagyságrendben is.

CESCAS et al. [4] a mikropórusok topográfiáját tanulmányozta.

Saját, részben a TEM-el kapcsolatos, részben az általános előkészítése és kiértékelésre vonatkozó vizsgálatainkat már ismertettük [18, 19] így csak hivatkozunk azokra.

A szolonyec és szology talajok, valamint a szikesedési folyamatok vizsgálatának igen nagy hazai és külföldi szakirodalma van. Dolgozatunk tárgya és terjedelme nem teszi lehetővé részletes ismertetésüket. Így csak utalni szeretnénk SZABOLCS [26] munkájára, mely 678 irodalmi adatot dolgoz fel, valamint ugyancsak SZABOLCS tollából származó UNESCO kiadványra [27], továbbá ugyanebben a kötetben megjelent VÁRALLYAY [31] által összeállított bibliográfiára.

Célkitűzésünk érdekében szűkítve a kört, áttekintettük a szolonyec és szology talajok fénymikroszkópos morfológiájáról közölt adatokat. Így többek között STACE és munkatársai [24], SZENDREI [28], TURSZINA [30] és YARILOVA [33] közléseit. E talajok vonatkozásában pásztázó elektronmikroszkóppal és mikroszondával történő vizsgálatokra utalást még nem találtunk.

Általánosan ismert az a küzdelem, mely nemcsak hazánkban, hanem az egész világon folyik a termőtalaj védelméért, a termőtalaj területének növeléséért. A védelemnek és a növelésnek egyik módja a talajok degradációjának megakadályozása, előrejelzése vagy javítása. Vonatkozik ez a szikes talajokra is. Remélhető, hogy felhasználva a szikes talajokról már eddig nyert rendkívül

sok információt, a SEM—EDIRA műszeregyüttes választ fog adni morfológia és topográfia vonatkozásában a hol és hogyan néhány kérdésére. Dolgozatunkban a probléma megoldására irányuló néhány bevezető vizsgálat eredményét szeretnénk ismertetni.

Kísérleti rész

SEM — EDXRA vizsgálatainkat, szologyos, kérges, réti szolonyec, Hortobágy-2 szelvény, A—B₂ szintjéből és egy szibériai szology talaj (Baraba Alföld) B szintjéből vett mintákon végeztük el.

Az etalon vizsgálatokhoz hazai bányákból származó, laboratóriumunk által több irányú (TEM, XRD, DTA) módszerrel azonosított anyagot használtunk fel. Az illit etalon „Füzéradványi illit” a montmorillonit pedig „Montmorillonit FKI” jelzésű volt.

Az analíziseket az etalonok esetében diszpergált és bolygatatlan, a talajok esetében a fénymikroszkópos vizsgálatokhoz készült vékonyecsiszolon és bolygatatlan mintákon végeztük.

Vizsgálatainkat minden esetben ISI SUPER SEM II készülékkel végeztük, 25 kV gyorsítófeszültséggel és KEVEX mikroszondával. Felvételeinket ORWO NP-15 vagy POLARÓID T 52-es illetve 107-es anyagra készítettük. Speciális előkészítésként a vizsgálandó preparátumot epoxiban diszpergált ezüst szollal rögzítettük a mintatartóra. Vezetőréteggként aranyat és szenet alkalmaztunk.

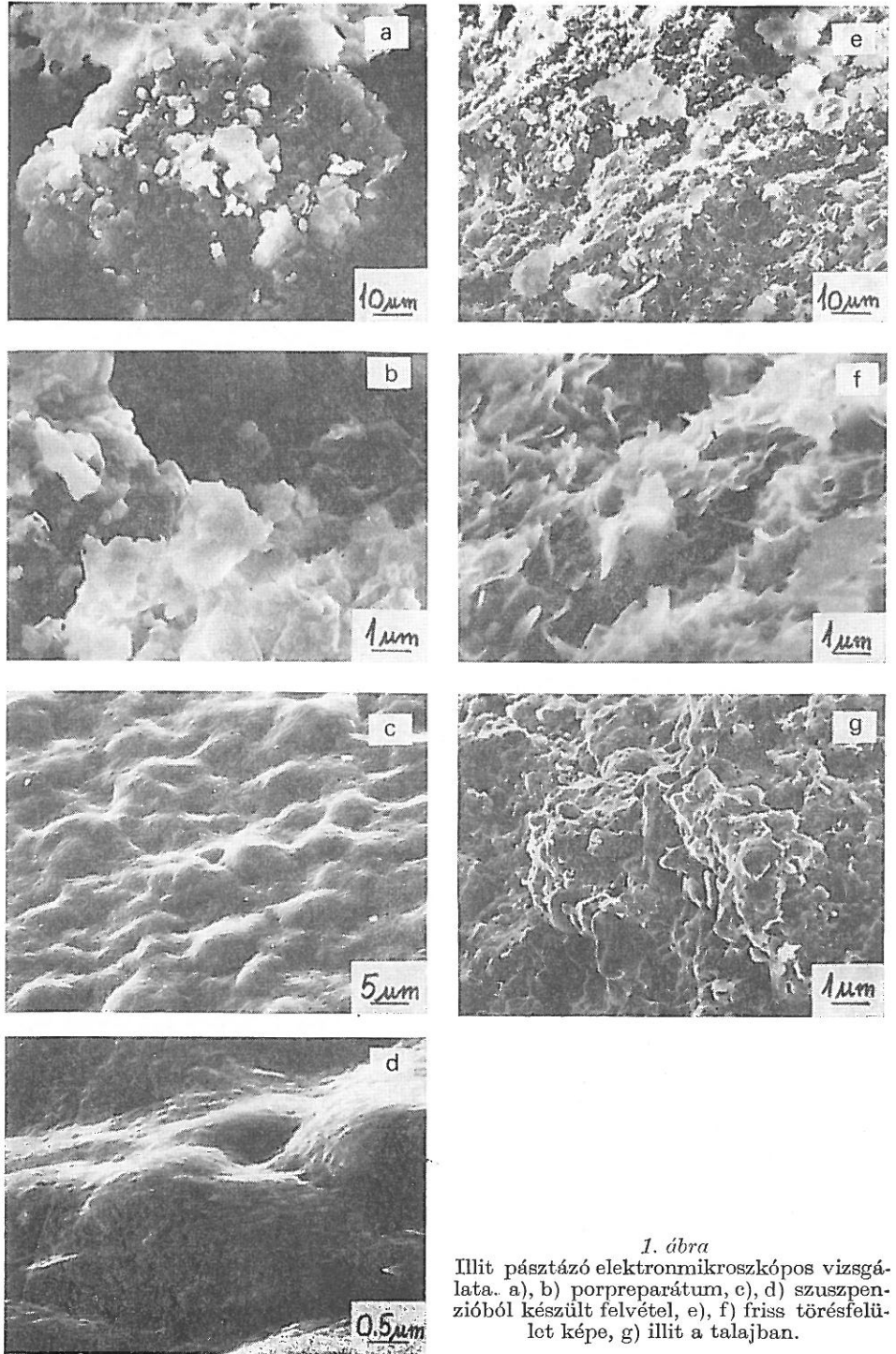
Az eredmények értékelése

Illit, montmorillonit etalonok vizsgálata

A szologyosodás ásványtani jellemzőinek vizsgálatakor fontos helyet tölt be az illitizáció — montmorillonitizáció irányainak tisztázása. (Ha egy talajszelvényt, ásványtanilag teljes mélységben és a szintek összefüggéseiben átvizsgálunk, akkor sok esetben az illit- és montmorillonitmennyiség változásait figyelhetjük meg. Amennyiben ez a változás illit \rightleftharpoons montmorillonit átalakulás eredménye, az irányoktól függően illitizációról vagy montmorillonitizációról beszélünk).

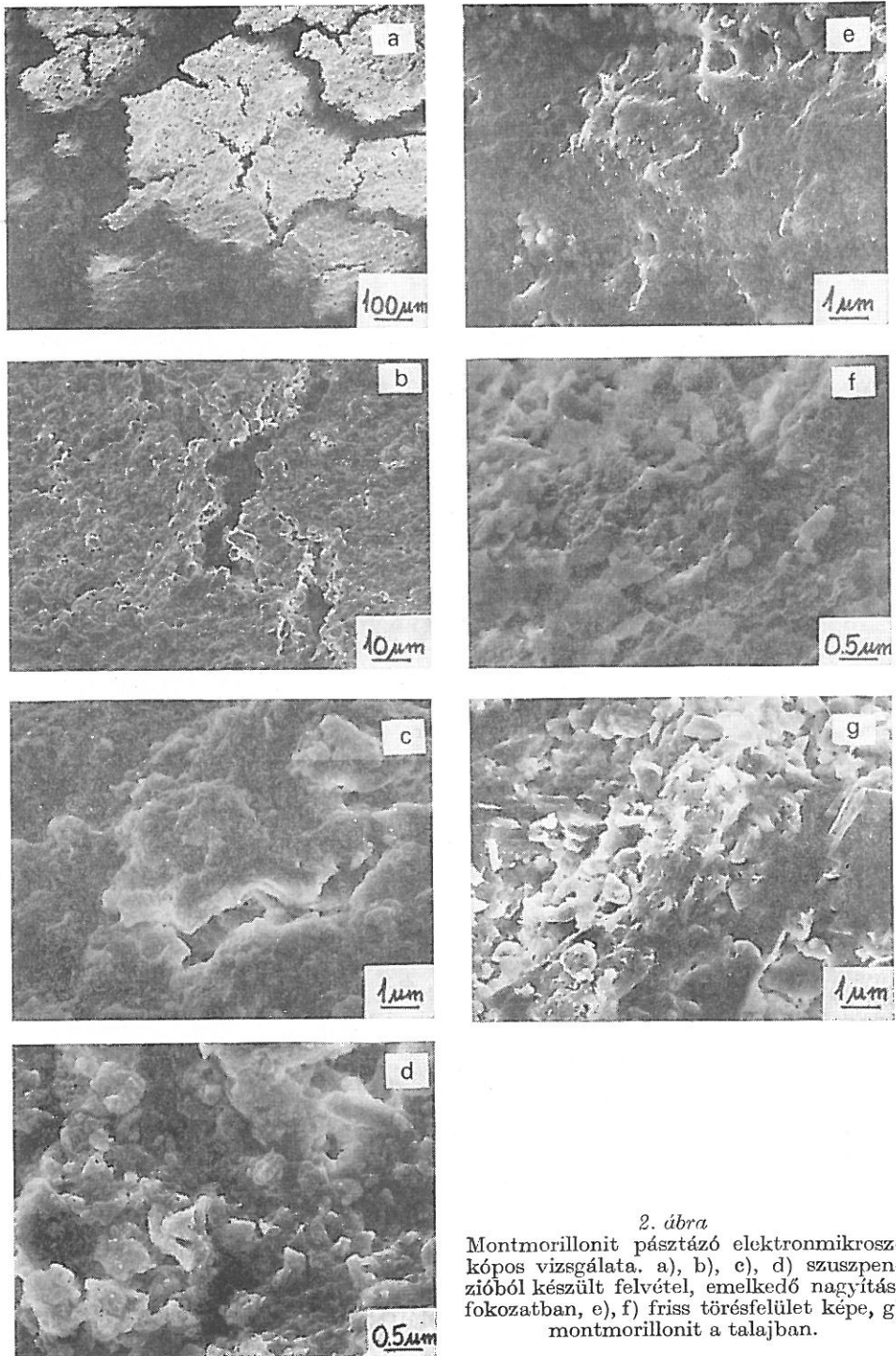
Bár a tendenciák eldöntése nem kimondottan SEM feladat, fontosnak tartottuk — mint ahogy azt a TEM technikában már nagy biztonsággal megoldottuk — az illit és montmorillonit meghatározását SEM-ben, morfológiai bélyegeik alapján is. Szükség van a morfológiai jellemzők ismeretére azért is, mert enélkül a célzott EDXRA vizsgálat elvégzése nagyon bizonytalan, lassú és a vizsgálat költségeit nagymértékben megnöveli.

a) Illit vizsgálatok. — Először pormintában kerestük meg a TEM vizsgálatokból jól ismert szabálytalan alakú határozott szélű legtöbbször különálló, lemezes — az illitre jellemző — képleteket. A preparátum átvizsgálása során két fő csoportot tudtunk elkülöníteni. Az egyik az orientáltan elhelyezkedő és szoros összekapcsolódó lemezkék darabos tömbjei. Ezt a formációt a transzmissziós technikában soha nem láthattuk, mert ez a vastagság az elektronok számára már nem átjárható, 1/a. ábra. A másik forma, a már jól ismert morfológiát mutató lemezkék szabálytalan elrendezésű halmaza, 1/b. ábra. Mind a darabos-tömbös, mind a lemezes formák a porítás következtében létrejött variánsok.



1. ábra

Illit pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálata. a), b) porpreparátum, c), d) szuszpenzióból készült felvétel, e), f) friss törésfelület képe, g) illit a talajban.



2. ábra
 Montmorillonit pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálata. a), b), c), d) szuszpenzióból készült felvétel, emelkedő nagyítási fokozatban, e), f) friss törésfelület képe, g) montmorillonit a talajban.

Szuszpendálás hatására a morfológiai kép lényegesen megváltozik. Az éles markáns határok legömbölyödnek, elmosódnak. A darabos-tömbös részecskéket (ezek a felvételeken a kiemelkedések), a beszáradáskor a szuszpenzióból orientáltan leülepedő lemezek rétege borítja. A TEM vizsgálatoknál, amikor replikát készítettünk, hasonlóan jellegtelen felületet kaptunk az illit szuszpenzióról. Talajtani vizsgálatoknál, pl. a résekbe, üregekbe bemosódva a vizsgáló számára nemcsak morfológiailag nagyon nehezen meghatározható ez az ásvány, hanem bevonatot képezve minden más képletet elfedhet, 1/c, d. ábra.

A darabos minta törésfelületéről készült felvételen élleikkel egymáshoz támaszkodó lemezek szabálytalan elrendezésű tömege látszik, néhány orientált részecskével a felszínen. Feltűnő, hogy a szabálytalan él-lap elrendeződés következtében igen sok szabad üreg keletkezik 1/e, f. ábra.

A talajban az illit vagy egyedi képletek, vagy összecementált formában van jelen. Felvételünkön, lap orientáltan összecementálódott illit halmazt látunk, mely a kép szélességében és mélységében, több lépcsőben nyomon követhető sajátságos textúráját mutatja a talajnak, 1/g. ábra.

b) *Montmorillonit vizsgálatok.* — Montmorillonitnál az a leginkább szembe tűnő, hogy nyoma sincs a TEM vizsgálatokból ismert, lemezes, szélein felpöndörődő és ezáltal egy feltűnő struktúr bélyeget mutató formának. Diszpergátum vizsgálatánál ez a tulajdonság igen jól felhasználható volt diagnosztikus célra. A TEM — SEM vizsgálatok összehasonlítása nemcsak ennél az anyagrendszernél, hanem általában nehéz. A TEM előkészítési módszereiből és az elektronoptikai követelményekből adódóan, többségében biztonságosan leírható, ismételhető és feltisztult formákat kapunk, míg SEM esetében, különösen bolygatatlan minta vizsgálatánál ez a biztonság elenyésző.

A montmorillonit szuszpenzióiból készült kis nagyítású átnézeti kép nagyon emlékeztet egy nedves szikes talajon benyomódott kerék vagy pata nyom beszáradása után keletkező lemezes képletekre, 2/a. ábra. A makro- és mikrostruktúra hasonlósága miatt, a szerkezet jobb megismerése céljából, emelkedő nagyításban sorozatfelvételt készítettünk. A 2/b. ábrán már jól szembe tűnik a felszín cementáltsága, valamint az, hogy az anyag mélyben tagozódva lemezszerű szerkezetek sorozatában folytatódik. Ha most már egy törési felületre irányítjuk figyelmünket — tovább fokozva a nagyítást — ez a struktúra még kifejezettebben differenciálódik, 2/c. ábra. A sorozat végén, a 2/d. ábrán az elemi összetevők is megfigyelhetővé válnak. Kitűnik, hogy a kezdetben lemeznek tűnő szerkezetet, számos, nagyságban és formájában nagyon különböző, véletlenszerűen összecementálódott részecskehalmaz alkotja, melyeket mikrorepedések vesznek körül. Elképzelésünk szerint a lemezes orientációt a fokozatosan beszáradó folyadéknívó hozza létre, míg a cementálódást a különböző aluminoszilikátok okozzák. A cementáló anyaggal kapcsolatos vizsgálatainkra a későbbiekben még visszatérünk.

Ezeket a morfológiai képleteket nemcsak modellanyagunkon a montmorilloniton találtuk meg, hanem a szologyos talajok B-szintjében a montmorillonit tartalom egyidejű növekedésével együtt, 4/b. ábra.

Hasonló töredezett lemezes szerkezetet ír le DE CONINCK [7] podzolos szintekben. A strukturális hasonlóság ellenére azonban lényeges különbség, hogy a cementáló anyag, vas és humusz anyagok, valamint az, hogy a cementált anyag nem montmorillonit.

A bolygatatlan minta friss, viszonylag sima törésfelületén már valódi lemezes szerkezetre utaló képleteket találjuk, melyek orientáltak és szoros

illeszkedésűek, 2/e. ábra. A nagyobb nagyítású, ugyancsak friss törésfelületről készült felvételen a lemezes szerkezeten kívül láthatóvá válik a cementáló anyag, vékony élek, kiemelkedések formájában 2/f. ábra.

A közölt etalon felvételekből is kitűnik a montmorillonit viszonylagos jellegtelenége, ezért talajban nehéz a meghatározás. Felvételünkön a látótér közepén ferdén áthúzódó montmorillonit eret látunk, mely a mélybe is követhető, nagyon töredezett, nem cementálódott ásványi részecskék társaságában, melyekből csak a földpát azonosítható, 2/g. ábra.

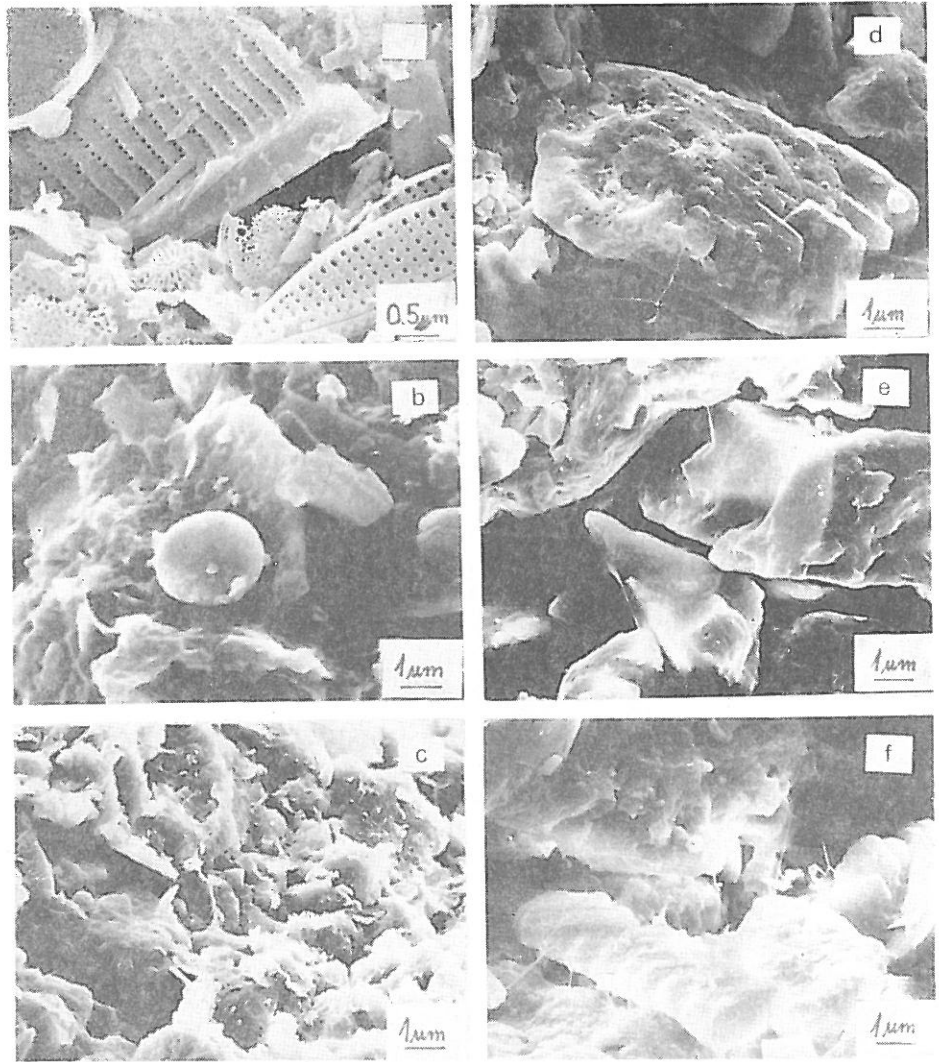
A talajszövet alkotóinak vizsgálata

Az illiten és montmorilloniton kívül más, ugyancsak e talajok szöveti rendszerét alkotó komponenseket is meghatároztunk, melyek közül néhányat bemutatunk. Így többek között diatomapalát mint etalont, diatómát és opált, só és amorf anyag formációkat, kloritot, kvarcot, fitolitot, 3/a-f ábra.

Az egyedi részecskék analízisének szeretnénk felhívni a figyelmet egy nem elhanyagolható tényre. A TEM vizsgálatoknál rámutattunk arra, hogy legalább 30 látóteret kell átvizsgálni ahhoz, hogy érdemi véleményt tudjunk mondani, pedig 2 μ m frakciót állítottunk elő. Erre azért volt szükség, mert egyrészt megfelelően fel kívántuk dúsítani a vizsgálni kívánt anyagrendszert, másrészt ebben a nagyságrendben található meg azok az ásványhabitusok, melyek diagnosztikus bélyeggel bírnak. (Szeretnénk hangsúlyozni, hogy jelenleg kizárólag elektronmikroszkópos szempontból értelmezzük). Ez a <2 μ m frakció egy valójában igen nagy koncentráció a keresett morfológiai képletek szempontjából, az egész talajnak viszont csak néhány százaléka. Éppen ezért, amikor bolygatatlan textúrát vizsgálunk, a formabélyegeik alapján jól meghatározható képletek száma viszonylag csekély. Megkeresésük nagy türelmet és gyakorlatot kíván. Szeretnénk azonban rámutatni arra is, hogy a TEM-ben nagyságuk miatt nem vagy csak a nagyon nehéz replika módszerrel vizsgálható anyagrészek meghatározására SEM-el minden nehézség nélkül keresztülvihető. Az a tétel, hogy egy műszeres vizsgálati problémát — lehetőség szerint — mindig több műszer oldaláról kell megközelíteni, olyan leszűkített vonatkozásban is igaz, mint a TEM — SEM.

A talajok morfológiai vizsgálata

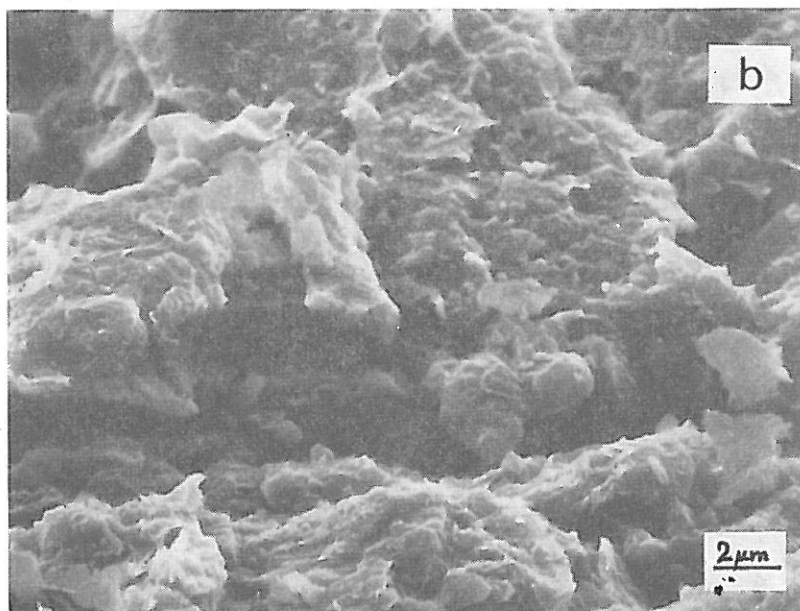
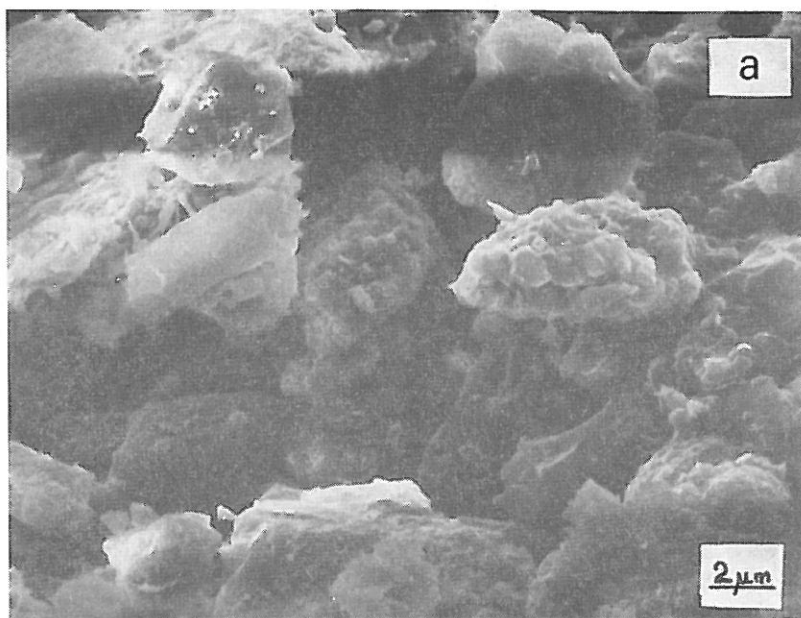
Szologys talajok morfológiai vizsgálatánál a szerzők [30, 33] rámutatnak az eluviális folyamatok lehetőségére, mely szerint az A₂ szint darabos vázszemcsékből áll, melyek közül az alapanyag kimosódott. Ezt a morfológiai képet jól nyomon tudtuk követni a Hortobágy-2 szelvény 5 cm-es mélységéből származó felvételeken. Egyértelműen láthatók az egymástól független, rendszertelen elhelyezkedésű darabos képletek. Legtöbbjük primér ásvány vagy konglomerátum. Az apróbb vázszemcsék teljesen hiányoznak, a morfológiai értelmezés szerint feltehetően kimosódtak. A rendezetlenség miatt nagyon sok közöttük a kitöltetlen rés és üreg, 4/a. ábra. Ha összehasonlítjuk a 11 cm-es mélységből vett mintával, mely a B₁ szintet reprezentálja, kitűnnek a nagyobb egységekké szorosan összecementálódott képletek. A kép előterében az alsó széllel párhuzamosan végig húzódik egy repedés, mely a kép jobb szélénél merőlegesen megtörve folytatódik. Feltehetően az így létrejött mikrorepedéses egy-



3. ábra

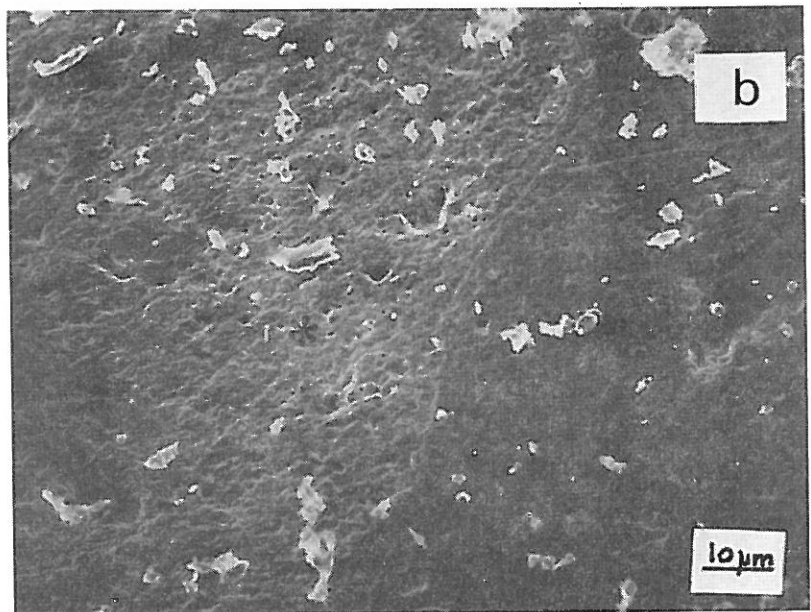
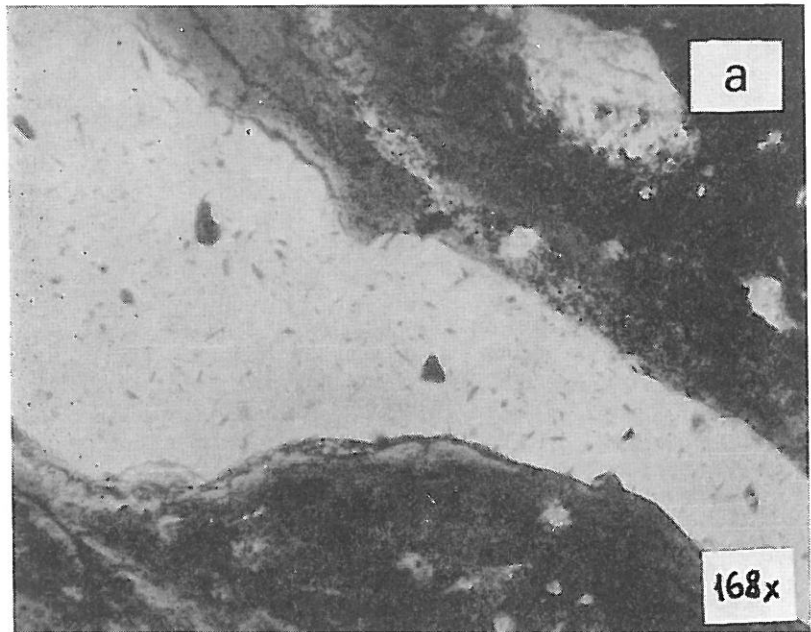
A talajszövetet alkotó elemek/ a) diatóma (diatóma palából készített etalon), b) diatóma és opál, c) só és amorf formációk, d) klorit, e) kvarc, f) fitolit.

ségek adják a romboéderez-prizmás szerkezetet. Ameddig követni lehet a repedés mélyben folytatódó részét, az szerkezetében láthatóan heterogén, 4/b. ábra. A látottak alapján, a struktúra ilyen kialakulásánál a montmorillonit valószínűsíthető. A szerkezetet a montmorillonit leírásánál már ismertettük.



4. ábra

a) eluviális, b) felhalmozó-lási szint szubmikroszkópos szerkezete (bolygatatlan minta).



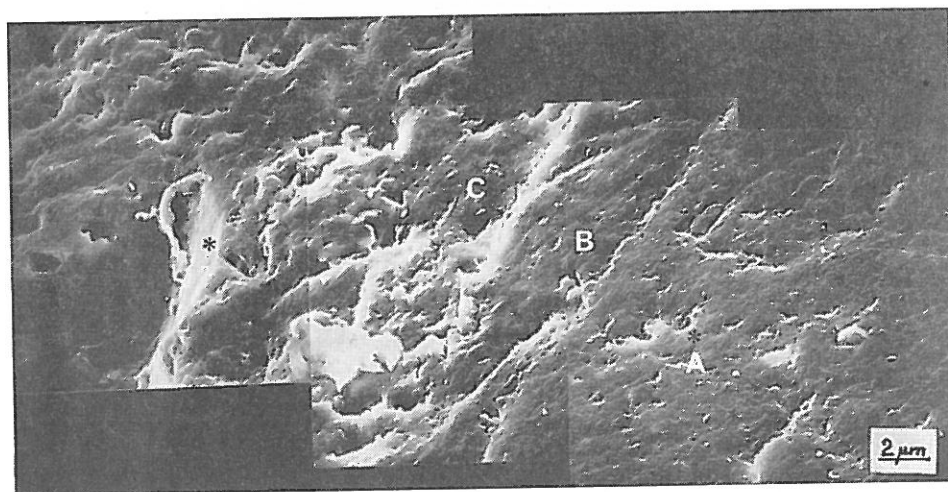
5. ábra

Rés-szövet. a) fénymikroszkópos felvétel (párhuzamos nikolok), b) pásztázó elektronmikroszkóppal kinagyított részlet a rés-szövet határfelületről. Mindkét felvétel rezinbe ágyazott vékonycsizolatról készült.

Vékonycsiszolatok és beágyazás nélküli felületek összehasonlító vizsgálata

Kettős célt szolgált a következő vizsgálati sorozatunk. Egyrészt a fény és elektronmikroszkóp, másrészt a beágyazott vékonycsiszolat és bolygatatlan preparátum közötti korreláció megteremtését. A SZENDREI által közölt [29] fénymikroszkópos felvételen, rendkívül jól látszik a rés-szir-textúra viszony, 5/a ábra. A SEM-ben már csak egy éles határvonalat látunk. A fénymikroszkópban látott hármastagozódás kettőre csökkent, így csak rész-textúra viszonyt tudunk elkülöníteni. A szöveti rész felülete erősen tagolt, rücskös, karcolt, bemélyedésekkel, pórusokkal teli. A részt a beágyazó gyanta tölti ki. Felülete sima, melyen csak néhány pórus és csiszolásnyom látható, 5/b. ábra. A topográfiai viszonyok jobb megismerése céljából nagyobb nagyítási fokozatban is megismételtük a vizsgálatot és a feltételezett fázishatáron keresztül sorozatfelvételt készítettünk, 6. ábra. A tagoltabbá váló felszínnel együtt a fázishatár pontos helyének a meghatározása is bizonytalanabbá vált. A várt egy helyett, legalább három helyen lehetne kijelölni a rész-textúra határvonalát. A probléma tisztázására a feltételezhető fázishatárok között elvégeztük a pontanalízist, — A, B, C pontban —, melynek eredményeként az elemeloszlás azonoságából és intenzitás viszonyaiból egyértelmű, hogy a keresett határ az A—B helyek között van, 7/a, b, c. ábra. Szeretnénk rámutatni arra, hogy úgyszólván a legegyszerűbb, de anyagforgalmi szempontból rendkívül fontos morfológiai képlet — jelen esetünkben egy rész-szövet viszony — leírása is nehézségbe ütközik, különösen a nagyobb, de a SEM számára értékesebb nagyítási fokozatban.

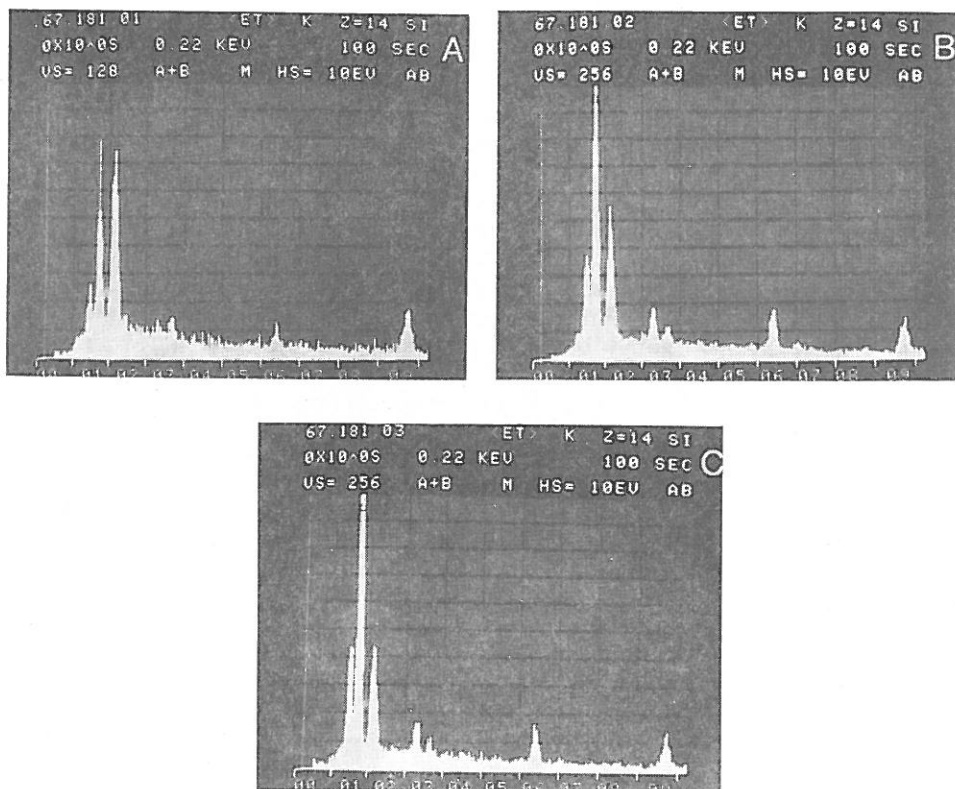
A probléma feloldására bolygatatlan mintán is megkerestük ezeket a képleteket. A 8/a. ábrán jól látszik a törésfelület felszíne, mely összeceमे itálódott lemezes képletekből áll. A lemezek sok helyen az alaptól elválhatnak, ezt mutatja az éleken jelentkező töltésdúsulás is. Ez a felület a kép közepén majdnem derék-



6. ábra

Az 5/b ábrán bemutatott minta kinagyított képe (montázs). A), B), C) az elemanalízis helyei.

szögben megtörik és a kép síkjára merőlegesen folytatódik a mélybe, mint a rés egyik fala. A résben lepusztult szerves növényi képletet találunk támasztósejtek falmaradványaival. A rendkívül világos topográfiai viszonyok között módunkban állt kiválasztani azokat a számunkra optimális helyeket, ahol az elem analízist el kívántuk végezni az elemeloszlás meghatározására.

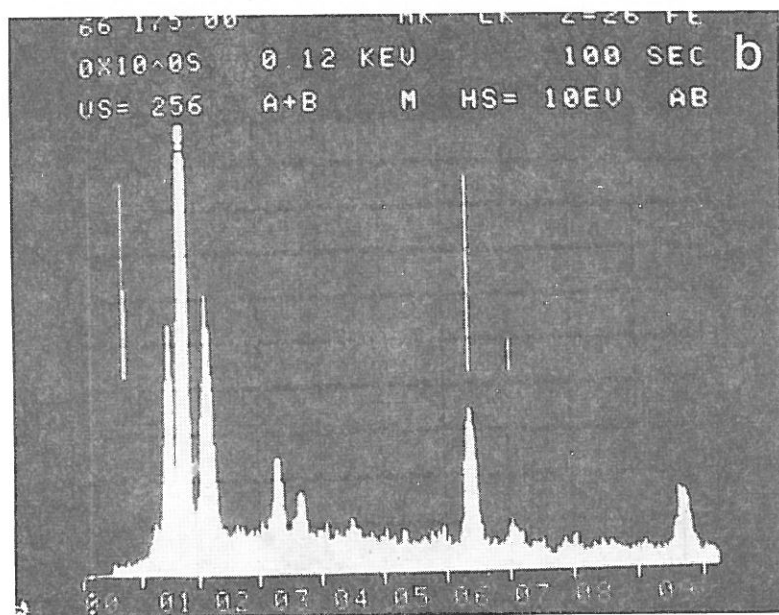
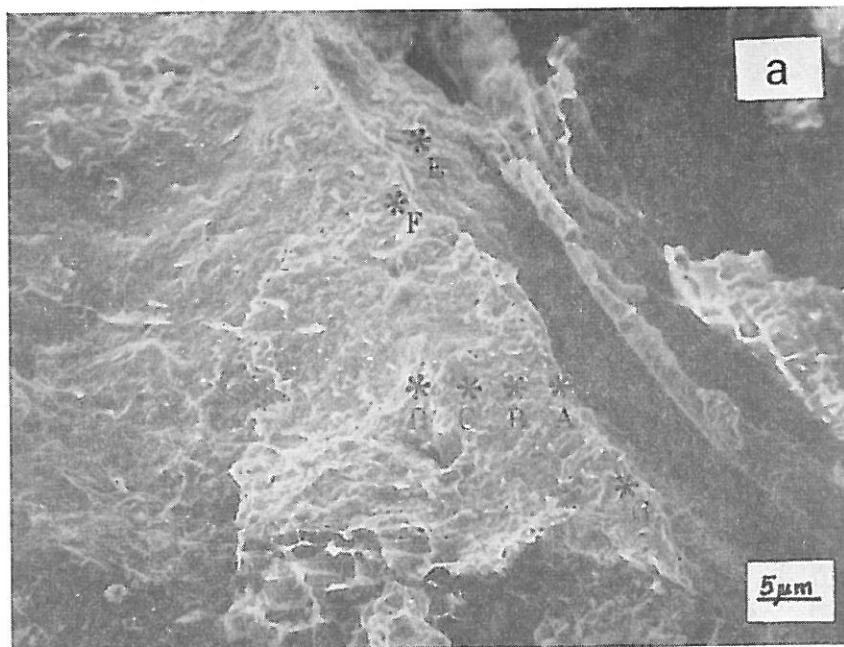


7. ábra

A 6. ábrán bejelölt helyek elemanalízisei.

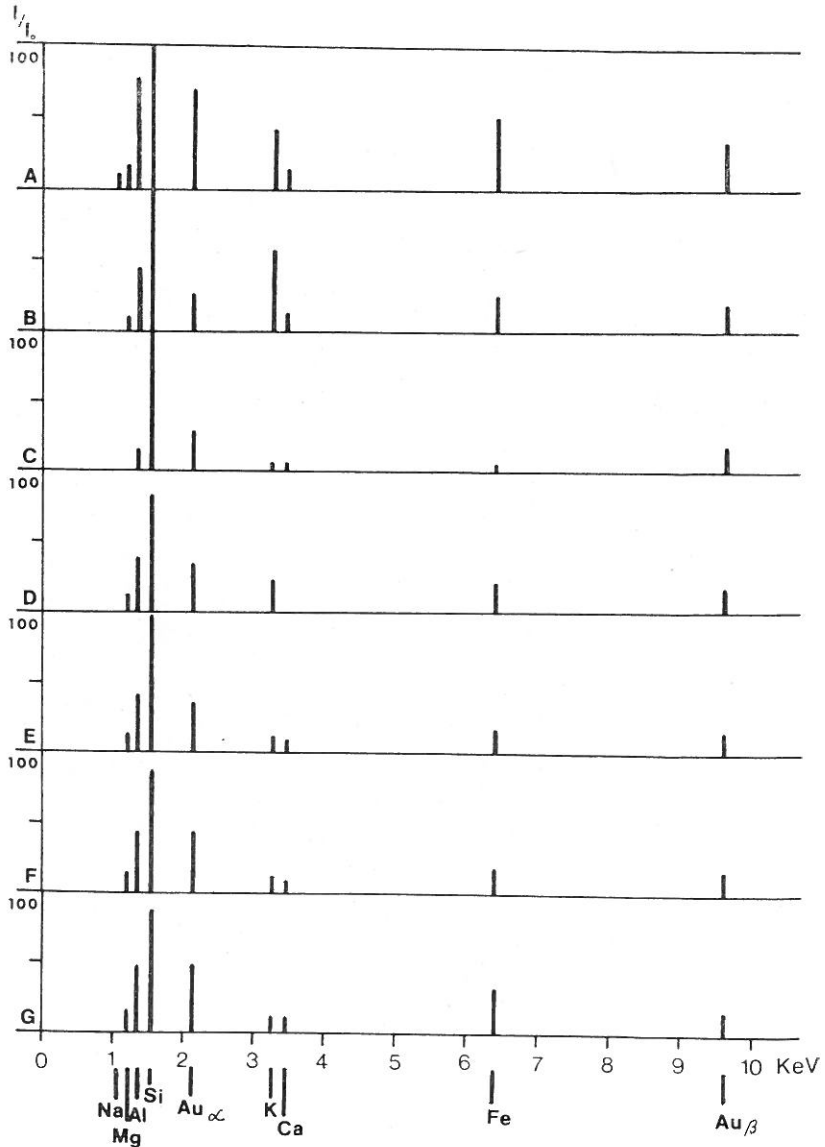
Először a totál analízist végeztük el, 8/b ábra, mely szerint az elemi összetevők Mg, Al, Si, K, Ca, Fe. Ezek után a 8/a. ábrán látható helyeken és sorrendben elvégeztük a pontanalíziseket (9. ábra), melynek eredményei a következők (az elemi mennyiségeket a totálhoz viszonyítottuk):

A) Csak ezen a ponton találtunk szignifikáns nátriumot. Valamennyi elemnek — kivéve a kalciumot — a mennyisége nőtt. (Montmorillonit vagy klorit). Klorit esetében, egy Mg-szegény változatot kell keresnünk. Ezt a feltevést elégíti ki ZALINSKY által türengitnek és IVANOVA által chamositnak, illetve névtelennek leírt módosulat (cit. BAILEY [1]). B) Jelentősen megnövekedett a kálium (illit vagy földpát), a többi összetevő csökkent. C) Űgyszólván csak a szilícium detektálható (kvarc vagy amorf SiO_2). D) Nem meghatározható. E), F), G) Mennyiségileg és minőségileg közel azonosak (szeszkvioxid).



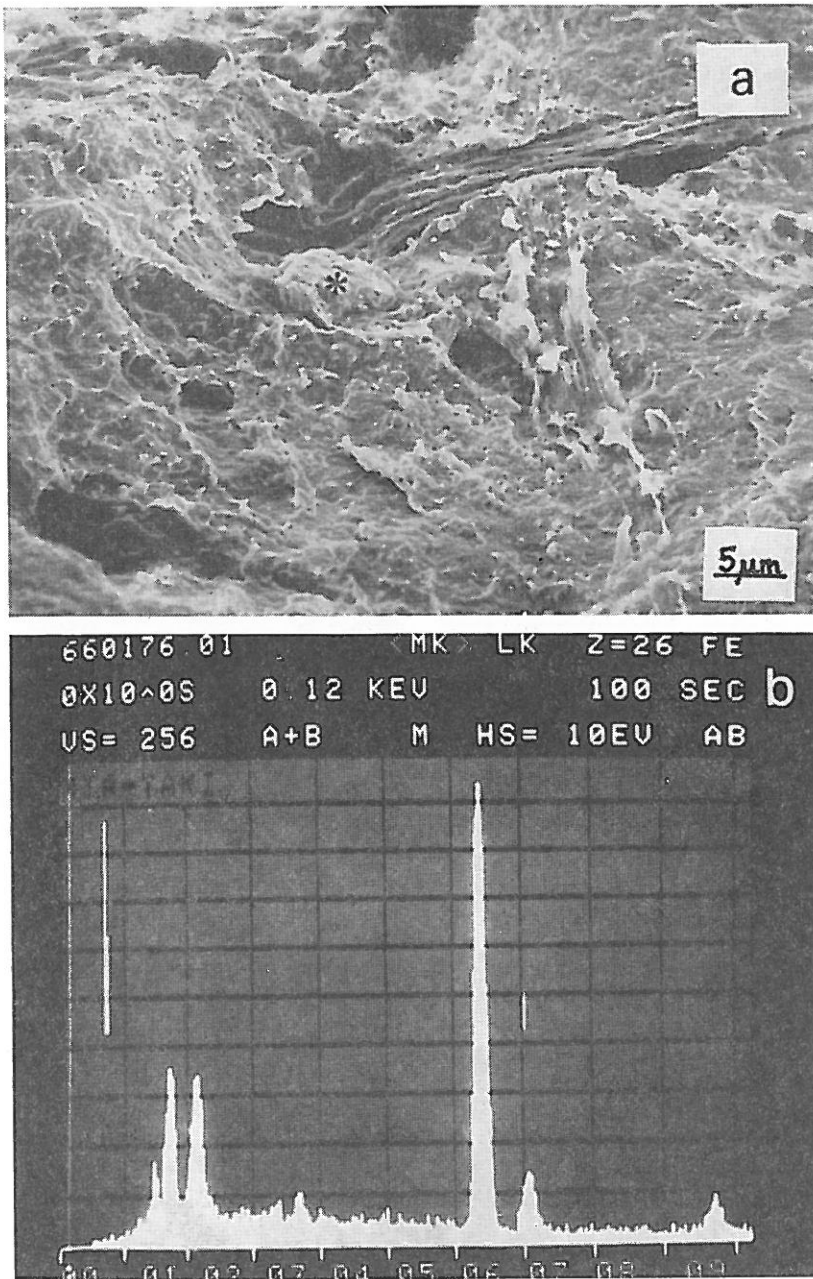
8. ábra
Törésfelület pásztázó elektronmikroszkópos képe a), és teljes látótér analizisének (totál)
eredménye b), (holygatatlan minta).

A felvétel leírásakor már ismertettük az összecementálódott képleteket, melyek az egész látható felszínre jellemzőek. Ha most már az elemanalízis eredményeit a rés-slírtextúra viszony szempontjából elemezzük, akkor a vas-alumínium mennyiségekből és arányokból arra következtethetünk, hogy ez a felszínt változó vastagságban borító cementáló anyag szeszkvioxid, mely valamilyen szilícium formációval keveredett. Azt, hogy ez a szilícium-formáció amorf vagy



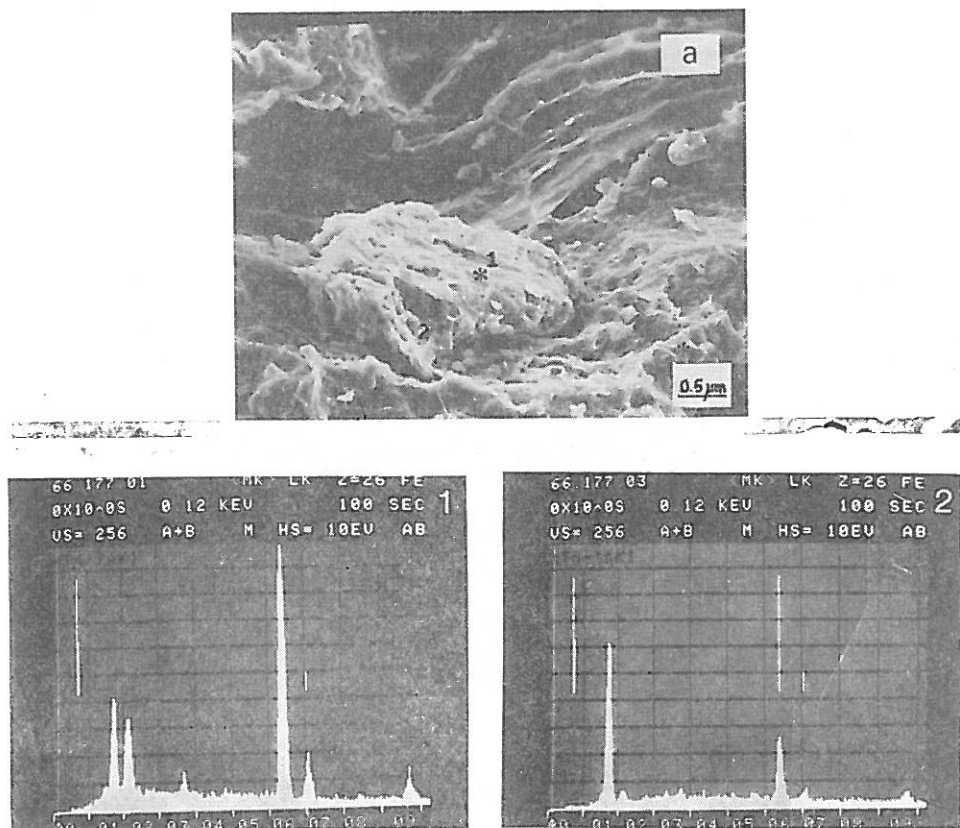
9. ábra

A 8/a ábrán bejelölt pontok elemanalízisének eredményei.



10. ábra
Törésfelület pásztázó elektronmikroszkópos képe a), és a bejelölt pontról készített elem-
analízis b).

kristályos, jelen vizsgálataink alapján nem tudjuk megállapítani. Amikor a preparátumból vizsgálatunk céljára friss törésfelületet készítettünk, anyagunk valószínűleg a szeszkvioxiddal borított mikrorepedés mentén törött, így került azután — vizsgálatunk szempontjából — a felszínre.

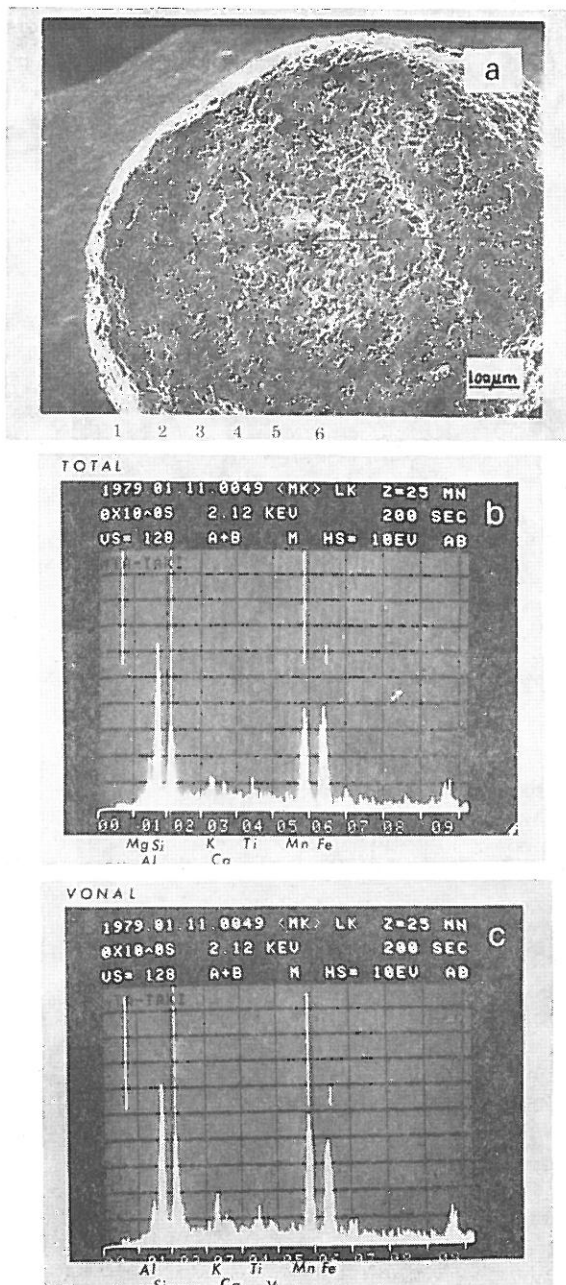


11. ábra

A 10/a ábrán bemutatott minta kinagyított képe a), és az 1 és 2 pontokról készített elemzés eredményei b) és c).

Az elektronoptikai jellemzők — melyek között a vizsgálatok készültek — körülbelül 1 μm mély behatolását teszik lehetővé az elektronsugárnak az anyagba. Ebből a szempontból értékelve az elemalizist, megállapíthatjuk, hogy ahol egyéb komponensek is jelentkeznek, ott a szeszkvioxid réteg vékonyabb, mint 1 μm, ahol vastagabb, ott csak szeszkvioxidra utaló összetételt találtunk.

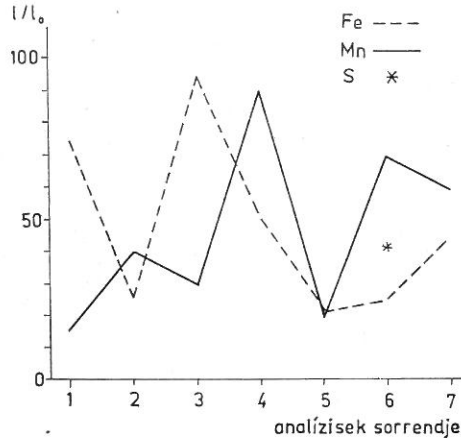
E sorozatvizsgálattal kapcsolatban szeretnénk rámutatni arra, hogy sok esetben nemcsak a több műszerrel, hanem a több módszerrel történő megközelítés is célszerűnek látszik, amint azt Bisdóm és munkatársai [2] is megerősítik.



12. ábra
 Konkreció keresztmetszetének felületéről készült pásztázó elektronmikroszkópos felvétel a), valamint a totál b), és vonal c) elemvizsgálatainak eredményei (bolygatatlan minta).

A konkréciók vizsgálata

Friss törési felületről készítettünk felvételt. Jól látható a formájában és összetételében heterogén alap, melynek hajlatában egy körülírt kiemelkedés látszik, 10/a. ábra. Elvégezve az elemanalízist erről a helyről, igen magas vas-tartalmat találtunk 10/b. ábra.



13. ábra

A 12/a ábrán bemutatott mintáról készült pontanalízis eredményei. 1,2,3,4,5,6, a pontanalízis helyei.

A topográfiai viszonyok jobb megismerése céljából nagyobb nagyítási fokozatban is megismételtük a vizsgálatot.

Szembetűnő az enyhe mélyedésből kiemelkedő anyagréssz, mely az alapra merőlegesen, egymáshoz képest orientáltan elhelyezkedő lemezekből, táblákból áll, a középtájon legömbölyödött centrummal, 11/a. ábra. Erről a feltételezett centrumról készült analízis egyértelműen mutatja a vasat 11/b. ábra, mely periferikusan csökken, 11/c. ábra. A kapott adatok összegezése alapján a leírt képletet vas konkréciónak identifikáltuk, körülveve hozzácementálódott egyéb struktúrelemekkel.

A konkréciók elemi összetétele nagyon változatos [3, 5, 8, 12, 20]. A sok talált variáció közül egy szerkezeti felépítésben periodicitást mutató kiválás vizsgálatát szeretnénk ismertetni.

A konkréció belső szerkezetét vizsgálva azt tapasztaltuk, hogy Fe—Mn—Si héjakat tudunk elkülöníteni periodikus váltásban, egyes esetekben kén centrummal 12/a. ábra. Feltűnő, hogy a készített keresztmetszet felület viszonylag jellegtelen és a meglévő periodicitásra nagyon kevés szerkezeti forma utal. Elvégeztük az elemanalíziseket, melyek a következő eredményt adták: a teljes látótérben a mangán vas egyenlő arányban detektálható, 12/b. ábra. A vonal analízis szerint a mangán tartalom kb. 10%-kal megnőtt, 12/c. ábra. Ezután a vonal mentén — a szélről a középpont felé haladva a megjelölt helyeken pontanalízist végeztünk, az eredményt grafikusán is ábráztuk, 13. ábra. Arra a kérdésre, hogy a vizsgált talajokban mennyire jellemző ez a héjas szerkezetű, kén centrumos forma — a vizsgálatok statisztikusan nem kielégítő száma miatt — még nem tudunk választ adni.

Összefoglalás

Szolonyec és szology talajok szubmikroszkópos morfológiai tulajdonságainak vizsgálatát kezdtük meg SEM-EDXRA módszerrel. Bevezető vizsgálataink eredménye a következő:

1. Morfológiai bélyegeik és elemi összetevőik alapján meghatároztuk a talajok szilárd fázisából származó struktúraelemeket.
2. Mesterségesen előállított szuszpenzióban és bolygatatlan talajmintában lértük a montmorillonit tartalom növekedésével létrejövő lemezes morfológiai képleteket.
3. Szeszkvioxid-szilícium bevonatot határoztunk meg mikrorepedés falán.
4. Egyes konkréciókban Fe—Mn—Si periodicitást találtunk kén centrummal.

Irodalom

- [1] BAILEY, S. W.: Chlorites. In: Soil components. Vol. 2. 191—263. (Ed.: GIESEKING, J. E.) Springer. Berlin. New York. 1975.
- [2] BİSDOM, E. B. A. et al.: Wavelength and energy dispersive X-ray microanalysis with EMA and SEM-EDXRA on thin section of soils. Neth. J. Agric. Sci. **24**. 209—222. 1976.
- [3] BREWER, R., PROTZ, R. & MCKEAGUE, J. A.: Microscopy and electron microprobe analysis of some iron-manganese pans from Newfoundland. Canad. J. Soil Sci. **53**. 349—361. 1973.
- [4] CESCAS, M. P., TYNER, E. H. & GRAY, L. J.: The electron microprobe X-ray analyzer and its use in soil investigations. Advance Agron. **20**. 153—198. 1968.
- [5] CESCAS, M. P., TYNER, E. H. & HARENER, R. S.: Ferromanganiferous soil concretions: A scanning electron microscope of their micropore structure. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. **34**. 641—644. 1970.
- [6] CZANDERNA, A. W.: Methods of surface analysis. Elsevier. New York. 1975.
- [7] DE CONINCK, F.: Major mechanisms in formation of spodic horizons. Geoderma. **24**. 101—128. 1980.
- [8] DOBROVOLSZKI, G. V. & SOBA, SZ. A.: Rasztrovaja elektronnaia mikroszkopija pocsv. Izd. Moszkovszkovo Univ. Moskva. 1978.
- [9] Electron microscopy in mineralogy. (Ed.: WENK, H. R.) Springer. Berlin. 1976.
- [10] ESWARAN, H.: SEM studies of the fabric of fracture surface. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. **35**. 727—790. 1971.
- [11] GEREI, L. & MÁTÉ, F.: Vas- és mangántartalmú kiválások néhány hazai talajban. Agrokémia és Talajtan. **6**. 43—50. 1957.
- [12] GALLAHER, R. N. et al.: Soil concretions: I. X-ray spectrograph and electron probe analysis. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. **37**. 465—469. 1973.
- [13] HIN, J. I. & YAKOVITZ, H.: Practical scanning electron microscopy. Plenum Press. New York. 1975.
- [14] HAYAT, M. A.: Principles and techniques of scanning electron microscopy. Vol. 1—6. Reinhold. New York. San Francisco. 1978.
- [15] JOHNSON, G. G. & WHITE, E. W.: X-ray emission wavelength and key, tables for non-diffractive analysis. A. S. T. M. Data Series Ds. 46. Amer. Soc. Testing & Materials. Philadelphia. 1960.
- [16] LYNN, W. C. & GROSSMANN, R. B.: Observation of certain soil fabrics with the scanning electron microscope. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. **34**. 645—648. 1970.
- [17] Microprobe analysis. (Ed.: ANDERSON, C. A.) Wiley. New York. 1973.
- [18] PÁRTAY, G.: Ultrahangos előkészítés mineralógiai vizsgálatokhoz. Agrokémia és Talajtan. **20**. 281—290. 1971.
- [19] PÁRTAY, G.: Hazai tapasztalatok az elektronmikroszkóp alkalmazásának lehetőségéről a talajtani vizsgálatokban. Agrokémia és Talajtan. **22**. 389—399. 1973.

- [20] PÁRTAY, G.: Vas-mangán konkréciók vizsgálata. XI. Magyar Elektronmikroszkópos és Mikroanalízis Konferencia. Előadás összefoglaló. 72–75. METESZ-MATE. Szeged. 1979.
- [21] Physical methods in determinative mineralogy. (Ed.: ZUSSMAN, J.) Acad. Press. London. 1977.
- [22] REED, S. J. B.: Electron microprobe analysis. Cambridge Univ. Press. Cambridge. 1975.
- [23] ROSENBAUER, K. A. & KEGEL, B. H.: Rasterelektronen-mikroskopische Technik. Thieme. Stuttgart. 1978.
- [24] STACE, H. C. T. et al.: Handbook of Australian soils. Relim. Glanside. 1968.
- [25] STEFANOVITS, P.: Talajtan. Mezőgazd. Kiadó. Budapest. 1975.
- [26] SZABOLCS, I.: A vízrendezések és öntözések hatása a tiszántúli talajképződési folyamatokra. Akadémiai Kiadó. Budapest. 1961.
- [27] SZABOLCS, I.: Review of research on salt-affected soils. UNESCO. Natural Resources Research. XV. Paris. 1979.
- [28] SZENDREI, G.: Micromorphology of some salt-affected soils from two soil regions in Hungary. In: Soil Micromorphology. (Ed.: DELGADO, M.) Proc. 5th Internat. Working-Meeting on Soil Micromorphology. Granada. Spaj. May 24–28. Granada. 1977.
- [29] SZENDREI, G.: Szologyos réti szolonyec talajok mikromorfológiai vizsgálata. Agro-kémia és Talajtan. **29**. 183–198. 1980.
- [30] TURSZINA, T. V.: Mikrosztroenie oszlodelüh pocsv Altajszkovo kraja. Pocsvovedenie. (5) 7–18. 1966.
- [31] VÁRALLYAY, G.: Bibliography on salt-affected soils. In: SZABOLCS, I.: Review of research on salt-affected soils. UNESCO. Natural Resources Research. XV. 97–137. Paris. 1979.
- [32] WHITE, E. W. & JOHNSON, G. G.: X-ray emission and absorption wavelength and two-theta tables. 2th. Ed. A. S. T. M. Data Series DS 37. A. Amer. Soc. Testing & Materials. Philadelphia. 1970.
- [33] YARILOVA, E. A.: Comparative micromorphological characteristics of some solonetz soils of the steppe and semi-desert zones. In: Soil Micromorphology. (Ed.: JONGERUS, A.) Proc. 2th Internat. Working-Meeting on Soil Micromorphology. Arnham. Netherland. Sept. 22–25. 1964. Elsevier. Amsterdam. New York. 1964.

Érkezett: 1980. október 17.

Possibilities of the Use of the Scanning Electron Microscope and of the SEM-EDXRA-Method in Soil Investigations

G. PÁRTAY

Research Institute for Soil Science and Agricultural Chemistry of the Hungarian Academy of Sciences, Budapest

Summary

The investigation of the submicroscopical morphological properties of solonetz and solodj soils by the SEM-EDXRA-method was started. The samples originated from the A–B₂ horizon of a solodj-like, shallow meadow solonetz (profile „Hortobágy 2”) and from the B horizon of the solodj soil of the Baraba lowland. For the etalon investigations illite and montmorillonite samples of Hungarian origin, identified by our laboratory were used. Model experiments were carried out with illite and montmorillonite etalons to determine the probable morphological forms under powdered and suspended conditions and on fresh fracture surfaces.

From the components forming the soil texture illite, montmorillonite, chlorite, quartz, feldspar, diatoma and opal, and some salt and amorphous formations, as well as phitolite were determined.

In agreement with the data of literature attention was drawn to the possibility of the eluvial processes in the formation of the morphology of solodj soils. The A horizon and the accumulation (B) horizon — the latter essentially different in its structure — of the eroded solodj soil were described. Attention was given to the role of montmorillonit in the formation of the structure of the B₁-horizon, and it was also stated by our experiments.

The comparison of the investigations of surfaces without bedding in and of thin sections served two aims. On the one hand to learn the correlation between the light and the electron microscope, on the other hand to learn the one between the bedded thin sections and the undisturbed samples. It was stated that the magnifying and resolution conditions of the light microscope do not enable us to follow the structure of the sample by the electron microscope in many cases. The topographical identification becomes uncertain, especially in the higher stages. In this case the elementary analysis carried out correctly can give numerous information. When investigating fresh fracture surfaces or walls of slits we can get satisfactory results using undisturbed samples without bedding. Analysing our sample by this method, the elementary analysis showed the presence of Na, Mg, Al, Si, K, Ca and Fe. Further on montmorillonit, chlorite, illite, feldspar and quartz could be identified. Besides the components forming the soil texture, sesquioxides mixed with Si and covering the walls of the slit in different thickness were determined too.

A characteristic concomitant of the examined soils is the concretion. Its formation often occurs on the surface, but in larger quantities it appears in the accumulation horizons. Besides the concretions with homogeneous composition — e.g. iron or manganese — others also were found, the structure of which showed a certain periodicity.: e.g. round a sulphur core a periodical change of iron-manganese-silicium shells could be described.

The results of our investigations are as follows:

1. On the basis of the morphological signs and of the elementary components the structural components of the solid phase of this soils were determined.
2. The laminal morphological formations produced by the increase of the montmorillonite content were described in artificial suspensions and in undisturbed soil samples.
3. Sesquioxide-silicium covering on the walls of a micro-slit was determined.
4. In some concretions a sulphur core with periodical changing Fe—Mn—Si-shells was found.

Fig. 1. Investigation of illite by scanning electron microscope. Picture of a powdered (a, b) and suspended (c, d) sample. Picture of a fresh fracture surface (e, f) and of illite in the soil (g).

Fig. 2. Investigation of montmorillonite by scanning electron microscope. Picture of a suspended sample (a, b, c, d) in increasing magnifying; of a fresh fracture surface (e, f); and of montmorillonit in the soil (g).

Fig. 3. Formations of soil texture: a) Diatoma (etalon prepared of diatoma schale); b) Diatoma and opal; c) Salt and amorphous formations; d) Chlorite; e) Quartz; f) Phitolite.

Fig. 4. Submicroscopic structure of an eluvial (a) and of an accumulation horizon (undisturbed sample).

Fig. 5. Slit-schlier-texture. a) Photograph made by a light microscope (with parallel nicols); b) Enlarged detail of the edge surface of the slit-texture by SEM. Both photographs were made of a thin section bedded in resin.

Fig. 6. Enlarged picture of the sample shown in Fig. 5/b. (montage). A), B), C) spots of elementary analysis.

Fig. 7. Results of the elementary analysis of the spots shown in Fig. 6.

Fig. 8. SEM-picture of a fracture surface (a) and the results of its total elementary analysis (b). †(Undisturbed sample).

Fig. 9. Results of the elementary analysis of the spots shown in Fig. 8/a.

Fig. 10. SEM-picture of fracture surface (a) and results of the elementary analysis of the marked spots (b).

Fig. 11. Enlarged picture of the sample shown in Fig. 10/a. (a) and results of the elementary analysis of the spots 1. and 2. (b and c).

Fig. 12. SEM-picture of the cross-section surface of a concretion (a) and results of a total (b), linear (c) and elementary analysis (d). (Undisturbed sample).

Fig. 13. Results of the point-analysis of the sample shown in Fig. 12/a. 1—6.: places of point-analysis.

Möglichkeiten der Verwendung des Rasterelektronenmikroskops und der mit Energiestreuung arbeitenden Röntgen-Mikroanalyse in bodenkundlichen Untersuchungen

G. PÁRTAY

Forschungsinstitut für Bodenkunde und Agrikulturrechemie der Ungarischen Akademie der Wissenschaften, Budapest

Zusammenfassung

Es wurde die Untersuchung der submikroskopischen morphologischen Eigenschaften von Solonnetz- und Solodjböden mit der Methode SEM-EDXRA begonnen. Die Proben stammten aus dem A-B₂ Horizont eines solodjartigen, verkrusteten Wiesensolonetzbodens (Profil „Hortobágy-2“) und aus dem B-Horizont des Solodjbodens der Sibirischen Baraba Tiefebene. Zu den Etalon-Untersuchungen wurden von ungarischen Fundorten stammende und von unserem Laboratorium identifizierte Illit- und Montmorillonitproben verwendet.

Modelluntersuchungen wurden mit Illit- und Montmorillonit-Etalons vorgenommen um ihre, im Boden zu erwartenden morphologischen Erscheinungsformen in pulverisierten und in suspendierten Präparaten, sowie auf frischer Bruchfläche festzustellen.

Von den die Textur dieser Böden bildenden Verbindungen wurden der Illit, Montmorillonit, Chlorit, Quarz, Feldspat, Diatom und der Opal, sowie salzhaltige und amorphe Texturformationen, und endlich der Phytolyt bestimmt.

In Übereinstimmung mit den Literaturangaben wurde bei der Gestaltung der Morphologie der Solodjböden auf die Möglichkeit der eluvialen Vorgänge hingewiesen. Es wurden der Horizont A der ausgelaugten Solodjböden und der in seiner Textur wesentlich unterschiedliche Anhäufungshorizont B₁ beschrieben. Die Rolle des Montmorillonites bei der Gestaltung der Textur des B₁-Horizontes wurde hervorgehoben, was wir mit unseren Modellversuchen auch beweisen konnten.

Einem zweifachen Zweck diente der Vergleich der Dünnschliffe und der Oberflächen ohne Einbettung: einerseits die Schaffung einer Korrelation zwischen dem Licht- und dem Elektronenmikroskop, andererseits eine solche zwischen dem eingebetteten Dünnschliff und dem ungestörten Präparat. Es wurde festgestellt, das die lichtelektrischen Vergrößerungs- und Auflösungsverhältnisse in vielen Fällen das Verfolgen der Bodentextur mit dem Elektronenmikroskop nicht ermöglichen. Die topographische Identifizierung wird besonders bei den höheren Vergrößerungsstufen unsicher. Eine richtig durchgeführte Elementaranalyse kann in solchen Fällen gute Auskunft erteilen. Bei Untersuchung von frischen Bruchoberflächen oder von Spaltwänden kann ein zufriedenstellendes Ergebnis auch durch Untersuchung eines nicht eingebetteten, ungestörten Präparates erhalten werden. Bei Untersuchung unserer Probe mittels dieser Methode ergab die Elementaranalyse: Na, Mg, Al, Si, K, Ca und Fe. Es wurden noch Montmorillonit, Chlorit, Illit, Feldspat und Quarz identifiziert. Ausser den die Bodentextur bildenden Verbindungen, wurden auch mit Silizium vermischte Sesquioxide, die die Wand der Spalte in verschiedener Dicke überzogen, bestimmt.

Eine charakteristische Begleiterscheinung der untersuchten Böden ist die Konkretion, deren Bildung sich schon oft an der Oberfläche, aber in bedeutenderen Mengen erst in den Anhäufungshorizonten vollzieht. Ausser den homogenen — Fe- und Mn- — Konkretionen fanden wir solche, deren Aufbau eine Periodizität aufwies. So konnten wir unter anderem eine Wechselfolge von Fe—Mn—Si-Schalen beschreiben, die rund um einen Kern aus Schwefel entstanden sind.

Das Ergebnis der Untersuchung ist zusammengefasst das Folgende:

1. Aufgrund der morphologischen Kennzeichen und der elementaren Zusammensetzung wurden die aus der festen Phase dieser Böden stammenden Strukturelemente bestimmt.

2. In künstlich hergestellter Suspension und in ungestörter Bodenprobe wurden die durch Zunahme des Montmorillonitgehaltes zu Stande kommenden plattenförmigen morphologischen Gebilde beschrieben.

3. Ein Überzug aus Si-Sesquoxiden wurde an der Wand einer Mikrospalte bestimmt.

4. In einigen Konkretionen haben wir Fe—Mn—Si-Periodizität um einen Schwefelkern gefunden.

Abb. 1. Untersuchung von Illit mit dem Rasterelektronenmikroskop. a), b) pulverisiertes Präparat; c) d) Aufnahme aus der Suspension; e), f) Abbildung einer frischen Bruchfläche; g) Illit im Boden.

Abb. 2. Untersuchung von Montmorillonit mit dem Rasterelektronenmikroskop. a), b), c), d) Aufnahme aus der Suspension, mit ansteigender Vergrößerung; e), f) Bild einer frischen Bruchfläche; g) Montmorillonit im Boden.

Abb. 3. Elemente der Bodentextur: a) Diatom (aus Diatom-Schiefer hergestelltes Etalon); b) Diatom und Opal; c) Salz und amorphe Formationen; d) Chlorit; e) Quarz; f) Phytolyt.

Abb. 4. Submikroskopische Struktur des eluvialen (a) und Anhäufungshorizontes (b) einer ungestörten Bodenprobe.

Abb. 5. Spalte-Schlier-Textur. a) Aufnahme mit dem Lichtelektrischen Mikroskop (parallele Nikols); b) Ein Teil der Aufnahme a), vergrößert mit dem Rasterelektronenmikroskop, ein Teil der Grenzoberfläche der Spalte. Beide Aufnahmen sind von einem in Kunstharz eingebetteten Dünnschliff hergestellt worden.

Abb. 6. Vergrößerung der Abbildung 5/b (Montage). A), B), C) Stellen der Elementaranalyse.

Abb. 7. Ergebnisse der Elementaranalysen der Stellen A), B) und C) der Abb. 6.

Abb. 8. Rasterelektronenmikroskopisches Bild der Bruchfläche (a), und Ergebnisse der Analyse des totalen Blickfeldes (b), (ungestörte Probe).

Abb. 9. Ergebnisse der Elementaranalyse der in Abb. 8/a angemarkten Stellen.

Abb. 10. Rasterelektronenmikroskopisches Bild der Bruchfläche (a), und Elementaranalyse der angemarkten Stellen (b).

Abb. 11. Vergrößerung der Abb. 10/a (a), und Ergebnisse der Elementaranalyse der Punkte 1 und 2, (b) und (c).

Abb. 12. Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der Querschnitt-Oberfläche einer Konkretion (a), sowie Ergebnisse der totalen Elementaranalyse (b) und linearen Elementaranalyse (c). (Ungestörte Bodenprobe).

Abb. 13. Ergebnisse der Punktanalyse der in Abb. 12/a angeführten Bodenprobenstellen der Punktanalyse 1—6.

Возможности использования растрового электронного микроскопа и рентгенового микрозонда для почвенного анализа

Г. ПАРТАИ

Научно-исследовательский институт почвоведения и агрохимии Венгерской Академии Наук, Будапешт

Резюме

Начали исследования субмикроскопических морфологических свойств солонца и солоды методом SEM—EDXRA. Изучали образцы, взятые из горизонтов А—В₂ осолоделого коркового солонца (разрез 2., Хортобадь) и из горизонта В солоды Барабинской Низменности (СССР). Для эталонных исследований использовали образцы венгерского иллита и монтмориллонита, опознанные в нашей лаборатории.

В ходе исследования провели модельные опыты с эталонами иллита и монтмориллонита для определения ожидаемых в почве морфологических форм — в порошкообразных препаратах, в суспендированном состоянии или на свежей поверхности разлома.

Из составных частей почвы определили иллит, монтмориллонит, хлорит, кварцит, полевые шпаты, диатомы и опал, солевые и аморфные формации, а также фитолиты.

В соответствии с литературными данными указали на возможность формирования морфологической структуры солоды в процессе элювиации.

Описали деградированный горизонт А солоды и резко отличающийся по структуре горизонт В₁. Обратили внимание на роль монтмориллонита в образовании структуры горизонта В₁, подтвердив это модельными опытами.

Сравнительное изучение тонких шлифов и нефиксированной поверхности приследовало двойную цель. Установить зависимость, с одной стороны, между световым и электронным микроскопом, с другой стороны, между тонким шлифом и ненарушенным препаратом. Установили, что условия увеличения и скандирования световым микроскопом часто не позволяют проследить структуру электронным микроскопом. Топографическое опознание становится неуверенным, особенно при больших увеличениях. В этих случаях правильно проведенный элементарный анализ может дать много полезных сведений. При анализе све-

жих поверхностей разлома или стенок трещин и без фиксации можно получить удовлетворительные результаты, то же самое можно сказать и об анализе ненарушенных препаратов. Результатом элементарного анализа, проведенного таким методом были Na, Mg, Al, Si, K, Ca, Fe. Далее, описали монтмориллонит, хлорит, иллит, полевой шпат и кварц. Кроме составных частей почвы, на стенках трещин показали наличие пленки полуторных окислов и кремния, различной мощности.

Образование конкреций, характерных для данных почв, часто проходит в поверхностных слоях почвы, но в самом большом количестве они образуются в иллювиальных горизонтах.

Кроме однородных по составу конкреций железа и марганца, встречались конкреции с циклическим строением. Так например, описали конкреции с чередованием слоев железа — марганца — кремния вокруг серы, находящейся в центре.

Обобщая полученные результаты, можно сказать, что:

1. На основании морфологических признаков и элементарных составных частей определили структурные элементы, происходящие из твердой фазы этих почв.

2. В искусственно полученных суспензиях и в ненарушенных почвенных образцах описали слоистую структуру, создающуюся при увеличении содержания монтмориллонита.

3. Установили, что стенки микротрещин покрыты слоем кремния и полуторных окислов.

4. В отдельных конкрециях с ядром из серы наблюдали периодичность слоев железа — марганца — кремния.

Рис. 1. Исследование иллита растеревым электронным микроскопом. а), б) препарат, с), д) снимок сделанный из суспензии, е) ф) снимок свежей поверхности разлома. г) Иллит в почве.

Рис. 2. Исследование иллита растеревым электронным микроскопом. а), б), с), д) снимок сделан из суспензии, при повышающейся степени увеличения. е), ф) снимок поверхности разлома. г) Монтмориллонит в почве.

Рис. 3. Элементы, составляющие почву: а) диатом (эталон изготовленный из диатомового сланца), б) диатом и опал, с) солевые и аморфные формации, д) хлорит, е) кварц/фитолит.

Рис. 4. а) элювирование. б) субмикроскопическая структура иллювиального горизонта (ненарушенный образец).

Рис. 5. Материал шпиря на стенке трещины, а) снимок сделан под световым микроскопом (при параллельных николях), б) материал со станки трещины, увеличено растеревым электронным микроскопом. Оба снимка сделаны со шлифа.

Рис. 6. Увеличенный снимок образа, приведенного на рисунке 5. (монтаж). А), В), С) места проведения элементарного анализа.

Рис. 7. Элементарный анализ, проведенный в местах, обозначенных на рисунке 6.

Рис. 8. Снимок поверхности разлома, сделанный электронным микроскопом, а) и результаты анализа видимой (тотальной) поверхности б), ненарушенный образец.

Рис. 9. Результаты элементарного анализа, проведенного в точках обозначенных на рисунке 8а.

Рис. 10. Снимок поверхности разлома, растеревый электронный микроскоп, а) и элементарный анализ, проведенный в обозначенных точках, б).

Рис. 11. Увеличенный снимок образца, приведенного на рисунке 10а и результаты элементарного анализа, проведенного в точках 1. и 2. б) и с).

Рис. 12. Снимок поверхности поперечного сечения конкреции (растеревый электронный микроскоп), а) и результаты элементарного анализа видимой поверхности б) и линии с), ненарушенный образец.

Рис. 13. Результаты точечного анализа образа, приведенного на рисунке 12а, 1 — 6. места проведения анализа.