

Научный совет
по геомагнетизму РАН,
Институт Физики Земли РАН

**Палеомагнетизм
и магнетизм
горных пород**

теория, практика, эксперимент

Материалы Всероссийской
школы-семинара
по проблемам палеомагнетизма и
магнетизма горных пород

9 ноября 2015 г.
Москва, ИФЗ РАН

10 – 12 ноября 2015 г.
ГО «Борок» ИФЗ РАН

УДК 552(063)
ББК 26.31я431
П14

П14 Палеомагнетизм и магнетизм горных пород: теория, практика, эксперимент / Геофизическая обсерватория «Борок» – филиал Института физики Земли им. О. Ю. Шмидта РАН – Ярославль: Филигрань, 2015. – 312с.

ISBN 978-5-906682-44-4

Проведение Всероссийской школы-семинара по проблемам палеомагнетизма и магнетизма горных пород и издание материалов осуществлено при финансовой поддержке ФАНО России и Российского фонда фундаментальных исследований (Проект № 15-05-20926-г).

9 ноября 2015 г.
Москва, ИФЗ РАН

10 – 12 ноября 2015 г.
ГО «Борок» ИФЗ РАН

Ответственный редактор:
д.ф.-м.н., профессор Щербаков В.П.

ISBN 978-5-906682-44-4

УДК 552(063)
ББК 26.31Я431

© Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики Земли им. О. Ю. Шмидта Российской академии наук.

Магнито-минералогические исследования коллекции образцов керамических изделий Казанского кремля XV-XIX вв.

Д. Г. Федорченко, Л. Р. Косарева, Д. К. Нургалеев, Д. М. Кузина

Казанский федеральный университет

В 1692 г. Э. Галлей на основании анализа данных, накопленных с конца XVI века, сделал выводы о том, что величина магнитного поля изменяется со временем [1]. Изменения магнитного поля дали исследователям широкий круг возможностей для оценки возраста различных объектов, в том числе и археологических. Основоположителем археомагнитных измерений считается Дж. Фольгерайтер. Он первым стал изучать античную керамику и предположил, что обожженные природные и искусственные материалы могут быть использованы для изучения вариаций напряженности и направления геомагнитного поля в прошлом. При этом важную роль играет определение носителей намагниченности и размер зерен ферромагнитной фракции. Поэтому, прежде чем приступить к археомагнитным исследованиям образцы отобранной коллекции подвергаются магнито-минералогическому анализу.

В качестве объекта исследований был выбран уникальный архитектурный и исторический памятник под открытым небом музей-заповедник "Казанский Кремль". Изучение его истории началось еще во второй половине XVI века по письменным источникам и произведениям татарского фольклора. Далее, с середины 1920-х годов, происходит активное привлечение археологов, заложение раскопов и шурфов.

Для магнито-минералогических исследований музей-заповедник "Казанский Кремль" предоставил коллекцию образцов, отобранных из раскопов. Коллекция представлена фрагментами керамических изделий, в основном печных изразцов (полевные и не полевные), а также фрагментами глиняных сосудов XVI-XIX вв. Всего исследовано 45 образцов.

Технология изготовления керамических изделий имеет почти 10000-летнюю историю [3]. Высокая хрупкость керамических изделий приводит к тому, что они быстро выходят из строя, так что вскоре после изготовления их осколки оказываются в земле. Производство керамических изделий подвержено частым изменениям стиля. Обе эти характеристики – кратковременность существования и типологическое непостоянство, так же как и обилие находок черепков керамических изделий, позволяют считать керамику исключительно ценным археологическим объектом для хронологического исследования и независимого абсолютного хронометрического датирования.

Предоставленные для анализа фрагменты керамических изделий были изготовлены из красной глины и имели характерный цвет от бурого до темно красного. Комплекс магнито-минералогических исследований включал в себя измерения магнитной восприимчивости, коэрцитивную спектрометрию, термомагнитный анализ всех образцов. Следует отметить, что данный комплекс методов позволяет провести измерения по образцам очень маленьких размеров (20x8x6 мм) и весом до 3 г.

Лабораторные исследования коллекции образцов включали в себя определение величины магнитной восприимчивости, коэрцитивную спектрометрию, дифференциальный терромагнитный анализ.

Пробоподготовка включала в себя измельчение образцов в агатовой ступке до однородной порошкообразной смеси, упаковку, маркировку и взвешивание образцов с точностью до 0.001 г.

Измерение магнитной восприимчивости проводилось на MS2-B фирмы Bartington в двух режимах высоких и низких частот (LF и HF). По формуле $F=(LF-HF)/LF \cdot 100\%$ был определен F-фактор.

Для получения спектров нормального намагничивания до полей 1.5 Тл использовался коэрцитивный спектрометр «J_meter» [4, 2], позволяющий отдельно регистрировать остаточную и индуктивную намагниченности образцов при комнатной температуре.

Терромагнитный анализ по индуцированной намагниченности выполнялся на авторегистрирующих крутильных магнитных весах Кюри [4, 5]. Измерена зависимость индуктивной намагниченности в поле до 0.2 Тл от температуры при скорости нагрева 100 °С/мин до температуры 800 °С.

Диапазон измерений магнитной восприимчивости образцов составил $10^4 \div 10^6$, что свидетельствует о том, что исследуемые образцы являются парамагнетиками. Это обусловлено литологическим составом образцов. Полученные значения F-фактора варьируют в пределах от 0 до 22 %. Анализ гистограммы распределения значений F-фактора позволяет сделать вывод о том, что образцы делятся на две группы содержащие мелкие – однодоменные и крупные – многодоменные зерна ферромагнетиков.

По кривым нормального намагничивания были определены следующие гистерезисные параметры [4, 2]: нормальная остаточная намагниченность насыщения (J_r), намагниченность насыщения за вычетом парамагнитной компоненты (J_s), намагниченность парамагнитной компоненты в поле 1.5 Тл (J_p), коэрцитивная сила намагниченности насыщения за вычетом влияния парамагнитной компоненты (B_c), коэрцитивная сила остаточной намагниченности насыщения (B_{cr}), положение максимума коэрцитивного спектра нормального остаточного намагничивания (B_{da}), положение максимума коэрцитивного спектра нормального остаточного намагничивания перемагничивания из насыщенного состояния (B_{db}), суперпарамагнитная восприимчивость в поле до 8 мТ (K_{sp}).

Параметры J_s и J_{rs} являются концентрационно-зависимыми, их величины в первую очередь определяются концентрацией магнитных минералов в горных породах. Поведение B_{cr} сильно зависит от присутствия однодоменных магнитных частиц, а величина и поведение B_c определяются многодоменными магнитными частицами. Отношение B_{cr}/B_c отражает содержание низкокоэрцитивных и высококоэрцитивных минералов. Соотношения гистерезисных параметров отражены на диаграмме Дзю, которая позволяет определить доменную структуру зерен ферромагнетика, а следовательно – оценить их размеры (рис. 1).

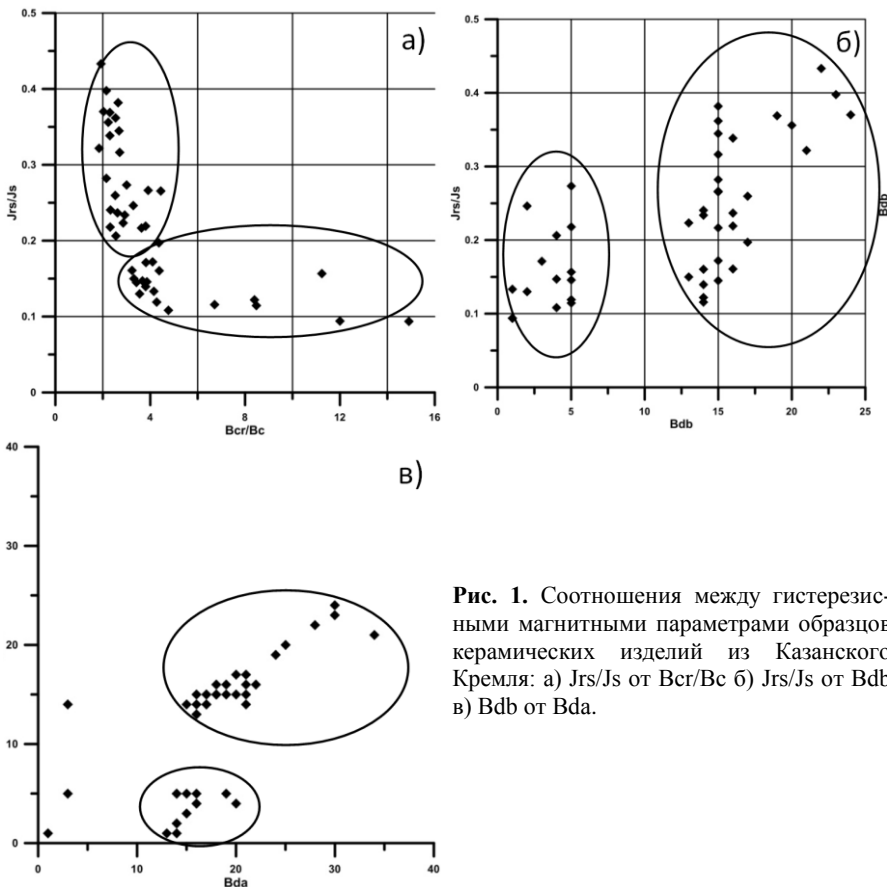


Рис. 1. Соотношения между гистерезисными магнитными параметрами образцов керамических изделий из Казанского Кремля: а) J_{rs}/J_s от B_{cr}/B_c б) J_{rs}/J_s от B_{db} в) B_{db} от B_{da} .

Анализ гистерезисных параметров позволил выявить, что ферромагнитная фракция отобранных образцов представлена преимущественно псевдооднодоменными и многодоменными зёрнами. Помимо этого можно судить о наличии значительного магнитоэлектронного взаимодействия между зёрнами фракции. При этом образцы четко делятся на две группы по своим гистерезисным свойствам.

Для палеомагнитных исследований лучше всего использовать образцы, магнитная фракция которых представлена преимущественно однодоменными зёрнами [9], так как такие образцы лучше хранят информацию о магнитном поле, когда глиняные изделия были нагреты последний раз. В нашем случае, это образцы, содержащие ПОД частицы.

Используя методику разложения коэрцитивных спектров на компоненты на основе вейвлет преобразования [7], реализованную в специализированном программном комплексе, были получены ферромагнитные составляющие образцов. Пример разложения представлен на рис. 2.

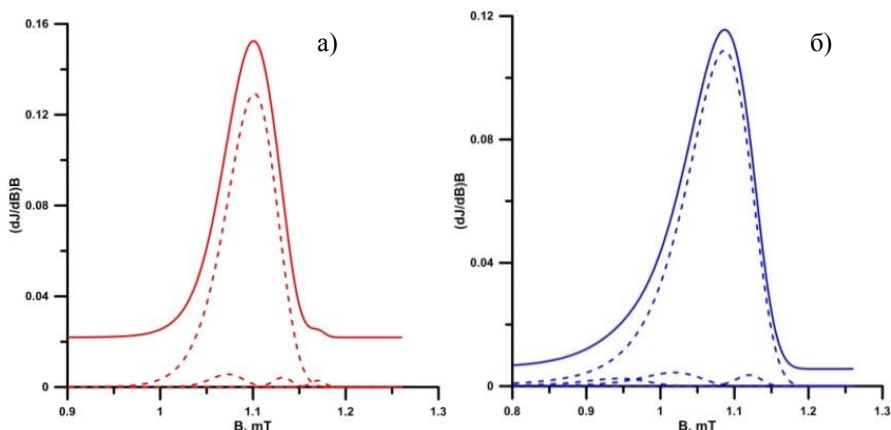


Рис. 2. Коэрцитивные спектры КК04-LII_193: а) по намагничиванию, б) по перемагничиванию. Сплошная линия – сумма всех компонент, пунктирные линии – разложение коэрцитивного спектра на основные компоненты.

На основе лабораторных исследований Р. Эгли [6] выделил ряд ферри-магнитных компонент для красных глин по положению максимумов коэрцитивных спектров (ПМСК):

1. «PD» (pedogenic magnetite) почвообразующий магнетит, по спектрам нормального намагничивания в интервале полей 0-30 мТл.
2. «L» (loess component) лессовая компонента, интерпретируется как сильно окисленный магнетит или маггемит, выделяется в интервале ≈ 70 -120 мТл.
3. «H» (high) определяется наличием высококоэрцитивных минералов, например, гематита, самая магнитожегкая компонента с ПМСК от 120 мТл и выше.

Нами также выделены несколько групп компонент, которые по величине магнитного поля можно сопоставить с компонентами, выделенными Р. Эгли. Если рассмотреть только основные ферримагнитные компоненты образцов, например, удалив все компоненты имеющие долю менее 10% в общей остаточной намагниченности образцов можно увидеть, пропадает сразу две компоненты «L» и «H». Следовательно, основной вклад в намагниченность образцов вносит педогенная компонента.

Помимо этого к обработке данных КС применена методика определения компонент связанных с диа-/парамагнитной, ферромагнитной и суперпарамагнитной составляющими магнитной восприимчивости по данным коэрцитивной спектрометрии [8]. Основной вклад в магнитную восприимчивость вносит ферромагнитная составляющая. При этом образцы являются парамагнетиком (согласно данным полученным по магнитной восприимчивости), а ферромагнетик в породе присутствует лишь в малом количестве, но более сильный по сравнению с диапарамагнитной и суперпарамагнитной составляющей (рис. 3).

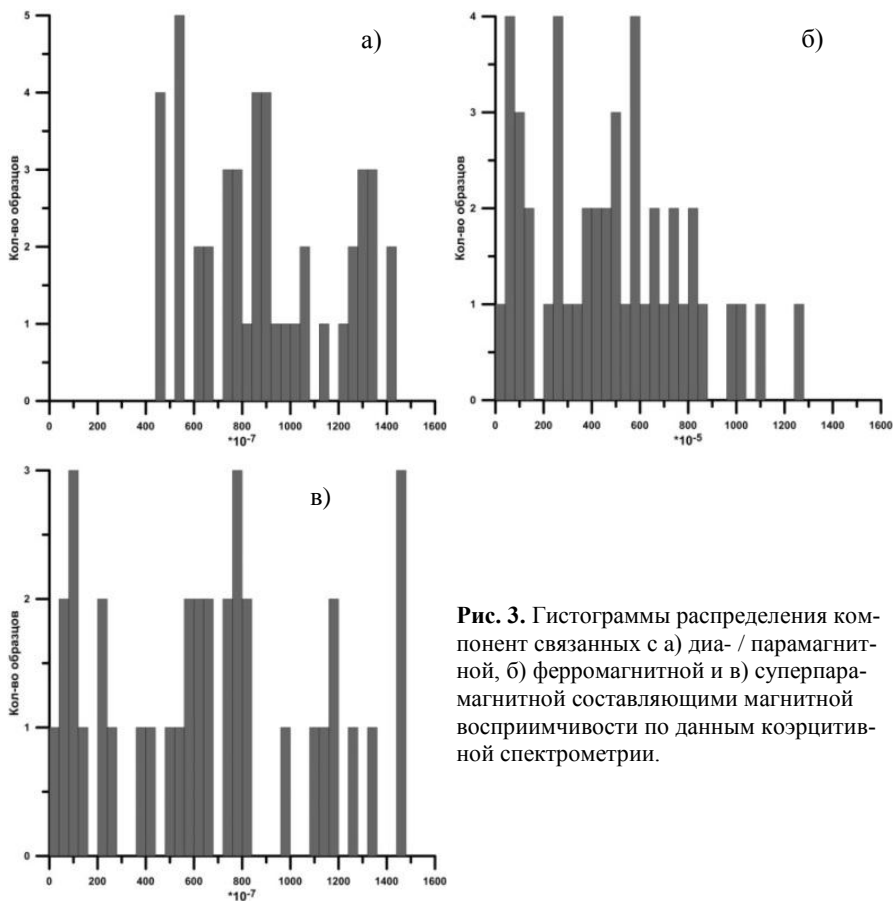


Рис. 3. Гистограммы распределения компонент связанных с а) диа- / парамагнитной, б) ферромагнитной и в) суперпарамагнитной составляющими магнитной восприимчивости по данным коэрцитивной спектрометрии.

Основным видом диагностики состава ферримагнитной фракции образцов является терромагнитный анализ [5]. Основной целью данного анализа является диагностика железосодержащей пигментной примеси в образцах керамических изделий, классификация их по составу с точки зрения общности возможных сырьевых источников, а также оценка вероятных температур обжига в процессе производства. По морфологии терромагнитных кривых, отражающих фазовый состав и структурное состояние ферримагнитных минералов, выделено 4 типа парагенезов железосодержащих примесей. Ниже приводятся наиболее характерные терромагнитные кривые и табличный материал по всем выделенным группам образцов, наглядно демонстрирующие особенности состава железоминеральной фазы каждой из них.

Итак, первая группа включает в себя треть изученных образцов. Морфология кривых ДТМА типична для магнетитсодержащих красноцветных образований и достаточно однотипна: форма кривых выположена, корытообразна, пик спада намагничённости имеет овальную форму, амплитуда может варь-

ровать в зависимости от количества магнитоактивной фазы. После второго нагрева намагниченность магнетита падает ввиду его малой стабильности к нагревам в присутствии воздуха, термомагнитные кривые при этом еще более выполаживаются. То, что происходит окисление магнетита при нагреве в процессе эксперимента до гематита видно и по цвету пробы после нагрева: навески темно красного, бурого. В том или ином количестве в некоторых пробах отмечается присутствие маггемита, который при нагреве необратимо переходит в гематит. Вследствие этих двух процессов термомагнитные кривые второго нагрева располагаются ниже кривых первого нагрева – отношения величины намагниченности после нагрева к исходной (I_2 / I_1) варьируют от 0,7 до 0,89. В существенно маггемитовых пробах это отношение ниже 0,6. Характерного сильного прогиба кривой ДТМА в области температур 250-500 °С, как правило, не наблюдается – возможно маггемит стабилизирован в результате многократных термических воздействий, или имеет вторичную природу, доля его невелика и он связан с магнетитом.

Для большинства образцов первой группы на кривых ДТМА в дифференциальной форме записи отмечаются, области термической стабильности – участки с одинаковой скоростью спада намагниченности в диапазонах 20 - 200 - 400 °С – кривые первого и второго нагревов практически повторяют друг друга, что позволяет предполагать их обжиг или многократные нагревы изделий.

Вторая группа включает в себя 7 проб и отличается от всех выше перечисленной высокой термической стабильностью во всем диапазоне нагрева. Можем предположить относительно высокотемпературный обжиг этих образцов в прошлом.

На 13 кривых ДТМА первой и второй групп, наблюдается пик в районе 725 °С, что указывает на наличие металлического железа. Это может быть связано, как изменением технологии изготовления или обработки сырья, так и с покрытием, наносимым на керамические изделия. Возможно, антропогенное загрязнение образцов.

Третья группа образцов очень похожа на рассмотренную выше первую. Отличие заключается только в том, что здесь окисление магнетита до гематита происходит через промежуточную фазу с максимумом спада намагниченности в области 450 °С на кривой первого нагрева, что указывает на присутствие маггемита, возможно с лепидокроцитом, температура их диссоциации лежит в интервале 400-520 °С. Для рассматриваемых образцов область термической стабильности также находится в интервале 20-400 °С.

Четвертая группа образцов самая малочисленная и представлена всего 4 образцами. По морфологии она похожа на первую группу образцов, отличием является переход к магнетиту через маггемит с T_c 420-450 °С. Наличие маггемита также прослеживается по отношению I_2/I_1 , которое меньше 0,6. После второго нагрева намагниченность магнетита падает.

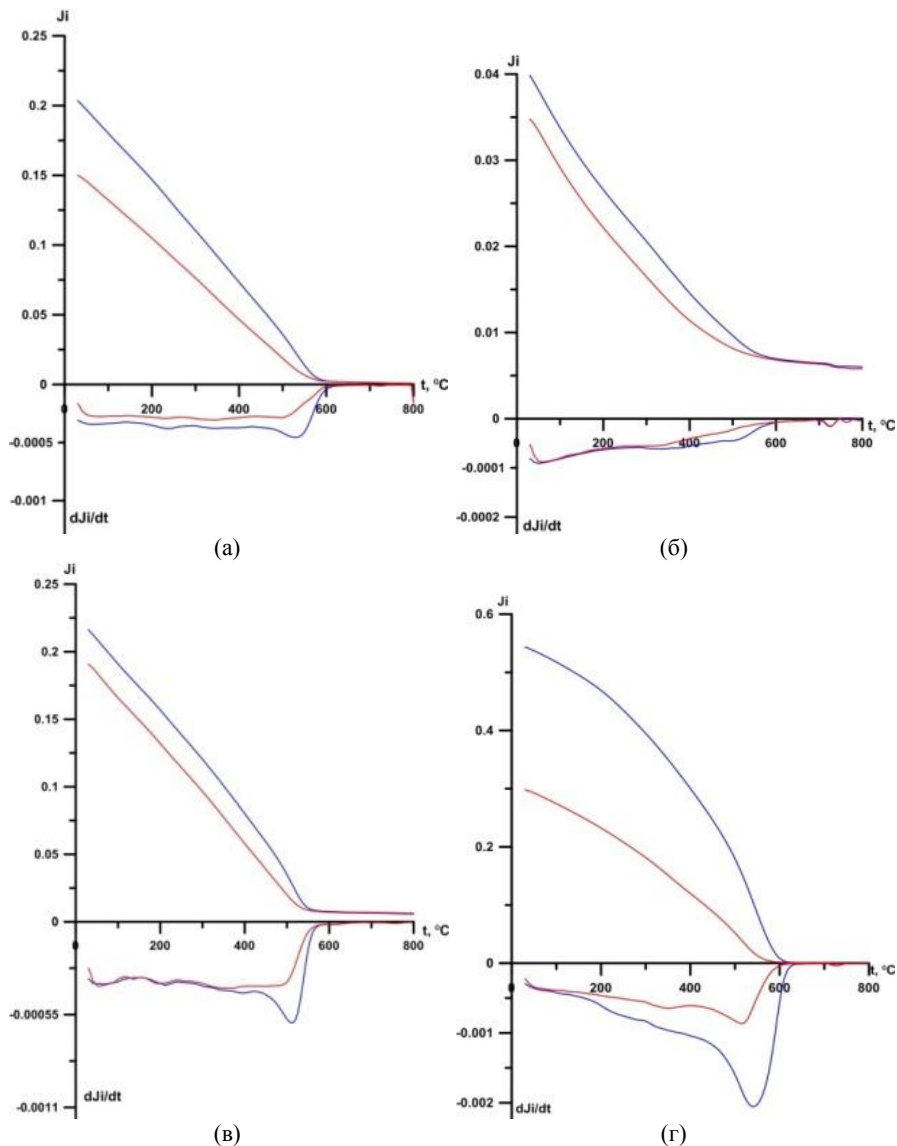


Рис. 4. Интегральные (сверху) и дифференциальные (снизу) кривые первого (синие) и повторного (красные) нагрева ТМА. а) 1 группа, б) 2 группа, в) 3 группа, г) 4 группа.

Проведенный магнито-минералогический анализ позволил определить список образцов наилучшим образом подходящих для дальнейших археомангнитных исследований. Эти образцы соответствуют основным требованиям: основным носителем намагниченности является ферромагнитная фракция, в основном представленная мелкими однодоменными и псевдооднодоменными частицами, прогрев проходил при высоких температурах.

Работа выполнена за счет средств субсидии, выделенной в рамках государственной поддержки Казанского (Приволжского) федерального университета в целях повышения его конкурентоспособности среди ведущих мировых научнообразовательных центров, за счет субсидии, выделенной Казанскому федеральному университету для выполнения государственного задания в сфере научной деятельности, а также при частичной поддержке гранта РФФИ № 14-05-00785А.

1. *Folgheraiter G.* Sur les variations seculaires de linclination magnetique dans lantiquite // Journal de Physique, 1899. V. 5. P. 660-667.
2. *Thellier E., Thellier O.* Sur lintensite du champ magnetique terrestre dans le passe historique et geologique // Ann. Geophys. 1959. T. 15. P. 285-378.
3. *Вагнер Г.А.* Научные методы датирования в геологии, археологии и истории. – Москва: Техносфера, 2006. – 576 с.
4. *Буров Б.В., Нургалиев Д.К., Ясонов П.Г.* Палеомагнитный анализ. – Казань, 1986. – 164 с
5. *Буров Б.В., Ясонов П.Г.* Введение в дифференциальный термомагнитный анализ горных пород. – Казань, 1979. – 156 с.
6. *Egli R.* Characterization of individual rock magnetic components by analysis of remanence curves, 1. Unmixing natural sediments // Stud. Geophys. Geod., 2004, №48, P. 391–446
7. *Kosareva L. R., Utemov E. V., Nurgaliev D. K., Shcherbakov V. P., Kosarev V. E., Yasonov P. G.* Separation of Ferromagnetic Components by Analyzing the Hysteresis Loops of Remanent Magnetization // Izvestiya, Physics of the Solid Earth. - 2015. - Vol. 51, No. 5. - P. 689–708.
8. *Kosareva L.R., Nourgaliev D.K., Kuzina D.M., Spassov S., Fattakhov A.V.* Ferromagnetic, dia-/paramagnetic and superparamagnetic components of Aral sea sediments: significance for paleoenvironmental reconstruction // ARPN Journal of Earth Sciences. - 2015. - Vol. 4, No. 1. P. 1-6
9. *Щербаков В.П.* Физика магнетизма горных пород / В.П. Щербаков, Б.Е. Ламаш, В.В. Щербакова М.: ИФЗ АН СССР. 1991. 187 с.

Палеомагнетизм Калаканского магматического ареала западного Забайкалья

И. В. Федюкин, А. В. Шаццлло

И Институт физики Земли им. О. Ю. Шмидта РАН, Москва

Калаканский магматический ареал располагается на территории западного Забайкалья в пределах Средневитимского нагорья. Калаканский магматический ареал принадлежит к системе мезозойской Западно-Забайкальской рифтовой области и развит на ее северо-восточной окраине. Заложение рифтовой системы началось в конце перми с формирования дайковых поясов в центральной части западного Забайкалья. Данный период времени характеризуется сменой постколлизийного этапа на этап растяжения земной коры и последующим заложением рифтовых комплексов. Данный ареал развит на территории около 15000 км² и представлен как изверженными так и субвулкани-

**Палеомагнетизм и магнетизм
горных пород:
теория, практика, эксперимент**

*Материалы Всероссийской школы-семинара
по проблемам палеомагнетизма и магнетизма
горных пород*

Подписано в печать 30.11.15. Формат 60x90 1/16.
Усл. печ. л. 19,5. Заказ № 15185. Тираж 70 экз.

Отпечатано в типографии ООО «Филигрань»
150049, г. Ярославль, ул. Свободы, д 91
pechataet@bk.ru