

УДК 552.578.3:681.723.27:543.426

**Тугарова М.А.**

Федеральное государственное унитарное предприятие Всероссийский научно-исследовательский институт геологии и минеральных ресурсов Мирового океана имени академика И.С. Грамберга (ФГУП «ВНИИОкеангеология им. акад. И.С. Грамберга»), Санкт-Петербург, Россия, [tugarova@mail.ru](mailto:tugarova@mail.ru)

**Балмасов Е.Л.**

ООО «Восточно-Европейская Управляющая Компания», Санкт-Петербург, Россия, [evgeny.balmasov@veuk.ru](mailto:evgeny.balmasov@veuk.ru)

**Нестеров А.Р.**

Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия, [a.r.nesterov@rambler.ru](mailto:a.r.nesterov@rambler.ru)

**Петрова В.И.**

Федеральное государственное унитарное предприятие Всероссийский научно-исследовательский институт геологии и минеральных ресурсов Мирового океана имени академика И.С. Грамберга (ФГУП «ВНИИОкеангеология им. акад. И.С. Грамберга»), Санкт-Петербург, Россия, [petrovavi@mail.ru](mailto:petrovavi@mail.ru)

## ОПЫТ ПРИМЕНЕНИЯ КОНФОКАЛЬНОЙ ФЛУОРЕСЦЕНТНОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ОСАДОЧНЫХ ПОРОД НЕФТЕГАЗОНОСНЫХ КОМПЛЕКСОВ

*Впервые предпринята попытка использования конфокальной флуоресцентной микроскопии для изучения пород нефтегазоносных комплексов. Первый опыт применения показал, что прибор позволяет успешно идентифицировать распределения битуминозных компонентов в породах, давать их качественную и количественную характеристику. Результаты, наряду с необходимостью дальнейшей апробации, открывают широкие возможности метода для использования в практике литологических и нефтегазопоисковых исследований.*

**Ключевые слова:** *конфокальная флуоресцентная микроскопия, осадочные породы, нефтегазоносные комплексы, битуминозные компоненты.*

### Введение

Впервые в практике геологических исследований предпринята попытка использования конфокальной флуоресцентной микроскопии для изучения нефтематеринских пород и пород-коллекторов. Методика позволяет: 1) проводить традиционное петрографическое изучение пород; 2) получать объемные микроизображения объектов; 3) изучать характер распределения флуоресцирующих фаз; 4) регистрировать их спектры возбуждения.

Методические основы люминесцентно-битуминологических, в том числе люминесцентно-петрографических исследований, были разработаны в СССР в 1940-е гг. В.Н. Флоровской и В.Г. Мелковым [Флоровская, Мелков, 1946]. Методика люминесцентно-битуминологических исследований заключалась в констатации любых количеств и почти любого состава битумоидов в ультрафиолетовых лучах при помощи нанесения на

поверхность образца капли нелюминесцирующего хлороформа. Авторами были разработаны методические приемы работы с разнообразным каменным материалом и показаны возможности применения метода в разных областях геологических исследований (литологии, палеонтологии, промысловой нефтяной геологии). Анализ, главным образом, был качественным, количественные оценки опирались в большей степени на опыт и интуицию исследователей, нежели на объективные характеристики, имел ограничения и в качественной оценке группового состава битумоидов и, наконец, требовал применения оборудования (например, кварцево-ртутных ламп), небезопасного для здоровья. Несмотря на достоинства метода, он, таким образом, имел и ряд недостатков, которые в конечном итоге вытеснили массовое использование люминесцентной битуминологии из практики органо-геохимических исследований.

В настоящее время в арсенале органической химии имеется широкий комплекс методов, позволяющий диагностировать органическое вещество (ОВ) и его производные от валового уровня до уровня индивидуальных соединений (масс-спектрометрия, газожидкостная хроматография, хромато-масс-спектрометрия, инфракрасная спектрометрия и др.), но только флуоресцентно-петрографические исследования позволяют изучать углеводородные компоненты битуминозных пород *без нарушения* их целостности. При этом выявление характера распределения ОВ в осадочных породах, особенно их сингенетической и эпигенетической битуминозности, имеет важное значение при характеристике пород нефтегазоносных комплексов и изучении процессов эмиграции и миграции и аккумуляции углеводородов (УВ).

Современный уровень развития аналитической оптики, в частности, использование приборов нового поколения – лазерных сканирующих микроскопов, позволяет проводить изучение битуминозных пород на принципиально новом уровне.

В ходе опытного изучения ставились задачи оценить возможности прибора Leica SPE – конфокального флуоресцентного микроскопа для изучения осадочных пород нефтегазоносных комплексов: количественного и качественного состава битуминозных компонентов, морфологии их распределения в объеме породы, характера взаимодействия с минеральными компонентами осадочных образований.

#### **Метод исследований и фактический материал**

Исследования проводились на лазерном сканирующем конфокальном микроскопе фирмы Leica (LSCM) Leica SPE в межфакультетской учебно-научной лаборатории СПбГУ «Ресурсный центр микроскопии и микроанализа». В качестве источника возбуждения

флуоресценции в микроскопе используется лазер 405 нм, являющийся источником возбуждающего света, близким к оптимальному для исследуемых объектов [Незлин, 2008]. В отличие от обычного флуоресцентного микроскопа, в лазерном сканирующем конфокальном микроскопе изображение формируется последовательно точка за точкой путем сканирования заданной рамки в заданной плоскости, яркость флуоресценции в этих точках регистрируется фотоумножителем, посылается на вход аналого-цифрового преобразователя, оцифровывается и записывается в память компьютера в виде пикселей различной яркости, т.е. создается оптический срез. После записи всех пикселей данного оптического среза объектив фокусируется на следующую оптическую плоскость и процесс повторяется. В результате, создается набор «объемных» пикселей (вокселей), в котором в дальнейшем можно рассматривать отдельные оптические срезы, а также, складывая пиксели из различных срезов, получать и рассматривать под разными углами оптические проекции, в которых вся флуоресценция в выбранном объеме будет в фокусе (Extended Focus Depth).

Отметим следующие особенности LSCM Leica SPE, которые позволили настраивать его оптимальным образом для изучаемых образцов:

1. Реализованная в данном приборе система акусто-оптического настраиваемого фильтра (Acousto Optical Tunable Filter, AOTF) позволила с высокой точностью выделять спектральную линию возбуждения и контролировать ее яркость.

2. В качестве светоделителя используется дихроичный интерференционный фильтр с прозрачностью (для изучаемой флуоресценции), близкой к 100 %, что определяет высокую чувствительность прибора.

3. На приборе установлен запатентованный фирмой Leica Microsystems спектральный детектор. Его высокая чувствительность, селективность и гибкость в настройке позволили адекватно регистрировать флуоресценцию изучаемых объектов. Количественное определение спектральных характеристик свечения возможно в диапазоне 415-800 нм с любым шагом измерения вплоть до 5 нм.

Следует отметить, что конфокальный микроскоп позволяет изучать как стандартные петрографические шлифы, так и выколки образцов, не подвергавшихся шлифованию и полированию.

В качестве объектов исследования были выбраны разные морфологические типы конкреций, характеризующиеся разным составом ОБ, в т.ч. углеводородных фракций.

Объекты изучения – образцы пород из разреза триаса восточных островов арх. Шпицберген. В данной статье рассматриваются результаты исследований образцов пород,

наиболее сложных по вещественно-структурным признакам, со сложным пространственным расположением органических компонентов, отражающим генерационные схемы битумоидов, пространственно связанных в породе с процессами преобразования минеральных фаз. Изучены два образца из нефтематеринской толщи среднего триаса (обр. 1, 2) и три из верхнетриасовых разрезов, в которых преобладают породы-коллекторы (обр. 3, 4, 5). Породы различаются по составу, структуре, содержанию ОВ, в т.ч. УВ, и генезису.

Для изученных объектов: получены спектры (с шагом 5нм) флуоресценции изученных объектов и определены количественные характеристики флуоресценции для различных органических фаз; зарегистрирована флуоресценция объектов с определенными спектральными характеристиками, как в отдельных плоскостях препарата (2D), так и в объеме (3D); прослежены распределения различных типов УВ в породе, которые контролируются структурно-вещественными особенностями последних.

Во всех осадочных образованиях предварительно было детально изучено рассеянное органическое вещество (РОВ). Битуминологические исследования выполнялись в лаборатории органической геохимии ФГУП «ВНИИОкеангеология им. акад. И.С. Грамберга» по методике, аккредитованной Госстандартом России (№ РОСС RU.0001. 512785 от 18.07.2001г.). Аналитическая процедура изучения РОВ включала: определение в породе нерастворимого остатка и содержания органического углерода ( $C_{орг}$ ), извлечение хлороформного (Ахл) и спиртобензольного (Асп-б) битумоидов, гуминовых кислот (ГК), определение группового состава Ахл и УВ.

Фракции насыщенных и ароматических УВ выделялись хроматографически и исследовались методом ГХ-МС на комплексе Hewlett Packard 5973/6850 с квадрупольным масс-детектором и программным пакетом обработки аналитической информации. Анализ углеводородных биомаркеров проводился методом ГХ-МС на комплексе Hewlett Packard 6850/5973 с квадрупольным масс-детектором и программным комплексом обработки аналитической информации. Условия анализа насыщенных и циклических УВ: капиллярная колонка HP DB 30м x 0,25 мм, неподвижная фаза 5 % фенил-95 % метилсиликон; газ-носитель – гелий, скорость потока 1,2 мл/мин; температура инжектора 320 °С; температурный режим анализа: от 50 °С до 320 °С по 3 °С/мин и 7 мин при 320 °С; детектирование: по полному ионному току (SCAN от 50 до 500 m/z, 70 eV).

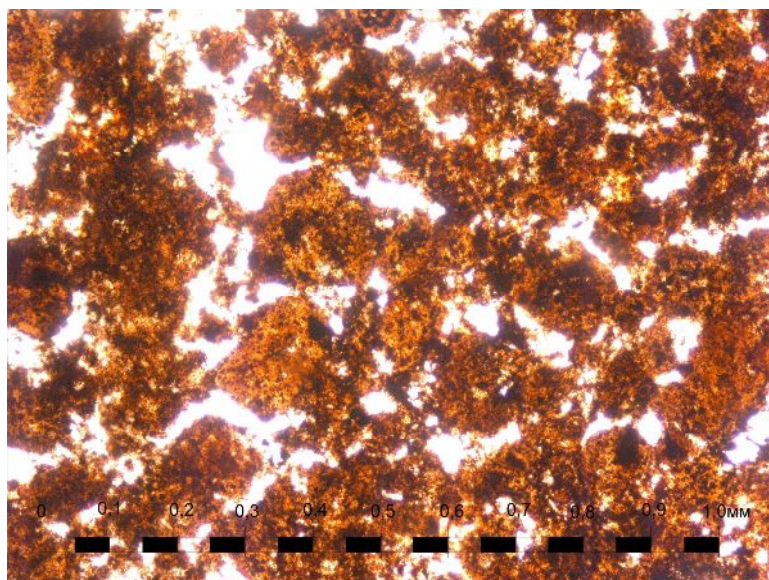
### **Результаты исследований**

Исследования на лазерном конфокальном микроскопе предварялись комплексным литолого-геохимическим изучением пород. Для экспериментальных исследований были

выбраны образцы, различающиеся по возрасту, генезису, вещественно-структурным признакам и характеризующиеся разными схемами распределения УВ. Ниже приводятся их петрографические, органо-геохимические характеристики и результаты, полученные на приборе LSCM Leica SPE.

### ***Петрографическая характеристика пород***

*Образец 1* – черная глинисто-фосфатно-карбонатная порода из нефтематеринской толщи среднего триаса (о. Эдж) (Б.А. Клубов, Т.М. Пчелина (1965-1968 гг.), Noel A., Orvin A.K. (1937). Петрографически порода характеризуется сфероагрегатно-кристаллической структурой (рис. 1). Сфероагрегаты имеют существенно коллофановый состав с примесью битумов, размер сфероагрегатов до 1 мм. Матрикс породы представлен полиминеральной глинистой фазой с преобладанием гидрослюда, а цемент - кальцитом, магниезальным кальцитом и доломитом. В цементе породы присутствует дисперсно-рассеянный битум. Микросфероагрегаты являются первичными компонентами породы и фиксируют в своем составе битумы преимущественно диагенетического происхождения, связанные в органо-минеральные комплексы. Рассеянно-дисперсные битумы матрикса наиболее отчетливо отражают процессы УВ-генерации на стадии главной фазы нефтеобразования.

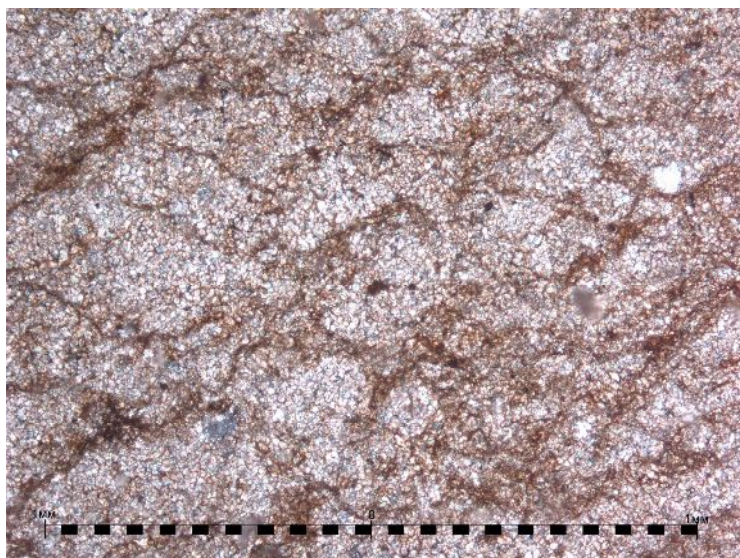


**Рис. 1. Фото шлифа в поляризационном микроскопе Leica DMPL, ник. П**

*Образец 2* – известковый строматолит среднего триаса (о.Эдж). Морфологически строматолиты представляют собой карбонатные тела с плоско-выгнутой нижней поверхностью и выпукло-вогнутой верхней, с размерами по длинной оси до 2,5 м. Внутри тела конкреции обнаружены единичные раковины двустворок, слепки аммоноидей, основная

же масса строматолита представляет собой достаточно однородную черную микрокристаллическую карбонатную массу.

Порода на петрографическом уровне характеризуется известковым составом и отчетливо проявленной «строматолитовой» структурой - закономерным микрослоистым строением, обусловленным чередованием карбонатных и тонких битуминозно-глинистых слоев, при этом битуминозные слои имеют характер облекания по карбонатным фазам (рис. 2). Структура осложнена многочисленными кремнистыми включениями округлой формы, размерами в первые микроны. По отдельным кристаллам кальцита развиваются футляроподобные образования кремнезема. В качестве аутигенной примеси присутствуют агрегаты марказита, размером 3-4 мн. Подобный набор компонентов заставляет предположить микробиальную природу этих образований [Тугарова, Лунев, Федяевский, 2010б].



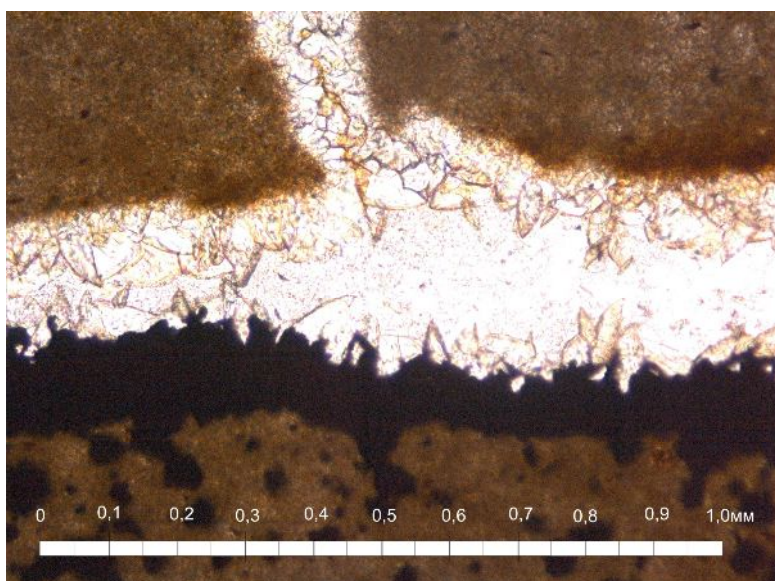
**Рис. 2. Фото шлифа породы из биогерма в поляризационном микроскопе Leica DMPL, ник. X**

*Образец 3* – сидеритовая конкреция из терригенной толщи верхнего триаса (о. Эдж). Подобные конкреции, наряду с сидеритовыми корками, являются типичными диагенетическими образованиями верхнего триаса. Они черные на свежем сколе и красновато-бурые или желтоватые на выветрелой поверхности, размеры варьируют от первых сантиметров до первых десятков сантиметров по короткой и длинным осям.

Конкреции имеют тонкокристаллическую структуру, массивную микроструктуру. В качестве примесей присутствуют кальцит, доломит, глинистые минералы (гидрослюда, хлорит), равномерно распределенные по объему породы. Иногда фиксируются пирит и марказит. Включения пирита и марказита имеют разные формы распределения в конкрециях.

Наиболее часто они присутствуют в тонко рассеянной форме, иногда наиболее отчетливо представлены в ядре конкреций. В ряде образцов наблюдалась микрослоистость, обусловленная чередованием слоев с доминированием карбонатных или сульфидных минеральных фаз. Микроструктура сульфидных выделений – тонкоагрегатная, что заставляет предположить их микробиальную природу [Тугарова, Лунев, Федяевский, 2010а].

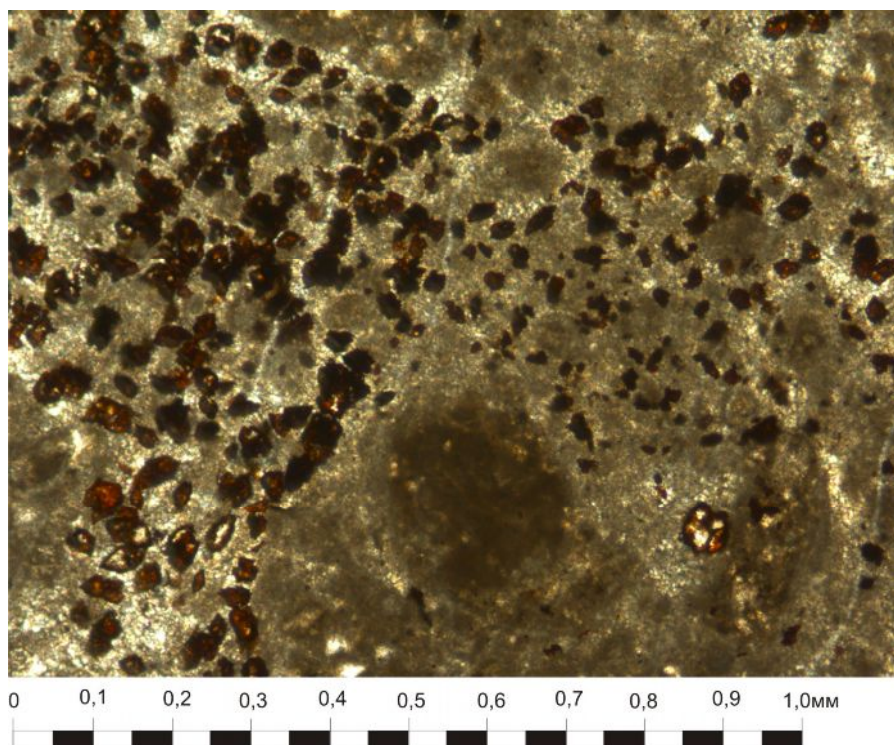
Часто внутри тела конкреции наблюдаются процессы перекристаллизации и метасоматоза. При доминировании сидеритового состава в трещинах конкреций наблюдается постепенная смена перекристаллизованного сидерита на кальцит (рис. 3).



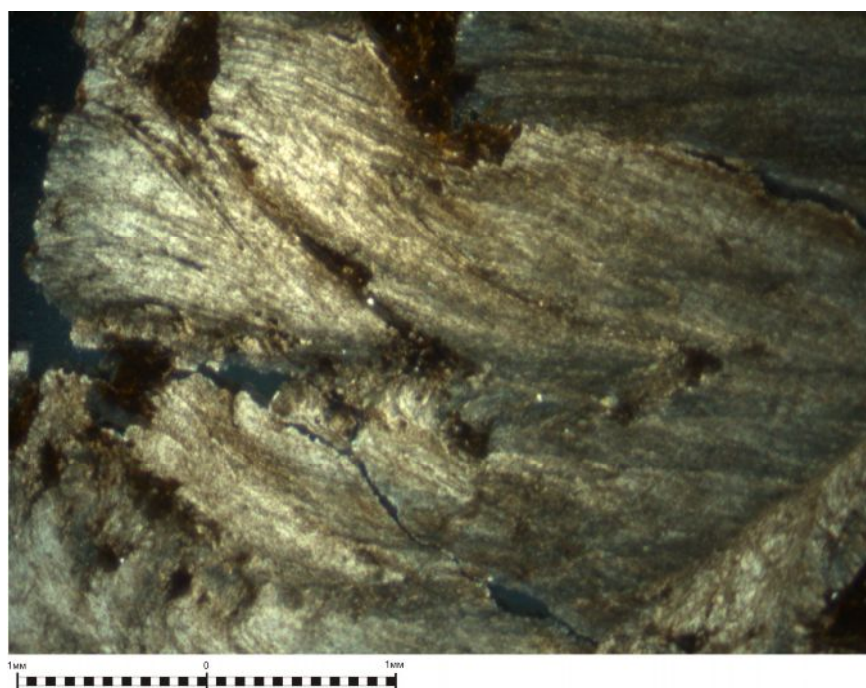
**Рис. 3. Фото шлифа сидеритовой конкреции в поляризационном микроскопе Leica DMPL, ник. II**

*Образец 4* – конкреция с текстурой конус-в-конусе (верхний триас, о. Эдж). Карбонатные стяжения с текстурой конус-в-конусе являются типичными для верхнего триаса восточных островов арх. Шпицберген. По нашим представлениям, они являются бактериолитами, образованными на стадии седиментации – раннего диагенеза под воздействием эманационных УВ [Тугарова, 2010, 2011; Tugarova, Petrova, 2010].

Порода относится к числу тех осадочных образований, которые отчетливо фиксируют микробиально-биогенные компоненты в виде цепочек клеток (рис. 4). Микробиальные сгустки являются центрами, по которым развивается кристаллизация, структурно выраженная в виде микро-конус-в-конусе (рис. 5).



**Рис. 4. Фото шлифа бактериальной микроструктуры карбонатной конкреции с текстурой конус-в-конусе в поляризационном микроскопе Leica DMPL, ник. X**



**Рис. 5. Фото шлифа микроструктуры конус-в-конусе в поляризационном микроскопе Leica DMPL, ник. X**

Клетки простейших организмов по составу представлены керогеном. Тонкие битуминозные пленки наблюдаются между слойкам кристаллизации кальцита и рассеянные битумы присутствуют в микритовых сгустках породы.



**Органо-геохимическая характеристика пород**

Для всех образцов (за исключением образца 4) определены высокие содержания органического углерода ( $C_{орг}$ ). Сравнение с кларковым значением  $C_{орг} - 0,2\%$  (Вассоевич, 1972) показывает превышение содержаний в 2-10 раз. Содержание Ахл в конкрециях верхнего триаса близко к фоновому (кларковое значение для Ахл в карбонатных породах по Н.Б. Вассоевичу оценивается в 0,03 %), а в породах среднего триаса содержание Ахл превышает кларковые в 7-9 раз (табл. 1).

Отсутствие гуминовых кислот отражает высокую степень преобразования РОВ в катагенезе (выше МК<sub>1</sub>). Групповой состав РОВ характеризуется низким содержанием растворимых компонентов (ООВ больше 82 %), что подтверждает высокую степень преобразования РОВ в целом. Обращает на себя внимание тот факт, что наибольшие значения ООВ присущи конкрециям верхнего триаса (больше 91 %),

Таблица 1

**Геохимическая характеристика рассеянного органического вещества**

№ образца	Возраст	Содержание в породе, %					Групповой состав ОВ, %				
		Н.О.	СаСО <sub>3</sub>	Скарб	Сорг/ Н.О.	Сорг/ порода	ОВ	Ахл	Асп-б	ГК	ООВ
1	T <sub>2</sub>	20,4	79,6	9,54	9,49	1,94	2,52	9,2	1,5	0,0	89,3
2	T <sub>2</sub>	19,7	80,3	9,63	7,40	1,46	1,90	15,0	2,9	0,0	82,1
3	T <sub>3к</sub>	37,9	62,1	7,45	2,01	0,76	0,99	2,1	0,9	0,0	97,0
4	T <sub>3н</sub>	37,3	62,7	7,52	0,55	0,21	0,27	5,9	2,7	0,0	91,4

Содержание фракции масел (УВ) в составе Ахл для всех пород превышает 50 %. В составе УВ преобладают алифатические соединения (от 63 до 75 %), максимальное содержание ароматических структур зафиксировано в 4 образце (табл. 2).

Таблица 2

**Битуминологическая характеристика рассеянного органического вещества**

№ образца	Возраст	Состав Ахл, %			% УВ		Состав УВ, %		Me-Nf/ Ar
		масла	смолы	асф-ны	в породе	в ОВ	Me-Nf	Ar	
1	T <sub>2</sub>	64,9	34,1	1,0	0,15	5,97	75,4	24,6	3,1
2	T <sub>2</sub>	57,0	37,6	5,4	0,16	8,53	71,1	28,9	2,5
3	T <sub>3к</sub>	56,6	36,4	7,0	0,01	1,19	72,9	27,1	2,7
4	T <sub>3н</sub>	53,8	43,2	3,0	0,01	3,17	63,3	36,7	1,7

*Нормальные алканы и изопреноиды.* На основе молекулярного состава n-алканов и изопреноидов в изученных образцах были определены следующие типы распределения, отражающие специфику РОВ.

В образце 1 и 2 максимум в распределении n-алканов приходится на диапазон C<sub>17-25</sub> с дополнительными слабо выраженными максимумами в области наиболее

высокомолекулярных структур. Отличительной особенностью состава н-алканов для РОВ этого типа является высокое содержание н-алканов, отражающих наличие РОВ микробиального генезиса при существенном вкладе гидробионтного. В образце из биогерма (образец 2) микробиальное РОВ является преобладающим.

Для образца 3 тип распределения н-алканов практически мономодальный, с широким слабо выраженным максимумом в диапазоне от  $C_{19}$  до  $C_{29}$ . Преобладание высокомолекулярных соединений ( $C_{14-19}/C_{20-35}=0,33$ ) свидетельствует о значительной роли гумусового материала в формировании состава РОВ. Специфика распределения н-алканов позволяет предположить смешанный генезис исходного ОВ с высоким содержанием бактериальной и гумусовой составляющей, прошедшей глубокую степень микробиальной деградации и, возможно, с проявлением термокаталитического уплотнения УВ-структур (переход нафтидов в нафтоиды).

Для образца 4 распределение н-алканов мономодальное с максимумом  $C_{17}$  и значительным преобладанием низкомолекулярных н-алканов. Этот тип распределения характерен для РОВ гидробионтного генезиса.

Следует отметить, что практически все изученные образцы характеризуются низкими значениями коэффициентов нечётности н-алканов ( $CP_1$ ,  $OEP_{17}$ ,  $OEP_{27}$  близки к 1), что указывает на высокий уровень преобразованности РОВ и может свидетельствовать о значительной степени его термальной зрелости ( $> MK_1$ ).

Соотношение  $Pr/Ph=1,1-1,9$  и высокие значения  $Ph/C_{18}=0,85-1,99$ , типичны для морских карбонатов. Исключение составляет образец Ed-1, в составе которого уже отмечался заметный вклад гумусового РОВ.

Преобладание изопреноидов ( $Pr$  и  $Ph$ ) над линейными изомерами в целом ряде образцов указывает на высокую микробиальную деградацию РОВ, наиболее ярко выраженную для биогерма среднего триаса ( $K_{iso} > 2$ ).

#### ***Результаты изучения методом конфокальной флуоресцентной микроскопии***

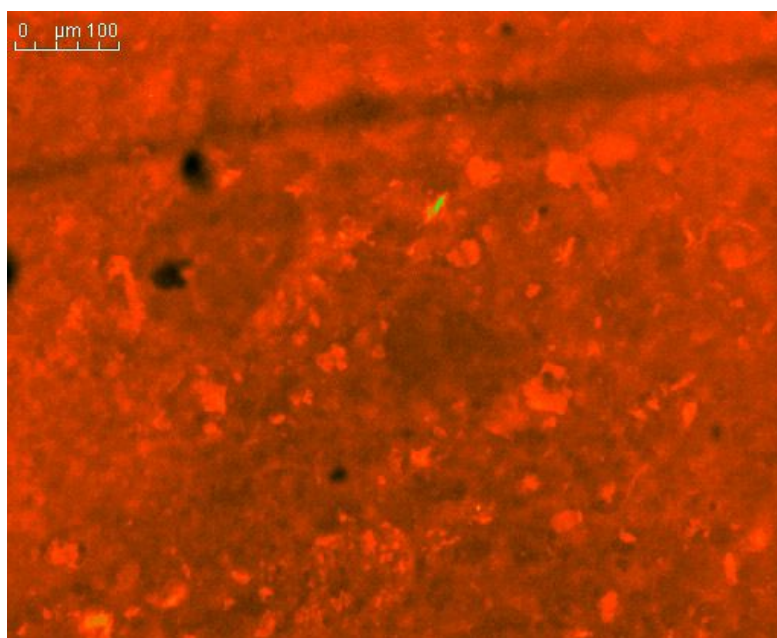
Исследование серии образцов показало, что методы конфокальной микроскопии позволяют изучить распределения битуминозных компонентов в породах; регистрировать флуоресценции в отдельных точках объектов с определением спектральных характеристик; проследить изменения качественного состава углеводородных фаз по спектрам флуоресценции в зависимости от структурно-вещественных особенностей минерального «скелета» и характера перекристаллизации минеральных фаз.

Следует обратить внимание на тот факт, что УВ, наиболее отчетливо проявленные в

составе пород на петрографическом уровне, – это те высокомолекулярные фазы, которые наиболее прочно связаны с минеральными компонентами. Очевидно, что не следует ожидать полной аналогии с аналитическими масс-хроматографическими данными. При этом генетическая типизация и тех и других должна совпадать.

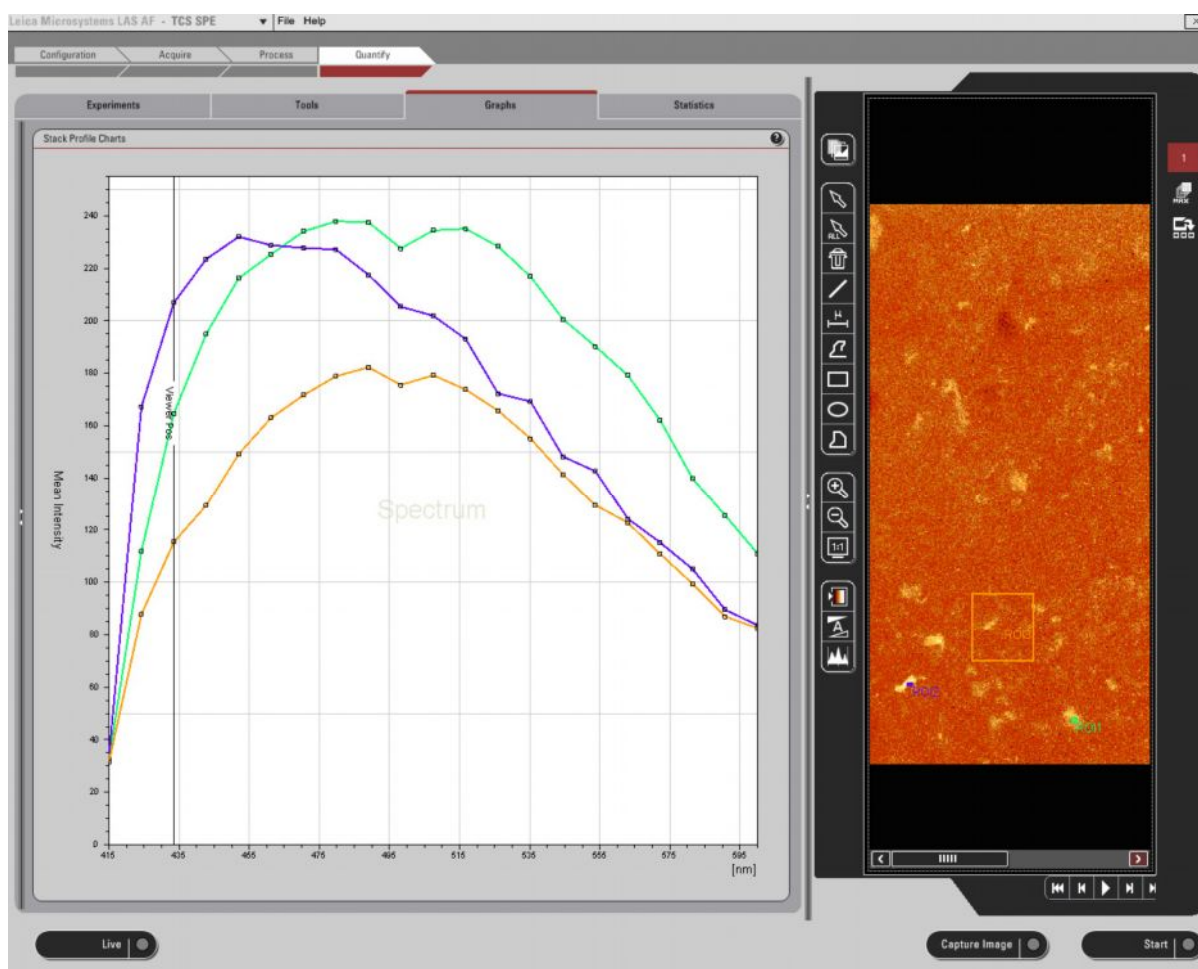
Рассмотрим полученные результаты для выбранных образцов пород.

*Образец 1* – черная глинисто-фосфатно-карбонатная порода из нефтематеринской толщи среднего триаса (о. Эдж). В породе, характеризующейся сфероагрегатно-кристаллической структурой, наиболее интенсивная флуоресценция фиксируется в цементирующей части породы (в основном за счет кальцита), а битуминозно-коллофановые сфероагрегаты дают очень тусклое свечение, отражая высокомолекулярный состав УВ (рис. 6).



**Рис. 6. Фото шлифа в флуоресцентном конфокальном микроскопе Leica SPE**

Спектры флуоресценции, определенные в разных точках шлифа породы, показывают большое сходство состава углеводородных флуоресцирующих фаз (рис. 7). Следует отметить, что спектры кальцита не попадают в область регистрации, что позволяет проследить изменения состава исключительно УВ фаз. Желтая линия, отражающая суммарный спектр, характеризуется максимумом в области 475-515 нм и отвечает полиароматическим УВ. Смещение максимума синей линии в более коротковолновую область (455 нм) обозначает отдельные микроточечные проявления более низкомолекулярных УВ в матрице породы.



**Рис. 7. Спектры флуоресценции в разных точках шлифа породы**

*Желтая линия – суммарный спектр с микрообласти, синяя, зеленая – спектры точек.*

В целом для породы характерно достаточно гомогенное распределение УВ, несмотря на ясно выраженное сфероагрегатное строение породы. Как и ожидалось, по спектральным характеристикам РОВ идентифицируется в породе как более высокомолекулярное по сравнению с данными масс-хроматографии. Это обусловлено тем, что в его составе находятся компоненты, не экстрагируемые или слабо экстрагируемые органическими растворителями из органо-минеральных комплексов.

Вещественно-структурные характеристик породы, ее морской генезис, степень катагенеза (МК<sub>2</sub>) хорошо согласуются с относительно гомогенным распределением УВ-фаз в минеральном скелете породы и отдельными «точечными» проявлениями легких УВ-фракций в матриксе.

*Образец 2* - известковый биогерм (средний триас, о. Эдж). Характер флуоресценции для этой породы схож с предыдущим. В целом флуоресценция УВ-фаз достаточно тусклая, что указывает на тесную парагенетическую связь УВ-фаз с минеральным веществом породы (рис. 8).

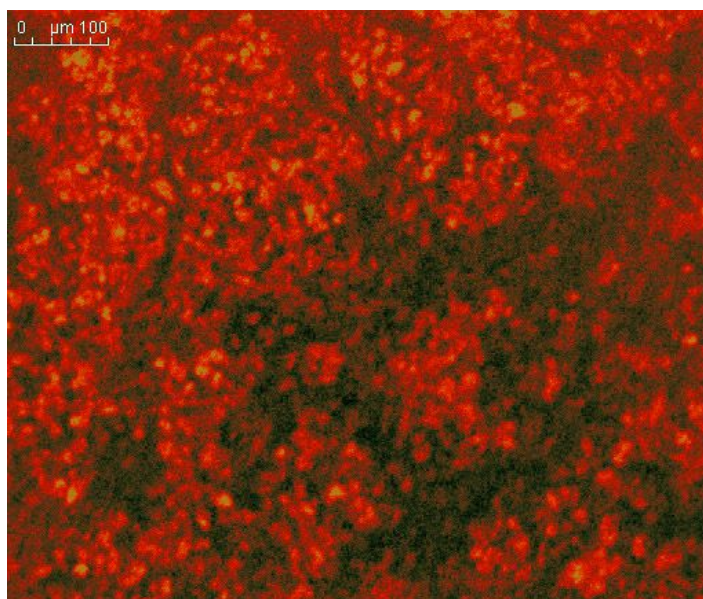


Рис. 8. Фото шлифа породы в флуоресцентном конфокальном микроскопе Leica SPE

Спектральные характеристики в разных точках образца оказываются очень близки, с максимумом 475 нм (рис. 9). Одновременно с низкой интенсивностью свечения это свидетельствуют о доминировании высокомолекулярных УВ в составе породы.

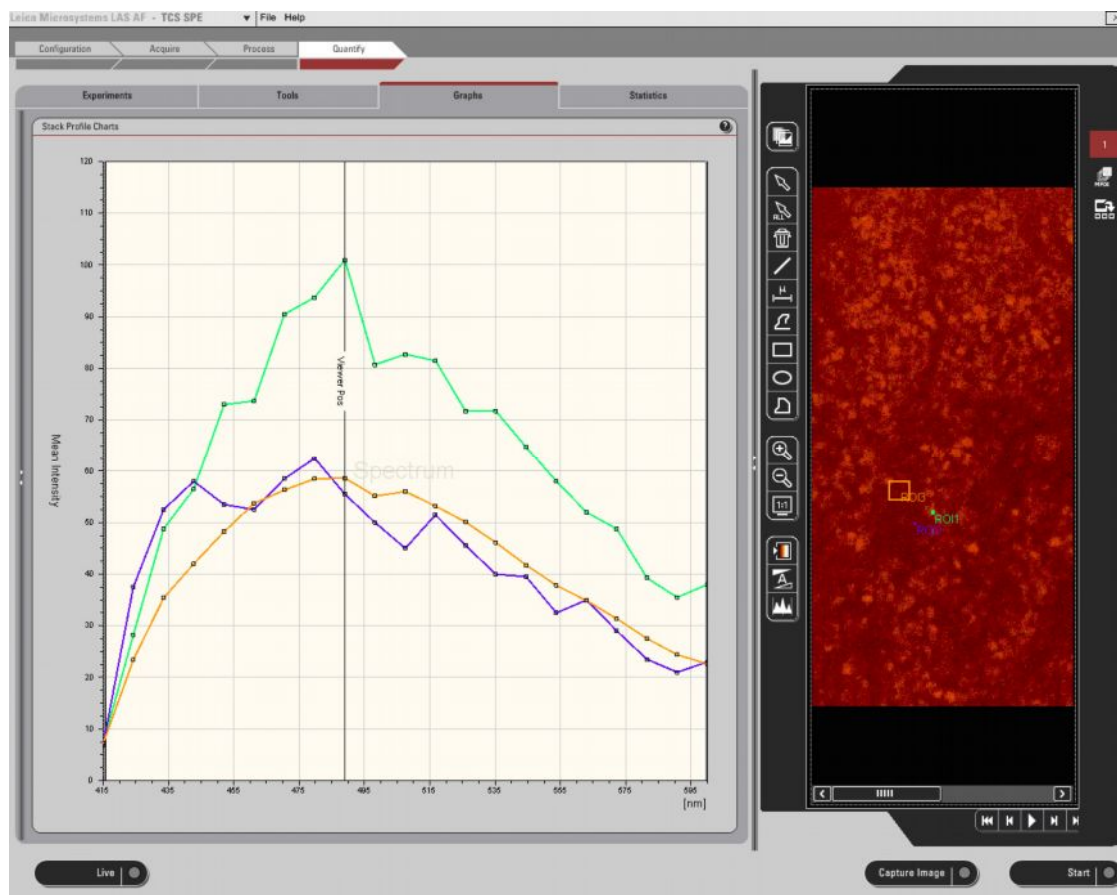
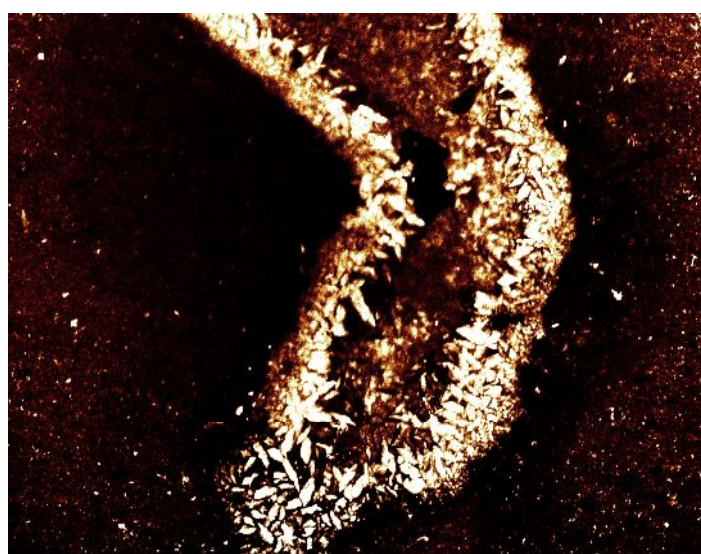


Рис. 9. Спектры флуоресценции в разных точках шлифа породы

Учитывая, что ОБ породы является сингенетичным минеральному скелету и структурно с ним связано, подобные спектральные характеристики являются вполне закономерными.

*Образец 3* – сидеритовая конкреция (верхний триас, о. Эдж). Для этого образца распределение флуоресцирующих фаз изучалось как в преимущественно сидеритовом микрокристаллическом мактриксе, так и в зонах перекристаллизации сидерита и раскристаллизации кальцита как завершающей фазы в микротрещинах. Следует отметить, что для данного образца флуоресценция оказалась полезной и для идентификации кальцита на фоне сидерита как наиболее интенсивно флуоресцирующего минерала в составе данной породы (рис. 10).



**Рис. 10.** Фото изображения в флуоресцентном конфокальном микроскопе Leica SPE

Распределение флуоресцирующих УВ фракций отличается от предыдущих образцов и, по-видимому, связано с процессами перекристаллизации минеральных фаз (рис. 11).

В основной микритовой массе породы максимум спектра приходится на 435 нм (голубая линия). В зоне сидеритовой перекристаллизации линия спектра разбивается на несколько максимумов: 435, 475-515 и 540-560 нм, при этом интенсивность первого резко снижается. Подобное перераспределение УВ-структур может происходить при термальной трансформации – новообразование более низкомолекулярных УВ и обогащение битумоидов наиболее высокомолекулярными структурами. Зона кальцитовой минерализации фиксирует наиболее низкомолекулярные структуры. Таким образом, можно предположить, что процесс последовательной раскристаллизации карбонатных фаз в микротрещинах сопровождался перераспределением УВ с выделением наиболее низкомолекулярных.

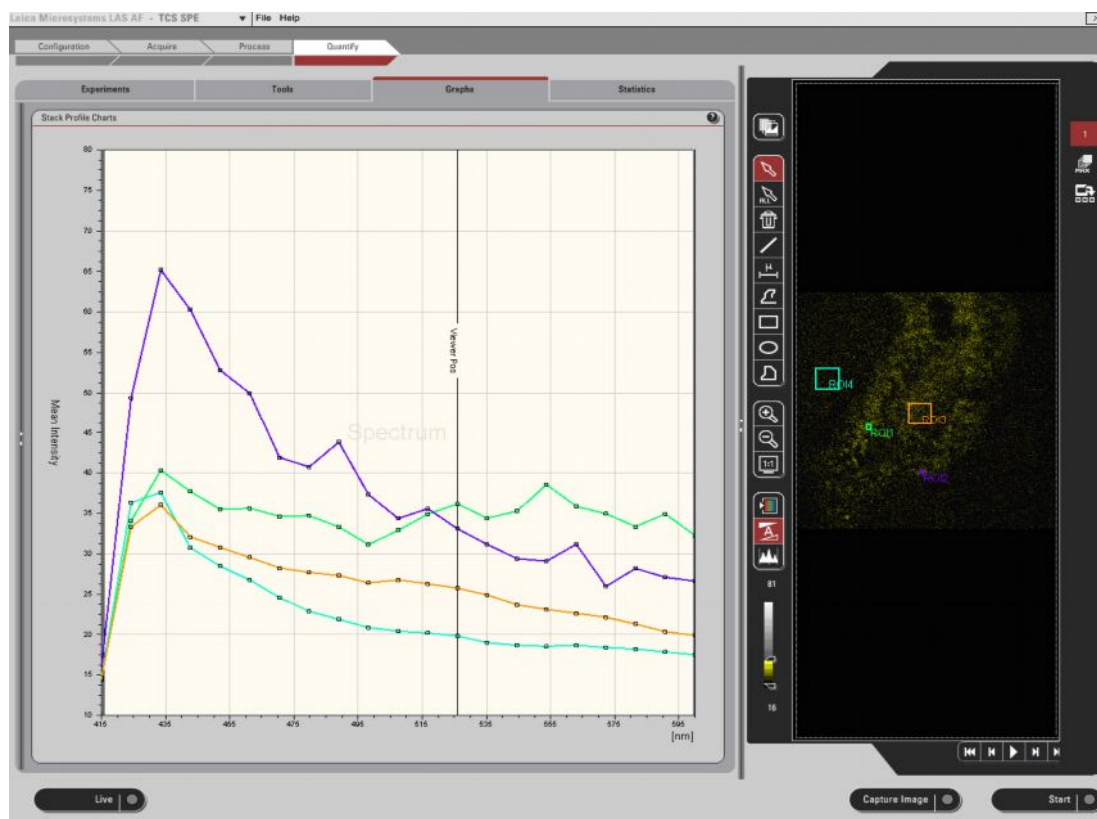


Рис. 11. Спектры флуоресценции в разных точках шлифа породы

Образец 4 - конкреция с текстурой конус-в-конусе (верхний триас, о. Эдж). Для этой породы детально изучались две структурно различные зоны – первая с интенсивным проявлением микробимальных компонентов (рис. 4, 12) и вторая – область микро-конус-в-конусе (рис. 5, 14).

В микробимальной части породы ярко флуоресцируют микробимальные клетки, выполненные керогеном, давая отчетливый максимум в области 435 nm, для органико-минеральных сгустков фиксируются «размытые» максимумы в области 435-535 nm (рис. 13). По-видимому, подобный процесс фракционирования ОВ сходен для этих двух образцов и фиксирует остаточный результат процесса перераспределения УВ-фракций в минеральном матрице породы.

На флуоресцентном изображении микро-конус-в-конусе микроструктура проявляется контрастно, битуминозные пленки являются практически нелюминесцирующими, что типично, например, для асфальтовых фракций (рис. 14).

Замеренные спектры отразили следующую специфику распределения органических компонентов (рис. 15). Суммарные спектры, полученные по расширенным областям, показывают полимодальный спектр (желтая, голубая линии) с модами 435 и 475 nm. В отдельных точках, кальцитовых по минеральному составу, фиксируются одномодальные

спектры либо с максимумом на 435 nm, отвечающем относительно более «легкому» составу УВ, либо с размытым максимумом на 455-495 nm – более «тяжелых» УВ. Таким образом, по-видимому, кальцитовая кристаллизация сопровождалась фракционированием УВ-фаз.

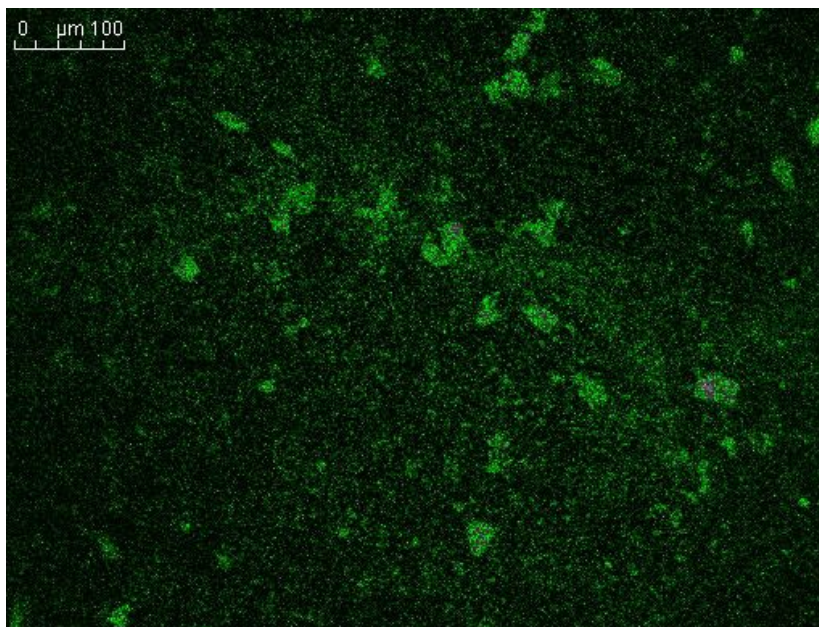


Рис. 12. Фото изображения в флуоресцентном конфокальном микроскопе Leica SPE

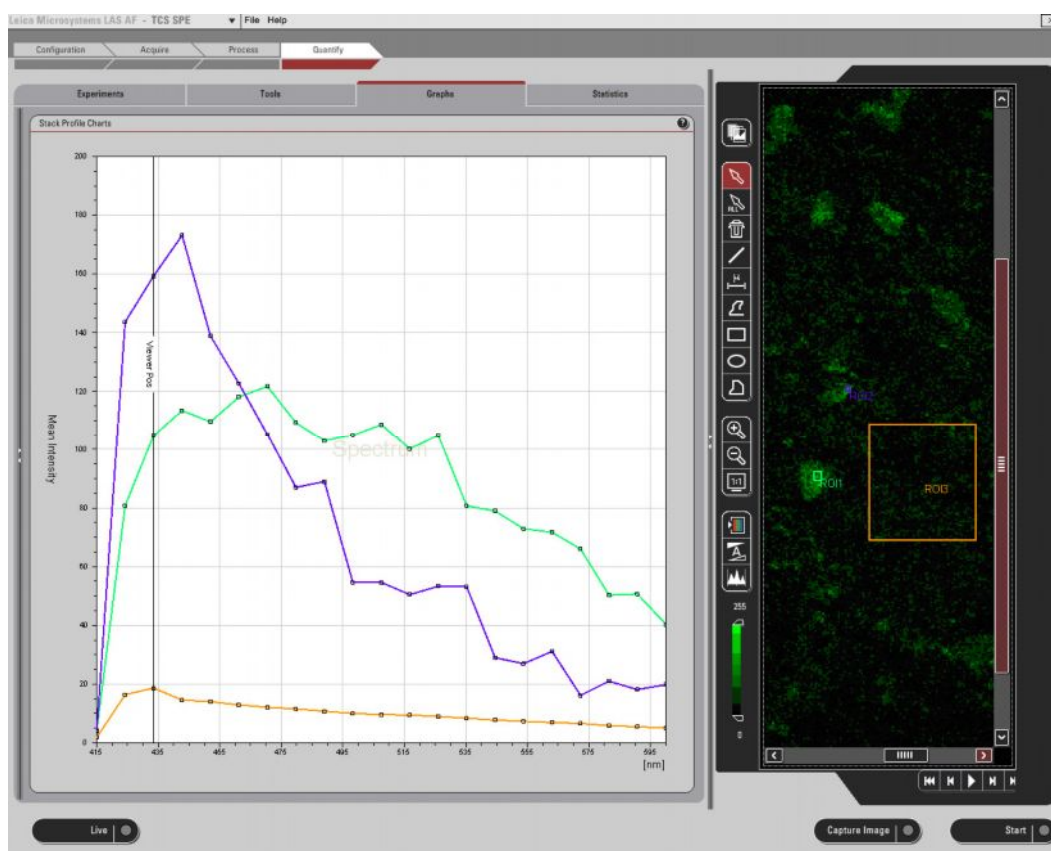


Рис. 13. Спектры флуоресценции в разных точках шлифа породы



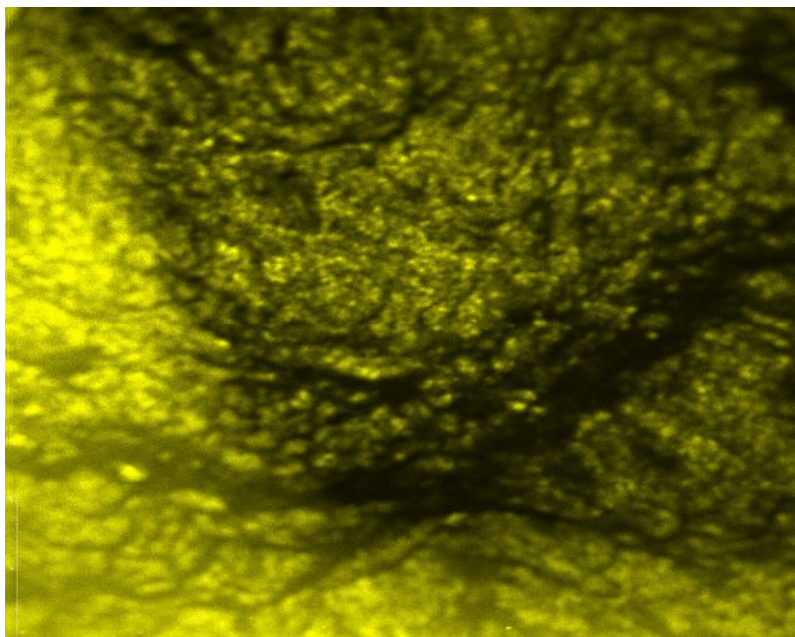


Рис. 14. Фото изображения в флуоресцентном конфокальном микроскопе Leica SPE

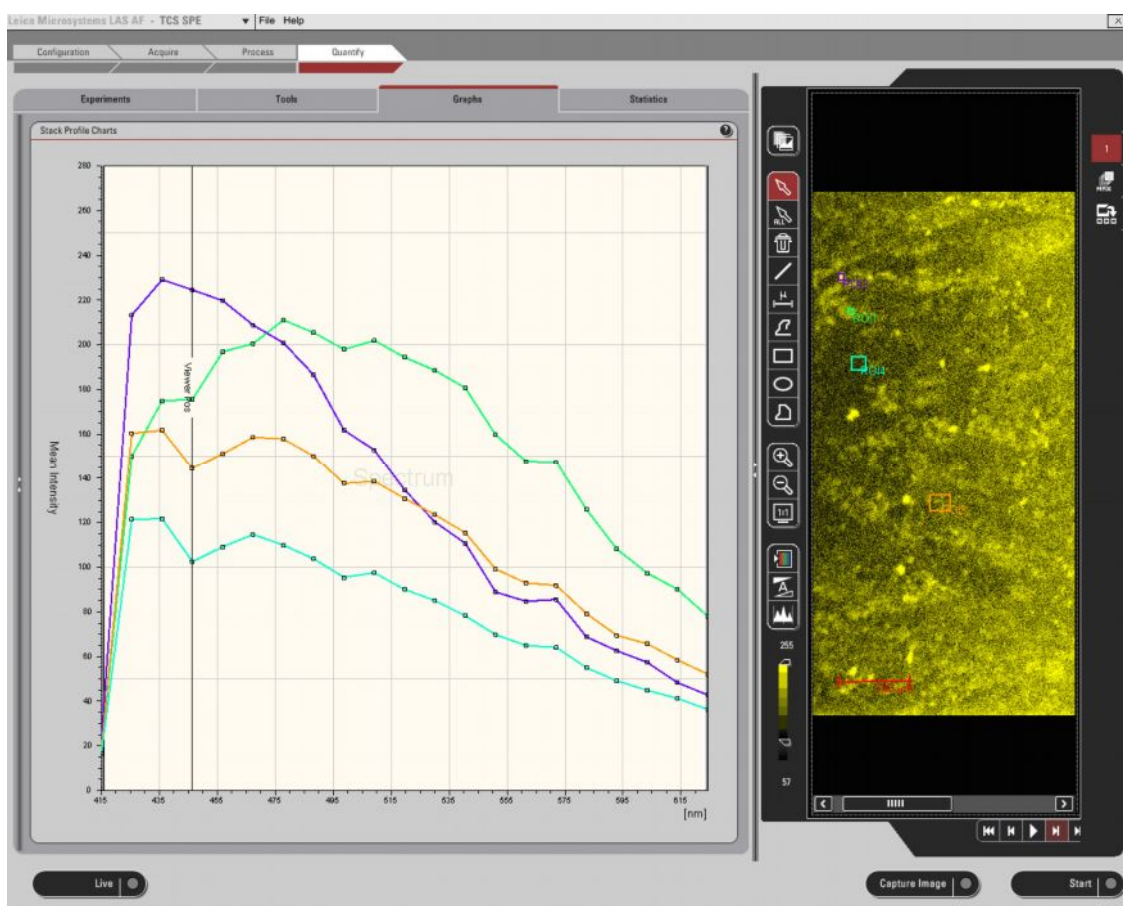


Рис. 15. Спектры флуоресценции в разных точках шлифа породы

Таким образом, в разных структурных частях породы проявлен процесс перераспределения УВ-фаз в минеральной матрице породы, связанный с процессами

перекристаллизации карбонатных компонентов.

Таким образом, примененный метод конфокальной флуоресцентной микроскопии позволил выделить те осадочные образования, в которых процесс фракционирования УВ-фаз тесно связан с процессами перекристаллизации и раскристаллизации минеральных карбонатных фаз. Наиболее отчетливо этот процесс проявлен в конкрециях и корках обрастания со структурой конус-в-конусе.

В заключении хотелось бы продемонстрировать еще одну возможность применения конфокального микроскопа – получение трехмерных анимированных изображений. Возможность просмотра объемных изображений дает неоценимую информацию о пространственном расположении люминесцирующих фаз. В качестве примера приведены изображения нефтенасыщенного песчаника (рис. 16). Люминесцирующие фазы УВ заполняют межзерновое пространство и микротрещины породы.

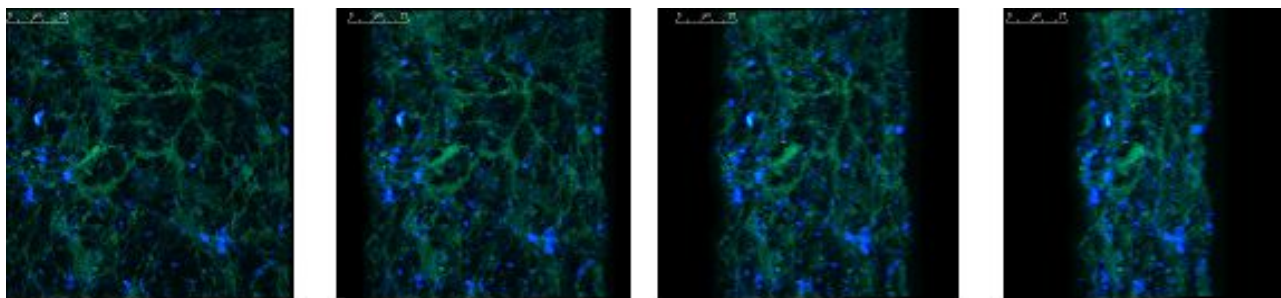


Рис. 16. Примеры серии трехмерных изображений в режиме вращения

Следует отметить, что при подобной контрастности изображения содержание битумов в породе может быть оценено количественно с применением соответствующего программного обеспечения.

### Заключение

Первый опыт применения конфокальной лазерной микроскопии в практике геологических работ показал, что прибор позволяет успешно идентифицировать распределения битуминозных компонентов в породах, давать его качественную и количественную характеристику.

В результате проведенных исследований:

- изучено распределение битуминозных компонентов в породах;
- для нефтематеринских пород прослежено изменение качественного состава углеводородных фаз в зависимости от структурно-вещественных особенностей минерального «скелета»;
- получены спектры (с шагом 5 нм) флуоресценции и определены количественные

характеристики флуоресценции с идентификацией различных ОБ;

- зарегистрирована флуоресценция объектов с определенными спектральными характеристиками как в отдельных плоскостях препарата (2D), так и в объеме (3D);

- с использованием программного обеспечения LAS AF (Leica Microsystems) построены 3D проекции, наглядно демонстрирующие различия в морфологии и свойствах ОБ в объеме препаратов;

Результаты, полученные с помощью конфокального лазерного микроскопа, наряду с необходимостью дальнейшей апробации, показали широкие возможности метода для использования в практике литологических и нефтегазопроисследовательских исследований.

**Благодарности.** Основанием к этой работе послужило литолого-стратиграфическое изучение разрезов триаса восточных островов архипелага Шпицберген в рамках российско-норвежского проекта «Полевые работы на Шпицбергене и архипелаге Земля Франца-Иосифа – специализированные исследования». Авторы выражают благодарность руководителям проекта А.В. Зайончеку (ГИН РАН) и Х. Брекке (Норвежский нефтяной директорат) за организацию работ и руководство исследованиями. Авторы благодарят А.В. Карпушина (ООО «ВЕУК» - авторизованный партнер фирмы Leica Microsystems) за консультации и техническую поддержку аналитических исследований.

### Литература

*Незлин Л.* Руководство для работы на лазерном сканирующем конфокальном микроскопе Leica TCS SPE. - М.: Институт биологии развития РАН, 2008. - 27 с.

*Тугарова М.А.* Карбонатолиты как индикаторы разгрузки углеводородных флюидов // Рифы и карбонатные префитолиты. - Материалы Всероссийского литологического совещания. – Сыктывкар: ИГ Коми НЦ УрО РАН, 2010. - С. 179-181.

*Тугарова М.А.* Литохимические признаки флюидного эпигенеза в нефтегазоносных осадочных бассейнах // Концептуальные проблемы литологических исследований в России. - Материалы 6-го Всероссийского литологического совещания. - Казань: Казан. ун-т, 2011. - Т. II. - С. 343-345.

*Тугарова М.А., Лунев П.И., Федяевский А.Г.* Конкреции триаса как литофациальные признаки и стратиграфические коррелятивы для разрезов триаса восточных островов архипелага Шпицберген (Свальбард) // Геолого-геофизические характеристики литосферы Арктического региона. - Тр. ВНИИОкеангеология, 2010а. - Т. 218. - Вып. 7. – С. 122-140.

*Тугарова М.А., Лунев П.И., Федяевский А.Г.* Морфология и микроструктуры строматолитов триаса восточных островов архипелага Шпицберген (Свальбард) // Вестник СПбГУ, 2010б. - Сер. 7. - Вып. 2. - С. 37-58.

*Флоровская В.Н., Мелков В.Г.* Введение в люминисцентную битуминологию. - М., Л.: гос. изд-во геологической литературы Мин. Геологии СССР, 1946.

*Tugarova M.A., Petrova V.I.* Bioherms of the Triassic as an indicator of environments and the emanation hydrocarbons impact (based on biomarkers and isotopes data) // NGF Abstracts and Proceedings of the Geological Society of Norway. № 2, 2010, p. 52.

**Tugarova M.A.**

VNIIOkeangeologiya named by I.S. Gramberg, Saint Petersburg, Russia, [tugarova@mail.ru](mailto:tugarova@mail.ru)

**Balmasov E.L.**

VEUK LLC - authorized partner of Leica Microsystems, Saint Petersburg, Russia, [info@veuk.ru](mailto:info@veuk.ru)

**Nesterov A.R.**

St. Petersburg State University, Saint Petersburg, Russia, [a.r.nesterov@rambler.ru](mailto:a.r.nesterov@rambler.ru)

**Petrova V.I.**

VNIIOkeangeologiya named by I.S. Gramberg, Saint Petersburg, Russia, [petrovavi@mail.ru](mailto:petrovavi@mail.ru)

## APPLICATION OF CONFOCAL FLUORESCENCE MICROSCOPY IN THE EXAMINATION OF OIL-AND-GAS BEARING SEDIMENTARY ROCKS

*For the first time the using of confocal fluorescent microscopy was undertaken for the study of sedimentary rocks from oil-and-gas bearing sequences. The first experience has shown that this device can be successfully used for the identification of bituminous components' distribution in rocks, and for making their quality and quantitative estimation. The results showed wide opportunities for this method to be used in lithological research and petroleum exploration.*

**Key words:** *confocal fluorescent microscopy, sedimentary rocks, petroleum bearing rocks, bituminous components.*

### References

Florovskaya V.N., Melkov V.G. *Vvedenie v lyuminiscentnyuyu bituminologiyu* [Introduction to fluorescent bitumenology]. Moscow, Leningrad: State Publishing House of Geological Literature, Ministry of Geology of the USSR, 1946.

Nezlin L. *Rukovodstvo dlya raboty na lazernom skaniruyushchem konfokal'nom mikroskope Leica TCS SPE* [Guidelines for a laser scanning confocal microscope Leica TCS SPE]. Moscow: Institute of Developmental Biology, Russian Academy of Sciences, 2008, 27 p.

Tugarova M.A. *Karbonatolity kak indikator razgruzki uglevodorodnykh flyuidov* [Carbonatolites as indicators of discharge of hydrocarbon fluids]. Rify i karbonatnye prefitolity. Materialy Vserossiyskogo litologicheskogo soveshchaniya [Reefs and carbonate prefitolites. Proceedings of the All-Russian Lithological Conference]. Syktyvkar: IG Komi NTs UrO RAN, 2010, pp. 179-181.

Tugarova M.A. *Litokhimicheskie priznaki flyuidnogo epigeneza v neftegazonosnykh osadochnykh basseynakh* [Lithogeochemical characteristics of fluid epigenesis in the oil-and-gas-bearing sedimentary basins]. Kontseptual'nye problemy litologicheskikh issledovaniy v Rossii. Materialy 6-go Vserossiyskogo litologicheskogo soveshchaniya [Conceptual problems of lithological studies in Russia. Proceedings of the 6th All-Russian Lithological Conference]. Kazan': Kazan university, 2011, vol. II, pp. 343-345.

Tugarova M.A., Lunev P.I., Fedyayevskiy A.G. *Konkretsii triasa kak litofatsial'nye priznaki i stratigraficheskie korrelyativy dlya razrezov triasa vostochnykh ostrovov arhipelaga Shpitsbergen (Sval'bard)* [Nodules of the Triassic as lithofacial features and stratigraphic correlations for the Triassic sequences of the eastern islands of the archipelago of Spitsbergen (Svalbard)]. Geologo-geofizicheskie kharakteristiki litosfery Arkticheskogo regiona. Trudy VNIIOkeangeologiya, 2010, vol. 218, no. 7, pp. 122-140.

Tugarova M.A., Lunev P.I., Fedyayevskiy A.G. *Morfologiya i mikrostruktury stromatolitov triasa vostochnykh ostrovov arhipelaga Shpitsbergen (Sval'bard)* [Morphology and microstructure of stromatolites of the Triassic eastern islands of the archipelago of Spitsbergen (Svalbard)]. Vestnik SPbGU, 2010, issue. 7, vol. 2, pp. 37-58.

Tugarova M.A., Petrova V.I. Bioherms of the Triassic as an indicator of environments and the emanation hydrocarbons impact (based on biomarkers and isotopes data). NGF Abstracts and Proceedings of the Geological Society of Norway. № 2, 2010, p. 52.