

## Τεχνική έκθεση μεθοδολογίας επεξεργασίας δειγμάτων νανοαπολιθωμάτων

### Προετοιμασία δείγματος και μέθοδοι ανάλυσης

#### *α) Προετοιμασία δείγματος για ανάλυση σε οπτικό μικροσκόπιο*

Η παρατήρηση των νανοαπολιθωμάτων στο οπτικό μικροσκόπιο πραγματοποιείται προετοιμάζοντας γυάλινες αντικειμενοφόρες πλάκες, με την τεχνική της επάλειψης (γνωστή και ως “smear-slide”). Η διαδικασία ξεκινά με την απόξεση μικρής ποσότητας ιζήματος από το δείγμα, κατά προτίμηση από νωπή επιφάνεια, δεδομένου ότι η εξωτερική επιφάνεια μπορεί να έχει υποστεί μεταβολές ή επιμολύνσεις. Στη συνέχεια, το ίζημα τοποθετείται σε γυάλινη καλυπτρίδα. Η αντίστοιχη γυάλινη αντικειμενοφόρος πλάκα σημειώνεται με τον κωδικό του δείγματος. Οι κόκκοι του ιζήματος ανακατεύονται με μια σταγόνα αποσταγμένου νερού πάνω στην καλυπτρίδα, ώστε το μείγμα να μπορεί να απλωθεί χρησιμοποιώντας οδοντογλυφίδα ή πλαστικό καλαμάκι, έως ότου δημιουργηθεί μια διαφανής επίστρωση. Η προσπάθεια έγκειται στην κατανομή του ιζήματος έτσι ώστε να σχηματιστούν λωρίδες που χαρακτηρίζονται από μεγαλύτερη και μικρότερη πυκνότητα ιζήματος, προκειμένου να βελτιστοποιηθεί η ανάλυση κατά την επόμενη φάση. Κατόπιν, η καλυπτρίδα τοποθετείται πάνω σε θερμαντική πλάκα για λίγα δευτερόλεπτα ώστε να στεγνώσει το παρασκεύασμα, και στη συνέχεια, στερεώνεται ανεστραμμένη πάνω στη γυάλινη αντικειμενοφόρο, όπου έχει ήδη τοποθετηθεί μια σταγόνα ειδικής κόλλας. Τέλος, η αντικειμενοφόρος πλάκα τοποθετείται κάτω από λάμπα με υπεριώδες φως, μέχρις ότου στεγνώσει εντελώς η κόλλα.

Το οπτικό πολωτικό μικροσκόπιο είναι το πιο διαδεδομένο όργανο για τη μελέτη των ασβεστολιθικών νανοαπολιθωμάτων, εξαιτίας αφενός της ευκολίας στη χρήση του και αφετέρου της δυνατότητας μεταφοράς του και εκτός εργαστηρίου. Οι μικρότερες διαστάσεις του, σε σύγκριση με το SEM, επιτρέπουν την μετακίνησή του και πρακτικά την ανάλυση ιζημάτων οπουδήποτε. Ωστόσο η δυνατότητα μεγέθυνσης που διαθέτει, περιορίζει την παρατήρηση σε μορφές με διαστάσεις μεγαλύτερες των 2,5 μm. Επιπλέον, το πολωτικό οπτικό μικροσκόπιο επιτρέπει την παρατήρηση τόσο σε παράλληλα, όσο και σε διασταυρωμένα Nicols. Η δε συνήθης παρατήρηση των ασβεστολιθικών νανοαπολιθωμάτων γίνεται με διασταυρωμένα Nicols. Το παράλληλο φως όμως είναι χρήσιμο, ειδικά για την εξέταση μορφολογικών και μορφομετρικών χαρακτηριστικών αντιπροσώπων που φαίνονται ελάχιστα ως καθόλου σε διασταυρωμένα Nicols.

#### *β) Προετοιμασία δείγματος για ανάλυση σε ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM).*

Από νωπή επιφάνεια δείγματος αποξάινεται μικρή ποσότητα ιζήματος που αναμιγνύεται στη συνέχεια με μια σταγόνα αποσταγμένο νερό και απλώνεται με καλαμάκι πάνω σε ειδική αντικειμενοφόρο βάση που λέγεται stub. Πριν τα προετοιμασμένα stubs τοποθετηθούν στο SEM, υπόκεινται σε διαδικασία επιμετάλλωσης, καλύπτονται δηλαδή με ένα λεπτό στρώμα μετάλλου, συνήθως χρυσού. Αυτό καθιστά αγώγιμη την επιφάνεια των stubs, βελτιστοποιώντας την παρατήρηση. Η τεχνική απαιτεί τη χρήση ειδικής συσκευής που ονομάζεται επιμεταλλωτής, στον θάλαμο του οποίου δημιουργείται κενό και πραγματοποιείται ψεκασμός του μετάλλου στην επιφάνεια των παρασκευασμάτων.

Οι παρατηρήσεις στο SEM επιτρέπουν λεπτομερείς αναλύσεις χάρις τη μεγάλη μεγέθυνση που επιτυγχάνεται. Η πηγή ακτινοβολίας δεν προέρχεται από το φως αλλά από μια δέσμη ηλεκτρονίων υψηλής ενέργειας που πέφτει πάνω στο δείγμα, δημιουργώντας οπισθοσκεδαζόμενα και δευτερογενή ηλεκτρόνια. Τα ηλεκτρόνια αυτά μετατρέπονται σε ηλεκτρικά σήματα και στη συνέχεια σε εικόνες, μέσω υπολογιστή. Οι εικόνες που λαμβάνονται από το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης είναι τρισδιάστατες και υψηλής

ανάλυσης, και συνεπώς ιδιαίτερα χρήσιμες στη μελέτη της μορφολογίας των νανοαπολιθωμάτων.