



Phương pháp gia công mẫu làm giàu tảo silic trong trầm tích

Trần Đức Thanh

Viện Tài nguyên và Môi trường biển, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam

Ngày nhận bài: 12 - 5 - 2014

Chấp nhận đăng: 10 - 4 - 2015

ABSTRACT

Processing methods for enrichment of diatoms in sediment samples

Based on the existing guide-documentation and practical experiences of author, the paper presents the processing methods for enrichment of diatoms in sediment samples for classification and research in biostratigraphy. Processing samples must be performed by five stages as: 1. sample preparation; 2. cleaning and preliminary enrichment; 3- enrichment by heavy solution; 4. creating hard specimen; 5. recovering and recycling heavy solution. Depending on the kind of processed samples, the operations need to be adjusted accordingly. For the stage of enrichment by heavy solution, the result is influenced greatly by all three factors such as: density of solution, centrifugal speed and time. Under the condition of humid climate, the preliminary enriched samples are difficult to keep dry absolutely. Therefore, the standard solution density of 2.6 prepared from the proportional weight: $H_2O: CdI_2: KI = 1: 2.5: 2.25$ may be reduced slightly when mixed with the samples for centrifugation. For this reason, it needs to make the appropriate adjustments conditions such as: increasing heavy solution density or decreasing centrifugal speed. Recovering and recycling heavy solution are particularly necessary, and the recovery rate can reach up 75-80%. The formulas given in this article could make recycling heavy solution fast and accurately.

©2015 Vietnam Academy of Science and Technology

1. Mở đầu

Tảo Silic (Diatoms), hay Khuê tảo, là một nhóm tảo đơn bào xuất hiện từ kỉ Jura, rất phổ biến trong kỉ Đệ tứ cho đến hiện nay. Về phân loại, chúng thường được xem là một lớp (Diatomophyceae) hoặc một ngành (Bacillariophyta), gồm hai lớp Trung tâm (Centrales) đối xứng tỏa tia và Lông chim (Pennales) đối xứng hai bên (Juse, 1949). Đây là một trong những nhóm sinh vật phân bố rộng nhất trên thế giới và có ý nghĩa sinh thái cao do sống được ở cả môi trường nước mặn và nước ngọt; từ biển khơi đến ven bờ, sông, hồ, đầm lầy, bề mặt đất đá ẩm ướt,... Do các mảnh vỏ được bảo tồn khá tốt trong trầm tích, chúng có ý nghĩa sinh địa tầng cao và ở Việt Nam từ nhiều năm đã được sử dụng

trong nghiên cứu các thành tạo trầm tích nguồn gốc lục địa và biển, tuổi từ Đệ tam (Đ.Đ. Nga, 1982) cho đến ngày nay (Đ.T. Miên, 2006; T.T.K. Oanh, 2000; T.Đ. Thanh, 1991).

Tuy nhiên, các mảnh vỏ tảo Silic trong trầm tích thường có mật độ thấp, nếu không được gia công làm giàu thì có thể không phát hiện được, hoặc chỉ gặp một số lượng quá ít, ngẫu nhiên khi phân tích dưới kính hiển vi, không đảm bảo kết quả đúng đắn và khách quan. Cho đến nay, tài liệu hướng dẫn gia công làm giàu mẫu tảo Silic trong trầm tích phục vụ nghiên cứu sinh địa tầng không nhiều (Đ.Đ. Nga, 1982). Nội dung bài báo này sẽ trình bày một số kinh nghiệm gia công làm giàu mẫu tảo Silic trong trầm tích được đúc kết từ nhiều năm nghiên cứu, nhằm trao đổi để hoàn thiện phương pháp làm giàu chúng.

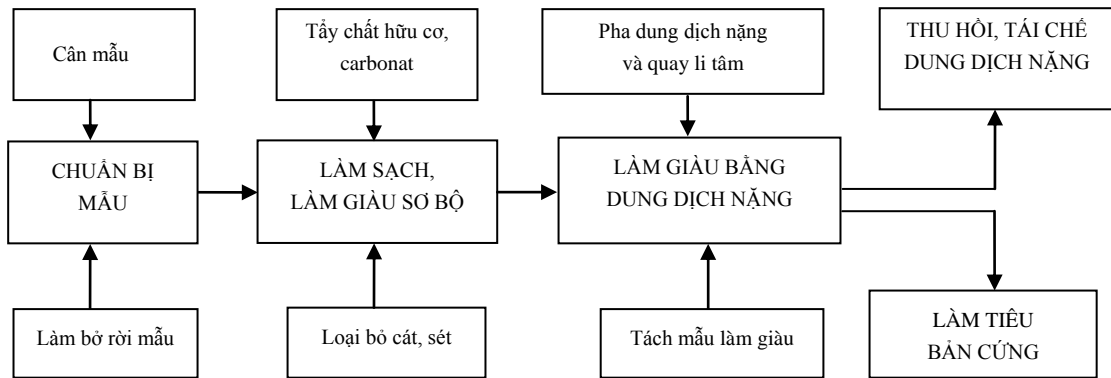
2. Quy trình gia công làm giàu tảo Silic trong trầm tích

Quá trình gia công làm giàu mẫu tảo Silic trong trầm tích gồm 6 bước cơ bản (hình 1).

2.1. Chuẩn bị mẫu

Vỏ tảo Silic cấu tạo bằng silic vô định hình ($\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$), có tỉ trọng 2,3 và kích thước phổ

biến trong khoảng 10-50 μm (0,01-0,05mm), tương đương với cấp hạt trầm tích bột nhỏ. Chúng nằm phân tán trong trầm tích và nhờ gia công làm giàu, có thể làm tăng mật độ lên nhiều lần, giúp cho việc phân tích không bỏ sót đối tượng và có khả năng tính toán được phân bố định lượng số lượng mảnh vỏ trên một đơn vị tiêu bản, đơn vị trọng lượng trầm tích (mảnh vỏ/gam), hoặc theo đơn vị diện tích nền mặt đáy (mảnh vỏ/ m^2),...



Hình 1. Sơ đồ quy trình gia công làm giàu tảo silic trong trầm tích

Khối lượng mẫu gia công phân tích tùy thuộc loại trầm tích và mức độ phong phú của các mảnh vỏ tảo trong trầm tích (có thể xem sơ bộ dưới kính hiển vi), thường 5-10g khô đối với sét bột, 10-20g khô cát bột và 20-50g khô hoặc nhiều hơn đối với trầm tích cát. Đa phần mẫu trầm tích Đệ tứ gia công ở trạng thái bờ rời hoặc gắn kết yếu có thể dễ làm bờ rời. Với mẫu đã gắn kết thành đá (thường gặp với trầm tích Đệ tam hoặc cổ hơn), có thể tìm cách đập, giã mẫu khô kết hợp ngâm ướt để làm bờ rời, thuận tiện cho gia công. Tuy nhiên, cần lưu ý rằng khi thực hiện các biện pháp này, phải hạn chế tối đa khả năng làm vỡ vụn các mảnh vỏ tảo nằm trong đá.

2.2. Làm sạch và làm giàu sơ bộ mẫu

Công đoạn này nhằm tẩy rửa, loại bỏ các hạt cát và sét ra khỏi mẫu, chỉ giữ lại trầm tích có chứa mảnh vỏ tảo Silic nằm trong khoảng cấp hạt bột, đồng thời còn làm sạch các tạp chất gây ảnh hưởng phân tích mẫu dưới kính hiển vi.

Tẩy bỏ vật chất hữu cơ và carbonat

Có thể dùng axit H_2SO_4 đậm đặc để đốt mùn bã hữu cơ khi chúng có mặt nhiều trong mẫu làm ảnh hưởng đến việc phân tích mẫu sau gia công, hoặc

tẩy các vật chất carbonat trong mẫu bằng axit HCl 10% đun trong 15-20 phút (Juse, 1949). Khi tạp chất mùn bã hữu cơ hoặc carbonat trong mẫu không quá nhiều thì không nhất thiết phải sử dụng các hóa chất vừa nêu, mà chỉ nên dùng nước oxi già (H_2O_2) để oxi hóa các chất hữu cơ và tẩy màu mẫu vật, giúp cho mảnh vỏ tảo dưới kính hiển vi nhìn trong và rõ hơn.

Loại bỏ hợp phần cát

Với những mẫu gia công hạt thô, loại bỏ hợp phần cát là một bước làm giàu mẫu quan trọng, với hai cách:

- Cách thứ nhất: loại bỏ cát theo kích thước hạt bằng cách rây ướt (trong nước, qua nước lọc, hoặc tốt nhất là nước cất). Mẫu trầm tích được ngâm trong nước lọc hoặc nước cất khoảng nửa ngày cho mềm và bờ rời hoàn toàn. Dùng rây trầm tích có cỡ mắt 0,063mm để loại bỏ các hạt trên rây, chỉ giữ lại các hợp phần có kích thước từ 0,063mm trở xuống.

Cách này nhanh gọn, nhưng trước khi thực hiện cũng cần kiểm tra sơ bộ dưới kính hiển vi xem khả năng trong mẫu có các mảnh vỏ tảo kích thước lớn

hơn 0,063mm không? Thực tế có nhiều mảnh vỏ tảo, nhất là ở các địa tầng cổ, có kích thước rất lớn, hoặc nhiều loài tảo Silic có kích thước cả thể nhỏ, nhưng khi sống có khả năng liên kết thành tập đoàn kích thước lớn và khi chết liên kết tập đoàn có thể vẫn tồn tại. Trong trường hợp này, phải sử dụng rây có cỡ mắt 0,1mm hoặc hơn nữa để tránh mất các vỏ có kích thước lớn. Ví dụ, trong các trầm tích hồ đầm nước ngọt Neogen ở vùng Tây Nguyên, các loài thường gặp như *Melosira granulata* và *Stephanodiscus astraea* phần lớn có kích thước vượt 50 μm (Đ.Đ. Nga, 1982), lớn hơn nhiều kích thước của cùng loài trong trầm tích hiện đại.

- Cách thứ hai: tẩy bỏ cát bằng cách gạn lắng theo trọng lượng hạt. Cho mẫu đã được ngâm mềm và bỏ rời hoàn toàn vào các cốc thủy tinh 0,5 lít hoặc 01 lít tùy theo lượng mẫu xử lý (thành cốc thủy tinh phải trong để có thể quan sát rõ quá trình rời lắng hạt cát), rồi khuấy đều và để lắng trong khoảng 30 giây (có thể nhiều hoặc ít hơn tùy theo kích thước hạt, lượng mẫu và lượng nước khuấy để gạn lắng theo kinh nghiệm). Sau đó gạn phần trầm tích lơ lửng chứa mảnh vỏ tảo sang cốc khác và bỏ đi phần hạt cát lắng ở đáy cốc. Để yên tâm, phần cát lắng trước khi bỏ đi cũng cần được kiểm tra xem còn lẫn mảnh vỏ tảo không. Kinh nghiệm thực tế cho thấy nên sử dụng cách thứ hai.

Cách này có ưu điểm là không loại bỏ mất các mảnh vỏ tảo kích thước lớn, nhưng hạn chế là nếu không kiểm tra kỹ, một phần mảnh vỏ vẫn có thể bị lắng xuống đáy cốc cùng các hạt cát. Vì vậy, phần cát lắng trước khi bỏ đi cũng cần được kiểm tra xem còn lẫn mảnh vỏ tảo không. Kinh nghiệm thực tế cho thấy nên sử dụng cách thứ hai.

Ở công đoạn này, mẫu gia công nên làm theo từng loạt, mỗi loạt chỉ nên 5-10 mẫu để phù hợp với bố trí thời gian khuấy, đợi lắng và gạn. Nếu nhiều mẫu quá, thao tác xử lý sẽ không kịp, những mẫu cuối loạt có thời gian lắng kéo dài, dẫn đến khả năng nhiều mảnh vỏ tảo sẽ rời lắng xuống đáy cốc cùng các hạt cát.

Loại bỏ hợp phần bùn sét

Việc này được thực hiện sau khi đã loại bỏ các hợp phần cát, ngoài mục đích làm giàu thêm mảnh vỏ tảo trong mẫu, còn có tác dụng làm sạch mẫu, tránh các vẩn bụi che lấp các cấu trúc tạo vỏ khi định loại dưới kính hiển vi. So với loại bỏ cát, việc

loại bỏ hợp phần bùn sét khó khăn và công phu hơn.

Để tẩy bỏ bùn sét (các hạt có kích thước nhỏ hơn 0,01mm), có thể dùng phương pháp hút như phân tích cơ học trầm tích, nhưng mất nhiều thời gian, vì vậy nên dùng phương pháp gạn lọc: bỏ đi phần lơ lửng và giữ lại phần lắng xuống đáy cốc thủy tinh.

Mẫu cho vào cốc thủy tinh dung tích 0,5-1lít khuấy đều, để lắng 20-30 phút (tùy lượng nước nhiều hay ít), rồi gạn bỏ phần nước đục có chứa các hạt mịn lơ lửng. Sau mỗi lần gạn, lại cho thêm nước cất khuấy đều, để lắng rồi đợi gạn lần tiếp theo. Thời gian để lắng càng lâu thì càng yên tâm, để tránh mảnh vỏ tảo vẫn còn lơ lửng cùng bùn sét trong nước, nhưng phải gạn bỏ nhiều lần hơn. Việc gạn bỏ bùn sét lơ lửng được tiến hành 3-5 lần, hoặc nhiều hơn tùy loại mẫu cụ thể. Mỗi lần chỉ nên gạn bỏ 1/3 đến 2/3 lượng nước chứa bùn sét lơ lửng. Những lần đầu, khi mật độ bùn sét còn cao, chỉ nên gạn bỏ khoảng 1/3 lượng nước trong cốc, những lần sau có thể gạn nhiều hơn.

Lần gạn cuối cùng, để phần còn lại lắng thật lâu, ít nhất nửa ngày, rồi gạn kiệt nước và đem mẫu hong sấy khô. Nếu cần nhanh hơn, cho mẫu vào ống nghiệm, lắc đều rồi quay li tâm. Nếu muốn nhanh hơn nữa, lọc lấy phần mẫu giữ lại qua phễu đặt giấy lọc, rồi đem hong sấy khô. Tuy nhiên, cách sau dễ hao phí mẫu, do dính vào giấy lọc.

Cuối cùng, khi đã gạn nhiều lần để loại bỏ các hạt cát và bùn sét, ta được phần trầm tích có kích thước hạt trong khoảng 0,01-0,063mm có chứa mảnh vỏ tảo Silic đã được làm giàu sơ bộ. Nhiều trường hợp, mật độ vỏ tảo Silic trong trầm tích tự nhiên cao, nhất là đối với trầm tích biển hiện đại xa bờ và đặc biệt là đối với các mẫu Diatomit (Đ.Đ. Nga, 1982), mẫu sau khi làm giàu sơ bộ là có thể đem phân tích dưới kính hiển vi, không nhất thiết phải gia công làm giàu trong các bước sau.

2.3. Làm giàu mẫu bằng dung dịch nặng

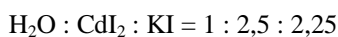
Trộn mẫu vật đã làm giàu sơ bộ với dung dịch nặng để quay li tâm

Dung dịch nặng có tỉ trọng 2,6 được sử dụng để làm giàu tảo Silic (tỉ trọng 2,3) bằng cách quay li tâm. Dung dịch này được tạo ra nhờ hòa tan Iodua Kali và Iodua Cadmium trong nước cất (Juse, 1949).

Iodua Kali có công thức hóa học KI; phân tử gam: 166.0028 g/mol; là chất rắn màu trắng, kết tinh, tỷ trọng 3,123g/cm³ và có độ hòa tan trong nước 140g/100 ml ở 20°C.

Iodua Cadmium có công thức hóa học CdI₂; phân tử gam: 366,220 g/mol; là chất rắn màu trắng, kết tinh, tỷ trọng 5,640g/cm³ và có độ hòa tan trong nước 847g/100 ml ở 20°C.

Để có dung dịch nặng tiêu chuẩn tỉ trọng 2,6, cần hòa các chất CdI₂ và KI trong nước theo tương quan tỉ lệ trọng lượng:



Nghĩa là, dùng 1 gam nước pha với 2,5 gam CdI₂ và 2,25 gam KI. Đây là những chất có khả năng hòa tan trong nước cực lớn để tạo nên dung dịch nặng có tỷ trọng như ý muốn.

Mẫu làm giàu sơ bộ được làm khô trong tủ sấy. Trước khi sấy, nên phơi khô sơ bộ trong tự nhiên để mẫu sẽ đỡ vón cục. Cho mẫu đã được sấy khô và làm mịn ở dạng bột bỏ rời vào ống nghiệm chuyên dùng cho quay li tâm, rồi đổ dung dịch nặng tỉ trọng 2,6 vào, khuấy đều mẫu với dung dịch. Thê tích dung dịch nặng nên gấp 3-4 lần thê tích mẫu đã làm giàu sơ bộ, ít hơn sẽ không tốt vì dẫn đến khả năng rơi lắng mảnh vỏ tảo xuống đáy ống nghiệm, nhưng nhiều hơn cũng không tốt vì dẫn đến khả năng còn nhiều hạt trầm tích không rơi lắng xuống đáy ống nghiệm khi kết thúc quay li tâm.

Đũa thủy tinh dùng khuấy mẫu quay li tâm phải luôn sạch và khô tuyệt đối. Chỉ cần ống nghiệm, đũa âm hay dính rất ít nước, ngay lập tức tỉ trọng dung dịch nặng tụt giảm và việc làm giàu mẫu sẽ không thành công.

Vận hành quay li tâm

Có hai phương án về thời gian và tốc độ quay li tâm (Juse, 1949):

- Phương án 1: Thời gian quay 20 phút và tốc độ quay 1500 vòng/phút.

- Phương án 2: Thời gian quay 10 phút và tốc độ quay 2500 vòng/phút.

Thực tế cho thấy phương án 1 thường cho kết quả tốt hơn. Ở phương án 2, có hiện tượng mảnh

vỏ tảo bị lắng đọng cùng hạt trầm tích xuống đáy ống nghiệm nhiều hơn.

Hướng dẫn trên mang tính nguyên tắc, thực tế kiểm tra nhiều lần cho thấy, nếu thời gian tốc độ quay 1500 vòng/phút hoặc 2500 vòng/phút ổn định trong suốt 20 phút hoặc 10 phút thì các mảnh vỏ tảo trong dung dịch nặng sẽ rơi lắng rất nhiều, thậm chí có trường hợp rơi lắng hết xuống đáy ống nghiệm cùng với các hạt trầm tích.

Điều này được giải thích rằng, mẫu sấy sau làm giàu sơ bộ khó giữ được khô tuyệt đối, vì độ ẩm không khí cao. Do vậy, khi khuấy đều mẫu với dung dịch nặng, tỉ trọng dung dịch không còn là 2,6, mà có thể bị hạ thấp hơn do mẫu bị ẩm.

Để khắc phục, có hai cách điều chỉnh:

Cách thứ nhất: Chủ động pha dung dịch nặng (H₂O : CdI₂ : KI) có tỷ trọng lớn hơn 2,6 chút ít, nên là 2,7 hoặc 2,8 nhằm “trừ hao”, khi hòa mẫu với dung dịch nặng thì tỷ trọng dung dịch nặng sẽ giảm, còn khoảng 2,6. Sau đó, quay li tâm với đủ thời gian 20 phút với tốc độ 1500 vòng/phút, hoặc 10 phút với tốc độ 2500 vòng/phút.

Cách thứ hai: Dung dịch nặng vẫn pha chuẩn tỉ trọng 2,6, nhưng điều chỉnh để tốc độ quay li tâm 1500 vòng/phút với phương án 1 hay 2500 vòng/phút (phương án 2) với chi khoảng 50% tổng thời gian so với quy định chuẩn (Juse, 1949). Cụ thể, tốc độ quay cần được tăng dần đều đến 1500 vòng/phút hoặc 2500 vòng/phút trong khoảng 20% tổng thời gian ở giai đoạn đầu; sau đó duy trì tốc độ quay ở mức chuẩn 1500 vòng/phút hoặc 2500 vòng/phút trong khoảng 50% tổng thời gian ở giai đoạn giữa; tiếp theo điều chỉnh tốc độ giảm dần và dừng hẳn trong khoảng 30% tổng thời gian ở giai đoạn cuối. Các con số phần trăm các khoảng thời gian vừa nêu không cứng nhắc, có thể điều chỉnh tùy điều kiện theo kinh nghiệm.

Thực tế cho thấy cách thứ hai thường tốt hơn cách thứ nhất. Ở cách thứ nhất, nếu sau khi trộn mẫu vào dung dịch nặng mà tỉ trọng vẫn trên 2,6 thì sau khi quay vẫn còn nhiều hạt trầm tích không rơi lắng, mà vẫn lơ lửng lẫn cùng mảnh vỏ tảo trong dung dịch. Nếu tỉ trọng nhỏ hơn 2,6, các mảnh vỏ tảo có thể rơi lắng hết cùng các hạt trầm tích.

Với cách thứ hai, tỉ trọng dung dịch nặng sau khi trộn với mẫu, bao giờ cũng nhỏ hơn 2,6 chút ít,

thời gian tốc độ quay quy chuẩn chiếm một nửa và thời gian tốc độ thấp hơn quy chuẩn chiếm một nửa, kết quả là các mảnh vỏ tảo không bị rơi lắng (hoặc rơi lắng rất ít) xuống đáy. Mặt khác, trong quá trình quay li tâm, nếu thí nghiệm phải làm lại thì việc điều chỉnh tốc độ quay đơn giản hơn nhiều so với điều chỉnh tỉ trọng dung dịch nặng.

Sau khi quay li tâm, các mảnh vỏ tảo được làm giàu sẽ nằm lơ lửng trong phần dung dịch nặng. Phần trầm tích lắng cặn dưới đáy ống nghiệm không chứa mảnh vỏ tảo sẽ được bỏ đi. Trước khi bỏ, cần phải kiểm tra dưới kính hiển vi xem có nhiều mảnh vỏ tảo nằm lẫn cùng trầm tích bỏ đi không? Nếu thấy còn lẫn nhiều, có nghĩa là thực nghiệm chưa thành công, mẫu cần được khuấy đều lại với dung dịch nặng để quay li tâm lại với sự điều chỉnh giảm tốc độ theo thời gian quay một cách hợp lí hơn.

Tách mẫu đã được làm giàu ra khỏi dung dịch nặng

Việc tách mẫu tảo đã được làm giàu ra khỏi dung dịch nặng được xử lý bằng hai cách như sau:

Cách 1: rửa lọc mẫu trực tiếp bằng quay li tâm. Sau khi loại bỏ phần cặn trầm tích ở đáy ống nghiệm không chứa mảnh vỏ tảo Silic, phần dung dịch nặng nổi trên chứa các mảnh vỏ tảo Silic đã làm giàu được gạn sang một ống nghiệm khác.

Pha nước cất để làm loãng dung dịch chứa mẫu đã được làm giàu trong ống nghiệm, rồi lại đem đi quay li tâm với tốc độ và thời gian giống như lần đầu. Lần này, do tỉ trọng dung dịch rất thấp, nên toàn bộ mảnh vỏ tảo Silic và các hạt trầm tích còn lẫn vào sẽ cùng rơi lắng hoàn toàn xuống đáy ống nghiệm. Gạn bỏ phần lỏng, để lại phần mẫu vật lắng dưới đáy ống. Tiếp tục cho nước cất vào hòa đều, quay li tâm vài lần tương tự để tẩy rửa sạch dung dịch nặng ra khỏi mẫu. Cuối cùng, mẫu đã được làm giàu đem phơi, sấy khô và bảo quản dạng mẫu khô trong ống nghiệm.

Cách 2: rửa lọc mẫu qua phễu lọc và chỉ quay li tâm một lần. Rót dung dịch nặng chứa mảnh vỏ tảo đã làm giàu vào phễu thủy tinh có giấy lọc được đặt trên bình thủy tinh tam giác. Dung dịch nặng sẽ chảy thấm qua giấy lọc xuống đáy bình, để lại phần vật mẫu được làm giàu trên phễu giấy lọc. Sau đó, dùng bình tia nước dồn gọn mẫu vật vào đáy phễu giấy lọc, đồng thời tia nước nhiều lần để

rửa sạch dung dịch nặng dính lẫn vào mẫu (hình 2).

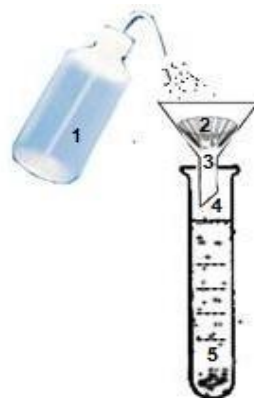


Hình 2. Sơ đồ lọc tách dung dịch nặng ra khỏi mẫu chứa mảnh vỏ tảo Silic được làm giàu sau khi quay li tâm

Ghi chú:

1. Giấy lọc gấp hình phễu chứa mẫu tảo đã làm giàu lẫn dung dịch nặng
2. Phễu thủy tinh
3. Bình tam giác
4. Dung dịch nặng thu hồi

Chuyển phễu đặt giấy lọc chứa mẫu làm giàu đã được rửa sạch dung dịch nặng đặt trên ống nghiệm quay li tâm mới. Chọc thủng đáy giấy lọc, rồi dùng bình tia nước mạnh để mẫu trôi xuống đáy ống (hình 3). Đưa ống nghiệm này vào quay li tâm để toàn bộ mẫu lắng xuống đáy, rồi gạn bỏ phần nước ở trên đi. Mẫu vật ở đáy ống nghiệm để khô tự nhiên, hoặc sấy khô nhẹ, rồi bảo quản trong ống nghiệm.



Hình 3. Sơ đồ dồn chuyển mẫu tảo Silic đã được làm giàu và rửa sạch dung dịch nặng từ phễu lọc sang ống nghiệm quay li tâm

Ghi chú:

1. Bình tia nước cất
2. Giấy lọc hình phễu chứa mẫu tảo làm giàu được chọc thủng đáy
3. Phễu thủy tinh
4. Ống nghiệm quay li tâm.
5. Nước cất lẫn mẫu tảo đã làm giàu rơi từ phễu xuống

2.4. Làm tiêu bản cứng

Mẫu được làm giàu đưa hong sấy và bảo quản khô, khi phân tích có thể sử dụng tiêu bản nước hoặc tiêu bản cứng. Tiêu bản nước có thể dùng để phân tích sơ bộ hoặc khi gặp một số đối tượng khó xác định, có thể lật để nhìn mảnh vỏ tảo từ các góc khác nhau. Tuy nhiên, tiêu bản cứng vẫn là chính thống, để đếm định lượng các mảng vỏ tảo không bị lẫn và các đối tượng phân loại được định vị, có

thể tìm lại để kiểm tra. Ngoài ra, việc bảo quản tiêu bản cứng còn để lưu trữ tài liệu, minh chứng cho các kết quả phân tích.

Tiêu bản cứng được làm bằng tám lame kích thước $20 \times 20\text{mm}$ và kính đế (lammelle) kích thước $30 \times 70\text{mm}$. Lấy một lượng nhất định mẫu làm giàu đã được sấy khô đặt trên mặt lame. Nhỏ một vài giọt nước cất vào mặt lame rồi hòa đều với mẫu bột, khéo léo hơ khô lame vừa phải trên lửa đèn cồn hoặc bếp điện. Lấy nhựa Canada đặt trên kính đế, hơ chảy, rồi áp mặt lame có mẫu tảo Silic vào phần nhựa chảy. Ấn nhẹ và di đều để nhờ nhựa gắn lame vào kính đế. Để khô rồi làm sạch tiêu bản bằng cồn.

2.5. Thu hồi và tái chế dung dịch nặng

Các hóa chất tạo dung dịch nặng đất và nhiều khi khó mua, đặc biệt là CdI_2 . Vì vậy, việc thu hồi và tái chế dung dịch nặng là rất cần thiết để giảm giá thành phân tích mẫu tảo Silic. Từ kinh nghiệm thực tế, phương pháp thu hồi và tái chế dung dịch nặng $\text{H}_2\text{O} + \text{CdI}_2 + \text{KI}$ có tỉ trọng chuẩn 2,6 đã được chúng tôi đúc kết như sau:

Phần thu hồi quan trọng nhất là lượng dung dịch nặng được lọc qua giấy thấm rơi xuống đáy bình tam giác (hình 2). Ngoài ra, còn thu hồi từ tất cả các phần dung dịch nặng dính vào dụng cụ và vật phẩm thí nghiệm như phễu, bình, đũa khuấy, giấy lọc, nước tia rửa và phần lẫn vào mẫu vật trong quá trình gia công.

Sản phẩm thu hồi tổng hợp là dung dịch loãng, được gom chung vào một bình thủy tinh. Sau khi lọc một lần cuối qua giấy lọc để loại bỏ tất cả các tạp chất, dung dịch thu hồi loãng và sạch này được đem đun chung cất cho nước bay hơi trên bếp cồn hoặc bếp điện, nhằm tạo lại dung dịch có tỉ trọng 2,6.

Trên thực tế, rất khó có thể chung cất để tạo ra được dung dịch có tỉ trọng chuẩn 2,6. Nhờ quan sát và so sánh bằng mắt thường, có thể nhận biết dung dịch tái chế được chung cất đạt tới tỉ trọng xấp xỉ trên hoặc dưới 2,6.

Khi đó, ngừng chung cất và để nguội dung dịch, rồi tiến hành xác định tỉ trọng thực tế của dung dịch chung cất bằng các phương pháp khác nhau. Đơn giản nhất là dùng các picromet có thể

tích và trọng lượng đã được xác định, đưa dung dịch nặng tái chế vào đó và cân trên cân điện tử chính xác để xác định tỉ trọng dung dịch.

Trường hợp tỉ trọng dung dịch chung cất $D > 2,6$.

Để dung dịch tái chế có tỉ trọng đúng bằng 2,6 ta phải pha thêm nước cất. Lượng pha thêm được tính theo công thức (1) như sau:

$$W_1 = \frac{V(D-2,6)}{1,6} \quad (1)$$

Ở đây:

W_1 : lượng nước cất (ml hay g) cần cho thêm để dung dịch chung cất có được tỉ trọng chuẩn 2,6.

V : thể tích (ml) dung dịch chung cất.

D : tỉ trọng dung dịch chung cất, $D > 2,6$.

Trường hợp tỉ trọng dung dịch chung cất $D < 2,6$.

Để dung dịch tái chế có tỉ trọng đúng bằng 2,6 ta phải chiết một lượng nước ra khỏi dung dịch. Trường hợp này, sử dụng công thức (2) như sau:

$$W_2 = \frac{V(2,6-D)}{1,6} \quad (2)$$

Ở đây:

W_2 : lượng nước (ml hay g) cần chiết ra để dung dịch chung cất có tỉ trọng 2,6.

V : thể tích (ml) dung dịch chung cất.

D : tỉ trọng dung dịch chung cất, $D < 2,6$.

Thay vì phải chiết ra lượng nước W_2 (ml), ta thêm vào dung dịch chung cất một khối lượng các hóa chất tương ứng:

$$\text{CdI}_2 = W_2 \times 2,50 \quad (3)$$

$$\text{KI} = W_2 \times 2,25 \quad (4)$$

Như vậy, toàn bộ dung dịch chung cất, khi bổ sung lượng CdI_2 (3) và KI (4) vừa nêu sẽ có tỉ trọng đạt mức chuẩn 2,6.

Kết quả thực nghiệm nhiều lần đã khẳng định tính chính xác của các công thức tính toán. Thực tế cũng cho thấy, nếu cẩn thận và tiết kiệm, lượng

dung dịch nặng thu hồi và tái chế có thể đạt được hiệu suất 75-80%.

3. Kết luận

Việc gia công làm giàu mẫu tảo Silic phục vụ phân tích và nghiên cứu sinh địa tầng trầm tích đòi hỏi kỹ năng tỉ mỉ và cẩn thận. Quy trình gia công mẫu phải tuân thủ đúng và đầy đủ 5 công đoạn: chuẩn bị mẫu vật, làm giàu sơ bộ và làm giàu bằng dung dịch nặng, làm tiêu bản cứng và thu hồi- tái chế dung dịch nặng. Tuy nhiên, tùy đặc điểm mẫu vật cụ thể mà cần có những thao tác điều chỉnh phù hợp, trong đó kinh nghiệm tích lũy của người gia công rất quan trọng.

Trong mọi trường hợp, khi loại bỏ các phần mẫu vật được cho là không chứa các mảnh vỏ tảo Silic, cần kiểm tra để tránh khả năng làm mất chúng. Đối với công đoạn làm giàu bằng dung dịch nặng, cả ba yếu tố: tỉ trọng dung dịch, tốc độ quay và thời gian quay li tâm đều ảnh hưởng lớn đến kết quả làm giàu. Thực tế, mẫu vật sau khi làm giàu sơ bộ, khó có thể giữ khô được tuyệt đối trong điều kiện độ ẩm không khí cao. Vì vậy, cần có những điều chỉnh phù hợp: hoặc tăng tỉ trọng dung dịch nặng, hoặc giảm tốc độ quay li tâm. Thông thường, việc điều chỉnh tốc độ li tâm giản tiện hơn.

Hóa chất điều chế dung dịch nặng khá đắt, nên phải chú ý thu hồi và tái chế dung dịch nặng trong

quá trình gia công mẫu. Những công thức được đưa ra trong bài viết này đảm bảo cho việc tái chế dung dịch nặng nhanh hơn và chính xác.

Tài liệu dẫn

- Đào Thị Miên, Nguyễn Ngọc, Nguyễn Thị Thu Cúc, 2006: Ý nghĩa của các phức hệ Diatomeae trong việc xác định nguồn gốc trầm tích cuối Holocen giữa - Holocen muộn ở một số đồng bằng ven biển Việt Nam. Tạp chí Địa chất, số 295 (7-8), tr.1-14.
- Juse, A.P.; Proshkina-Laverenko, A.I.; Sheshykova, V.C., 1949: Phân tích tảo Silics (Diatoms). Tập I. Địa chất. Nhà xuất bản Văn liệu Quốc gia. Leningrad, 339tr (tiếng Nga).
- Juze A.P., 1963: Ngành Bacillariophyta, tảo Diatomeae. Trong: "Cơ sở cổ sinh". T.15. Nhà xuất bản Viện Hàn lâm Khoa học Liên Xô, Moscova (tiếng Nga).
- Đặng Đức Nga, Trần Đức Thạnh, 1982: Các phức hệ tảo Silic (Diatomeae) Pliocen Tây Nguyên và ý nghĩa của chúng. Tạp chí Các khoa học về Trái Đất. T.4, 1, tr.27-30.
- Tạ Thị kim Oanh, Nguyễn Văn Lập, 2000: Diatom - chỉ thị môi trường trầm tích và dao động mực nước biển trong Pleistocen muộn- Holocen. Tạp chí Các khoa học về Trái Đất, T.22, 3, tr.226-233.
- Trần Đức Thạnh, 1991: Phân bố của tảo silic trong trầm tích bề mặt vùng ven biển từ cửa Văn Úc tới cửa Ba Lạt. Tuyển tập Tài nguyên và Môi trường biển. Tập I. Nxb. Khoa học và Kỹ thuật, Hà Nội, tr.67-72.