DOI 10.2478/v10116-012-0007-2

# ZASTOSOWANIE ANALIZATORA WIELKOŚCI I KSZTAŁTU CZĄSTEK *MORPHOLOGI G3* DO BADAŃ TEKSTURALNYCH OSADÓW

#### PRZEMYSŁAW SZYMURA, MIROSŁAWA MALINOWSKA-LIMANÓWKA

Instytut Geoekologii i Geoinformacji, Wydział Nauk Geograficznych i Geologicznych, Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu, ul. Dzięgielowa 27, 61-680 Poznań, Poland

**Abstract:** The aim of this paper is to explain the usefulness of the *Morphologi G3* analyser, made by the Malvern company, for studies of the morphology and shape of sediment particles. The main part of this paper includes detailed data about the analyser's structure and particle measurement methodology for characterizing sediment texture. It explains the measurement procedures (Standard Operating Procedure SOP), allowing measurement standardisation and validation. It is important to emphasize the value of this methodology in the light of former methods of particle description and in line with other current interpretations of particle morphology.

Keywords: sediments texture, particles morphology, microscopic tomography, measurement standardisation and validation

# WSTĘP

Cechy teksturalne osadów mineralnych są cennym źródłem informacji o warunkach środowisk, w których były one deponowane (Mycielska-Dowgiałło 1995). Od chwili ich zastosowania po raz pierwszy - w połowie XX w. nastapił znaczący postęp technologiczny. Istnieje obecnie potrzeba nowoczesnego przedstawienia analizowanych cech tekstualnych osadów z zastosowaniem tzw. SOP (Standarowej Procedury Operacyjnej). Pozwala ona mierzyć te same typy osadów przy użyciu tych samych procedur, zapewnia powtarzalność analiz, co wyklucza subiektywizm i błędy. SOP można również modyfikować (udoskonalać) w trakcie dalszych studiów nad specyfiką (reologią) osadu. Analiza wielkości i kształtu ziarna umożliwia bardziej precyzyjne wskazanie charakterystyk litogenetycznych, które obecnie są równie istotne w interpretacjach genetycznych osadów, tak samo jak miało to miejsce w XX w. (Krygowski 1963; Goździk 1980; Lohmann 1983). Syvitsky w 2007 r. określając dostępne metody analiz teksturalnych, nie wskazał na morfometrię ziaren, gdyż w tym okresie urządzenie to było na etapie testów konstruktorskich firmy Malvern (www.malvern. com/morphologi).



Ryc. 1. Podstawowe parametry cząstki Fig. 1. Particle main parameters

Tabela 1. Parametry podstawowe - obliczane na podstawie dwuwymiarowego
obrazu cząstki

TT 1 1 1 1 1	, 1 1	C / 1'	· 1	. 1	•
Table I Main	narameters reckoned	trom two-dime	nsional	narticle	1mage
raule r. main	parameters reekoned	monn two-unne	nsionai	particle	mage

Nazwa parametru Parameter	Jednostka Unit	Opis Description
Długość	μm	odcinek pomiędzy dwoma punktami na obwodzie cząstki o największej długości spośród wszystkich możliwych rzutów na oś wielką
Szerokość	μm	odcinek pomiędzy dwoma punktami na obwodzie cząstki o największej długości spośród wszystkich możliwych rzutów na oś małą
Maksymalna odległość	μm	najdłuższy odcinek możliwy od wyznaczenia wewnątrz cząstki
Obwód	μm	rzeczywisty obwód cząstki
Powierzchnia	piksele/µm²	powierzchnia dwuwymiarowej reprezentacji cząstki
Otoczka wypukła	n/a	najmniejszy poligon wypukły zawierający w sobie daną cząstkę – wielkości charakteryzujące otoczkę nie są podawane w opisie cząstki, a jedynie używane przy obliczeniach
Intensywność	0–255	intensywność obrazu cząstki w skali szarości, podawana jako średnia oraz odchylenie standardowe

Tabela 2. Parametry pochodne charakteryzujące kształt cząstki – obliczane na podstawie parametrów podstawowych

Nazwa parametru Parameter	Jednostka Unit	Opis Description
Zaokrąglenie	0–1	stosunek obwodu koła o powierzchni identycznej z daną cząstka do jej rzeczywistego obwodu; wartość 1 przyjmuje idealne koło
Zaokrąglenie wysokiej czułości	0–1	miara zaokrąglenia (patrz wyżej), której podstawą jest kwadrat obwodu: $4\pi A/P^2$ , gdzie A – powierzchnia koła, P – obwód cząstki; jest bardziej wrażliwa na subtelne różnice wielkości
Wydłużenie	0–1	1 – (szerokość/długość) – określa wydłużenie cząstki; wartość 0 przyjmuje kwadrat oraz idealne koło
Wypukłość	0–1	stosunek obwodu otoczki wypukłej do obwodu rzeczywistego cząstki; wartość 0 przyjmują poligony wypukłe
Zwartość	0—1	stosunek powierzchni cząstki do powierzchni otoczki wypukłej – miara analogiczna do wklęsłości
Średnica CE	μm	średnica koła o takiej samej jak dana cząstka powierzchni; wartość ta jest podstawą do obliczeń opartych na miarach objętościowych

Table 2. Derivative parameters of particle shape - reckoned from main parameters

Współcześnie badania prowadzone przez Blott, Pye (2008) wskazują na takie cechy morfometryczne, jak: długość (L), szerokość (I) i grubość (S) (ryc. 1, tab. 5), które określane są jako istotne w badaniach mikromorfometrycznych. Cechy te są analizowane z wykorzystaniem analizatora.

# **OPIS METODY I PROCEDURY**

Metoda morfometrii ziaren z zastosowaniem analizatora *Morphologi G3* firmy Malvern opiera się na tomografii mikroskopowej, która wykazuje cyfrowy obraz cząstek za pomocą obiektywów o powiększeniu 2,5; 5; 10; 20 i pięćdziesięciokrotnym. Następnie za pomocą odpowiednich algorytmów programowych separuje pojedyncze cząstki i mierzy ich parametry (długość, szerokość, promień itp.) oraz oblicza wielkości pochodne (zaokrąglenie, wypukłość, wydłużenie itp).

Głównymi modułami aparatu są: A – zintegrowany moduł dyspersyjny, który zawiera sprężarkę oraz pompę próżniową, B – moduł optyczny, który składa się z mikroskopu oraz C – moduł cyfrowy, zawierający dwa monitory cyfrowe (1 – dla analizy pomiarowej, 2 – do wizualizacji). A – moduł dyspersyjny (dispersion element)







C - moduł cyfrowy (digital element)



Fot. 1. Analizator *Morphologi G3* i jego elementy Phot. 1. Elements of *Morphologi G3* 



Fot. 2. Kalibrowane podajniki Phot. 2. Calibrated spoon

Ustalając procedurę standaryzacji pomiaru (SOP), aby dobrze dobrać metodykę, należy uwzględnić rozpoznanie osadu.

Następnie dobierane jest odpowiednie ciśnienie, aby osad zdyspergować. Najlepiej zrobić kilka analiz i zobaczyć, czy ziarno nie ma agregatów i czy nie zostało potłuczone. W tym momencie należy dobrać odpowiednie powiększenie spośród kilku obiektywów. Nie zawsze potrzebne jest maksymalne – pięćdziesięciokrotne. Ważne jest również, aby wybrać źródło światła. Najlepiej, jeśli światło z dołu dopasujemy do ziarna matowego, a z góry do ziarna bardziej przezroczystego. Tego typu czynności wykonujemy generując obraz. Ważne jest dobre ustawienie ostrości obrazu ziarna, którego (jeśli jest materiał zróżnicowanej wielkości) dokonujemy na najmniejszych obiektach. Jeśli ziarna maja nierówna powierzchnię lub są różnej "wysokości", wybieramy opcję Z Stacking. Wtedy obraz ziarna jest rejestrowany z różnej wysokości stolika. Wówczas mogą być czytelne wszystkie nierówności cząstki, które zostałyby utracone, robiac zdjecie z jednej pozycji. Następnie wybieramy funkcje *Threshold*, w której przy każdym wybranym obiektywie sprawdzamy i ustawiamy właściwą ostrość obrazu w danym powiększeniu, tu można wykonać zapis obrazu surowego (np. w formacie .bmp). I wreszcie scan area, czyli wybieramy obszar reprezentatywny do skanowania. Również można ustawić zakres wielkości i jakości ziarna, który chcemy zbadać. W tym celu także zaznaczamy w Reports, które parametry mają być zapisane w arkuszu wynikowym. Po całej procedurze zapisujemy SOP z odpowiednią adnotacją identyfikującą próbkę lub metodę, np. lessy syberyjskie – powiekszenie 5 x.

W trakcie analizy aparat wskazuje po kolei wszystkie czynności, które zostały zapisane. Po przejściu kilku etapów widać, ile czasu pozostaje do końca analizy. Po zakończeniu analizy plik zostaje zapisany z rozszerzeniem .*vsop*. Można na nim pracować i odpowiednio go modyfikować. Wyniki można przedstawiać np. w formie: histogramów, trendów, porównań, dendrogramów, w skalach: kartograficznych, logarytmicznych, obrazków reprezentatywnych cząstek. Również wybrane dane i zestawienia można eksportować do formatu .*pdf*, w którym zestawiono dane statystyczne, przykładowe cechy kształtu ziarna oraz krzywą kumulacyjną wielkości cząstek (ryc. 2).

Kiedy materiał jest na stoliku, można wrócić do każdej cząstki i analizować ją indywidualnie. Po analizie obraz cząstki jest zapisany i można powrócić do jej parametrów. Można również modyfikować SOP po jakimś czasie, kiedy zdobędziemy większą wiedzę na temat morfologii danego typu osadów (walidacja).

# PRZYKŁADOWE WYNIKI BADAŃ

Na analizatorze, dobierając odpowiednią Standardową Procedurę Operacyjną (SOP), wykonano analizy 14 próbek lessów syberyjskich (Krasnogorskoye), które zostały wykorzystane przy ustalaniu późnoholoceńskiego zapisu klimatostratygraficznego (Chlachula, Little 2011).

Dobierając różne SOP, początkowo mimo dyspersji (za pomocą ciśnienia 5 barów) nie udało się rozbić agregatów nawet dla małej objętości próbki (1 mm<sup>3</sup>). We wcześniejszej analizie wielkości na aparacie *Mastersizer 2000* firmy Malvern cząstki rozbijano ultradźwiękami (*sonification*) w roztworze,

### Nazwa proby: 330a

Liczba czastek: 372601





Ryc. 2. Przykładowe wyniki analizy Fig. 2. Example of analysis

gdzie udało się wyeliminować agregaty (Sperazza i in. 2004). Obraz morfologii ziarna zdaje się wskazywać na bimodalność (ryc. 3). Jednak generalna tendencja wykazuje, że większą wypukłością odznaczają się ziarna mniejsze (0,3 µm) oraz o średnicy – diameter 10–13 µm. Większe zaokrąglenie również cechuje ten zakres wielkości cząstek lessów. Stąd cecha przeciwstawna, czyli wydłużenie wykazuje mniejsze wartości średnic niż wypukłość oraz zaokrąglenie.

W dalszej części prac udało się, dobierając odpowiednie ciśnienie i powiększenie, uzyskać rozkład normalny na wykresie wielkości cząstek objętościowych.





Lessy cechuje zatem duży stopień zaokrąglenia, co ukazał wynik analizy, jak i obraz mikroskopowy. Wyraźnego zróżnicowania nie ma, ale ono będzie przedmiotem dalszych badań. W charakterystyce nie brano pod uwagę, ze względu na wielość wyników (fot. 5) oraz dużą możliwość doboru danych do interpretacji,



Fot. 3. Obraz z mikroskopu (powiększenie 20 x) Phot. 3. Image from microscope (zoom 20)

Fot. 4. Obraz z mikroskopu (powiększenie 5 x) Phot. 4. Image from microscope (zoom 5)

pozostałych cech morfometrycznych ziarna. Przybliżając wyniki do interpretacj, i skupiono się na analizie jakościowej ziarna.

### PODSUMOWANIE

Stosowane dotąd metody badania pojedynczych ziarn osadu pozwalały na stosunkowo wąską ocenę ich cech. Graniformametria mechaniczna określa podział ziarna (tylko kwarcowego i w określonej średnicy) na udział w trzech klasach: ziarna okrągłego, półgraniastego i graniastego (Krygowski 1964; Goździk 1980; tab. 3, ryc. 4). Ograniczeniem metody jest wybór ziarna i jego średnicy (1,4–1,0; 1,0–0,8 lub 0,8–0,63 mm) oraz w trakcie analizy ingerencja w kształt ziarna poprzez zsuwanie.

Tabela 3. Klasyfikacja ziaren kwarcu (= analizowano głównie piaski wg stopnia obróbki\* dotyczy średnicy 1,25–1,0; 1,0–0,8; 0,8–0,63 mm, Krygowski 1964)

Table 3. Quartz grains classification (= sands analysed by attrition type\* for 1,25–1,0; 1,0– 0,8; 0,8–0,63 mm diameter, Krygowski 1964)

Typ obróbki Type of treatment	Symbol Symbol	Wskaźnik obróbki <i>W</i> <sub>o</sub> Treatment indica- tor <i>W</i> <sub>o</sub>	Klasy kątowe Angular classes	Charakterystyka Characteristics
Młodociany	α	0–800	> 16°	bez śladów obróbki, graniaste, obecne krawędzie i naroża
Dojrzały	В	800–1600	8°–16°	ślady obróbki, stępione krawędzie i naroża
Starczy	γ	1600–2400	0°-16°	dokładnie obtoczone

Analiza morfometryczna Cailleux co prawda pozwala wyznaczyć kilka klas morfologicznych ziarna (Woronko 2001), ale dotyczy tylko określonego typu mineralogicznego ziarna (np. kwarcu). Pozwala ona dokładnie opisać "wzrokowo", a więc subiektywnie powierzchnię cząstki (tab. 4, ryc. 5), jest metodą bardzo pracochłonną, co uniemożliwia zbadanie bardziej reprezentacyjnej populacji, a co się z tym wiąże – szczegółowej dynamiki środowiska depozycyjnego (Syvitski 2007). Współcześnie Blott i Pye (2008) stosują bardzo szczegółowy zapis kształtu cząstki, biorąc pod uwagę zarówno proste (np. grubość), jak i pochodne cechy morfologii ziarna. Akurat analizator *Morphologi G3* wykorzystuje do obliczenia grubości zasadę zdjęcia mikroskopowego z różnej wysokości (tzw. Z-Stacking), najczęściej używane do grubszych ziaren. Generalnie ten parametr nie wpływa znacząco na interpretację wyniku w charakterystyce kształtu ziarna.



Ryc. 4. Rozkład obróbki ziarna kwarcowego według metody graniformametrii mechanicznej Krygowskiego (Goździk 1980), wskazujący na dominujący udział ziarna półgraniastego Fig. 4. Distribution of quartz grain attrition according to Krygowski's mechanic graniformametry (Goździk 1980), denoting dominant participation of semi-angular particle

Tabela 4. Klasyfikacja ziarn w analizie morfometrycznej Cailleux (za: Goździk 1980) Table 4. Particle classification in Cailleux morphological analyse (Goździk 1980)

Grupa morfometryczna Morphometric group	Symbol Symbol	Charakterystyka: rzeźba powierzchni ziarna Characteristics: grain surface tread pattern
Okrągłe matowe (rounds-mats)	RM	obtoczone, abrazja mechaniczna w środowisku eolicznym, ospowata rzeźba
Obrobione błyszczące (emoussés-luisants)	EL	v-kształtne i półkoliste nacięcia
Nieobtoczone (non-usés)	NU	ostrokrawędziste

Stosując analizę morfologiczną wykonywaną na aparacie *Morphologi G3*, można określić 24 cechy morfometryczne każdego ziarna (fot. 5), zatem – jak sam producent zapewnia (www.malvern.com/morphologi) – nigdy nie można spodziewać się braku wyniku, wykonując analizę próbki.

Podstawowymi zaletami nowej metody są:

- Możliwość wzięcia pod uwagę całej populacji próbki (długi czas pomiaru próbki).
- 2. Możliwość wyboru wybranego obszaru na szkiełku mikroskopu, aby wyniki były reprezentacyjne (oszczędność czasu).
- 3. Wszystkie grupy mineralogiczne cząstek są analizowane morfologicznie.
- 4. Duży zakres średnicy ziaren (od 0,5 μm do 10 mm) branych do analizy.



Ryc. 5. Zmienność udziału głównych typów ziarn według metody Cailleux (Goździk 1980) Zastosowano dodatkowo EM – ziarno pośrednie, C – ziarno pęknięte Fig. 5. Variability of participation the main types of particles by Cailleux method (Goździk 1980)

EM - indirect particle additionally used, C - cracked particle

Field	Value
Area (Pixels)	7923
Area (µm²)	2426.30
Aspect Ratio	0.799
CE Diameter (µm)	55.58
Centre X Position (µm)	37537.336
Centre Y Position (µm)	50152.844
Circularity	0.907
Convexity	0.977
Edge stitched particle	0
Elongation	0.201
HS Circularity	0.822
Id	408
Intensity Mean	31.524
Intensity SD	23.754
Length (µm)	66.16
Magnification	5.00
Major Axis (°)	85.93
Max. Distance (µm)	66.59
Perimeter (µm)	190,59
SE Volume (µm²)	89904.56
Solidity	0.953
Width (um)	52.84

Fot. 5. Wybrane parametry przykładowego ziarna lessu Phot. 5. Selected parameters of Loess particles

- 5. Możliwość eliminacji przypadkowych czy uszkodzonych ziaren zeskanowanych przez *Morphologi G3*.
- 6. Parametry ziarna badane na analizatorze kształtu są porównywalne z morfometrią stosowaną przez Blott, Pye (2008) (tab. 5).
- Wszystkie wymienione zalety są powtarzalne poprzez Standardową Procedurę Operacyjną SOP, zapisywane (ryc. 6) oraz możliwe do udoskonalania (walidacja).

Tabela 5. Wybrane cechy morfologiczne ziarna *Morphologi G3* oraz cechy wyznaczone przez Blott, Pye (2008), określane jako istotne w badaniach mikromorfometrycznych
Table 5. Selected particle shape characterstics *Morphology G3* and to assigneg by Blott, Pye (2008) qualified as essential in micromorphometric measurements

Wybrana cecha kształtu ziarna Selected feature of grain shape	Parametry kształtu ziarna wg Blott, Pye (2008) Grain shape parameters acc. to Blott, Pye (2008)	Parametry kształtu ziarna wykonywane na <i>Morphologi G3</i> Grain shape parameters on <i>Morphologi G3</i>
Długość	Length	L
Szerokość	Breadth /	Width W
Grubość	S	Z-Stacking
Wydłużenie	Plot ratio I/L	Aspect ratio W/L
Wydłużenie	Elongation (L-I)/(L-S)	Elongation 1–W/L
Spłaszczenie	Flatness S/L S/I	
Promień		Perimeter = Axis of minimum rotational energy
Długość najdłuższej osi	Longest dimension L	Max. Distance = actual perimeter
Zaokrąglenie	Aschenbrenner (1956) working Sphericity $\psi$	Circularity = 2 x square root ( $\pi$ Area)/Perimeter
Wypukłość	Roundness (angularity)	Convexity = Convex hull perimeter divided by actual particle perimeter



Ryc. 6. Przykład wyników analizy jednej próbki na aparacie *Morphologi G3* Fig. 6. Example of single sample analysis results on *Morphologi G3* analyser Planowane jest skatalogowanie morfologii różnych typów ziarn w osadach (SOP) w celu sprawnego określania składu mechanicznego osadów oraz po serii testów i udoskonaleń włączenie metody morfologicznej do standardowych analiz sedymentacyjnych.

### LITERATURA

- Blott S.J., Pye K., 2008: Particle shape: a review and new methods of characterisation and classification. Sedimentology, 55, 31–63.
- Chlachula J., Little E., 2011: A high resolution Late Quaternary climatostratigraphic record from Iskitim, Priobe Less Plateau, SW Siberia. Quatern. Internat., 240, 139–149.
- Goździk J., 1980: Zastosowanie morfometrii i graniformametrii do badań osadów w kopalni węgla brunatnego Belchatów. Stud. Reg. przy Wojewodzie Piotrkowskim, 4, 9. PWN, Warszawa, 101–114.
- Issmer K., Szymura P., 1996: Optyczne metody pomiaru uziarnienia osadów drobnoklastycznych. Materiały pokonferencyjne, przewodnik sesji terenowych i posterów, V Krajowe Spotkania Sedymentologów "Analiza basenów sedymentologicznych a nowoczesna sedymentologia", Warszawa, 17–21.06.
- Kowalkowski A., 1988: Cechy urzeźbienia powierzchni ziarn piasku kwarcowego w kwaśnych i alkalicznych glebach klimatu zimnego. [W:] E. Mycielska-Dowgiałło (red.), Geneza osadów i gleb w świetle badań w mikroskopie elektronowym. Wyd. UW, Warszawa, 87–101.
- Krygowski B., 1964: Graniformametria mechaniczna. Teoria, zastosowania. PTPN, Pr. Kom. Geogr.-Geol., 2, 4, 1–112.
- Lohmann G.P., 1983: Eigenshape Analysis of Microfossils: A General Morphometric Procedure for Describing Mathematical. Geol., Vol. 15, No. 6, Changes in Shape.
- Mycielska-Dowgiałło E., 1995: *Wybrane cechy tekstualne osadów i ich wartość interpretacyjna*. [W:] E. Mycielska-Dowgiałło, J. Rutkowski (red.), *Metody badań osadów czwartorzędowych*.
- Sperazza M., Moore J.N., Hendrix M.S., 2004: *High-resolution size analysis of naturally occu*ring very fine-grained sediment through laser diffractometry. Journ of Sedimen. Res., 74, 5, 736–743.
- Syvitski J.P.M., 2007: *Principles, methods, and application of particle size analysis*. Cambridge Univer. Press, Cambridge.
- Woronko B., 2001: Znaczenie analizy obtoczenia i zmatowienia powierzchni ziarn kwarcowych frakcji piaszczystej w interpretacji genetycznej osadów czwartorzędowych. [W:] E. Mycielska-Dowgiałło (red.), Eolizacja osadów jako wskaźnik stratygraficzny czwartorzędu. Pr. Sedyment. WGiSR UW, 33–38.

### Strony internetowe

<http://www.apinstruments.pl/docs/pl/broszuraogolnams2000.pdf>.<http://www.malvern.com/morphologi>.