

激光粒度仪测量风成堆积物粒度的实验研究

徐树建^{1,2}, 杜忠花¹

(1. 临沂师范学院 地理与旅游学院, 山东 临沂 276005;

2. 兰州大学资源环境学院 西部环境教育部重点实验室, 兰州 730000)

摘 要: 中国北方第四纪风成堆积物的粒度是研究古气候与古环境的一个重要代用指标。粒度测量结果受到前处理方法的深刻影响。在黄土高原西部从北往南 5 个具有代表性的黄土剖面采集样品 25 块, 对每个样品用不同的前处理方法处理后, 用激光粒度仪进行测量。结果显示不同的前处理方法对黄土粒度测量结果会产生很大的影响。原始样品经过超声波振荡和加 $(\text{NaPO}_3)_6$ 分散剂后, 颗粒明显分散变细。在单独加入 H_2O_2 除去有机质和加入的 HCl 除去碳酸盐后, 粒度也明显变细, 而且南部的样品的差异比北部的要大。在黄土高原北部, 石膏对粒度测量的影响较小。

关键词: 粒度测量; 黄土; 激光粒度仪; 前处理方法

中图分类号: P532

文献标识码: A

文章编号: 1005-3409(2007)02-0209-04

Study on Experiment of Particle Size of Aeolian
Deposits From Laser Diffraction Size Analyzer

XU Shu-jian^{1,2}, DU Zhong-hua¹

(1. College of Geography and Tourism, Linyi Teachers University, Linyi 276005, China;

2. College of Resources and Environment, Lanzhou University

National Laboratory of Western China's Environmental System, Lanzhou 730000, China)

Abstract: The formation, transport and deposition of aeolian dust are intimately coupled to and indicative of changes in climate and environment. The particle size of loess-palaeosol deposit is regarded as a good proxy record of climate changes in Quaternary in North China, and its grain size distribution is widely employed to reconstruct the palaeoclimate. However, pretreated methods for the grain size measurement are various in laboratories, the pretreated methods have certainly influenced results of grain size distribution. 25 aeolian sediment samples were chosen from five representative sections which are located at a transaction from north to south in the western Chinese Loess Plateau, and each sample is pretreated in seven ways and measured in Mastersizer 2000 produced by Malvern Instruments Ltd. Co. in UK. Result shows that organic carbon and carbonate were removed by treatment with excess H_2O_2 and HCl and $(\text{NaPO}_3)_6$ as well as the ultrasonic machine were employed in order to completely disperse the particles, each step can make the particles finer, but the difference is higher in the north sandy loess near the Tengger Desert. The authors also measured the grain size of 102 sandy loess samples in Binggou section near the Tengger Desert. The difference is light after pretreatment of remove the gypsum in the loess.

Key words: particle size analysis; loess; laser diffraction particle size analyzer; pretreatment

中国北方第四纪的风成沉积为研究古气候与古环境提供了良好的地质记录, 其粒度测量作为一个重要的代用指标被广泛应用^[1-11]。但是, 由于粒度测量样品的前处理存在很大的差异, 测量结果缺乏对比性, 因而在某种程度上影响了研究结论的可信性。

20 世纪 70 年代以前, 粒度测量主要采用沉降法和筛析法, 其测量过程主要依靠人工操作, 由于这种技术简单易行, 实验环境要求条件较低, 而得到十分普遍的应用。但上述方法样品用量较多、速度慢、结果误差较大, 这对于样品有限或分析精度要求较高的粒度分析带来了困难。70 年代, 一些学者提出了采用光学衍射原理测量颗粒粒径的设想并付诸于实

践^[12-13], 由此诞生了激光粒度仪。由于其测量迅速、自动化程度高、误差小、样品用量小等特点而得到快速发展和广泛应用。激光粒度仪的工作原理基于光与颗粒之间的作用, 在光束中, 一定粒径的球形颗粒以一定的角度向前散射光线, 这个角度接近于与颗粒直径相等的孔隙所产生的衍射角。当单色光束穿过悬浮的颗粒流时, 颗粒所产生的衍射光通过凸透镜聚于探测器上, 记录下不同衍射角的散射光强度, 根据衍射光的强度与颗粒粒径的关系得到粒度分布。测量结果直接输出到计算机, 可以通过粒度处理软件获得所需的粒度指标。激光粒度仪测定的是根据光学衍射原理的当量直径, 反映的是颗粒的横截面积。当粒度软件可以换算成表面积平均粒径、

* 收稿日期: 2006-04-04

基金项目: 国家自然科学基金(40471016); 教育部重点项目资助

作者简介: 徐树建(1967-), 男, 山东临沂人, 临沂师范学院副教授, 博士, 主要从事风成沉积物粒度与第四纪环境变化研究。

体积平均粒径等。目前激光粒度仪已取代传统的筛析法和沉降法而成为快速、准确、高效的粒度测试方法。

不同的粒度测试方法和测试仪器对同一样品的测量结果是不同的,即使是相同的仪器,由于前处理过程的不同,测试结果也存在很大的差异。国内外的学者对粒度的实验研究做了大量的工作^[14-22],但在实验研究中多采用不同厂家和不同型号的激光粒度仪,实验的某些细节尚不够深入,且对黄土高原西部风成沉积的研究较少。

1 材料和方法

实验样品采自黄土高原西部南北向大断面末次冰期旋回沉积的 L₁ 和 S₁,从北部的腾格里沙漠南缘到西秦岭的北麓,跨砂黄土、黄土和黏黄土三个带。样品主要来自中卫县的冰沟(37°23'N, 105°02'E)、靖远的碾子沟(37°16'N, 104°25'E)、会宁县的会师(35°41'N, 105°02'E)、通渭的拓家坡(35°14'N, 105°13'E)和天水的暖河湾(34°33'N, 105°40'E),黄土古土壤前处理样品共计 25 个。冰沟剖面下部 5 180~4 675 cm 段 102 个,采样间距为 5 cm,剖面中样品的采集按照从下往上的顺序。

粒度样品的测量是在兰州大学西部环境教育部重点实验室进行的。所采用的粒度仪为英国 Malvern Instruments Ltd. 公司生产的 Mastersizer 2000 激光粒度仪,该仪器运用全量程米氏(Mie)计算理论,是目前国内外广泛使用的激光粒度仪,该仪器分析软件功能强大,测量过程能实现自动化,其测量范围为 0.02~2 000 μm, 粒径分辨率为 0.01Φ。

7 种前处理方法分别为:

A(未前处理): 取样品约 0.5 g 放入烧杯中,加蒸馏水浸泡 24 h 后测量。

B: 取样品约 0.5 g 放入烧杯中,加蒸馏水浸泡 24 h,在超声波清洗机振荡 7 min 后测量。

C: 取样品约 0.5 g 放入烧杯中,加蒸馏水浸泡 24 h,加入 10 ml 浓度为 0.05 mol/L 的 (NaPO₃)₆ 分散剂并用超声波清洗机振荡 7 min 后测量。

D: 取样品约 0.5 g 放入烧杯中,加入 10 ml 浓度为 10% 的 H₂O₂,后加入 10 ml 浓度为 10% 的 HCl。给烧杯注满蒸馏水浸泡 24 h,抽去蒸馏水,加入 10 ml 浓度为 0.05 mol/L 的 (NaPO₃)₆ 分散剂并用超声波清洗机振荡 7 min 后测量。

E: 取样品约 0.5 g 放入烧杯中,加入 10 ml 浓度为 10% 的 H₂O₂ 煮沸,使其充分反应。给烧杯注满蒸馏水浸泡 24 h,抽去蒸馏水,加入 10 ml 浓度为 0.05 mol/L 的 (NaPO₃)₆ 分散剂并用超声波清洗机振荡 7 min 后测量。

F: 取样品约 0.5 g 放入烧杯中,加入 10 ml 浓度为 10% 的 HCl 煮沸,使其充分反应。给烧杯注满蒸馏水浸泡 24 h,抽去蒸馏水,加入 10 ml 浓度为 0.05 mol/L 的 (NaPO₃)₆ 分散剂并用超声波清洗机振荡 7 min 后测量。

G: 取样品约 0.5 g 放入烧杯中,加入 10 ml 浓度为 10% 的 H₂O₂ 煮沸,使其充分反应;后加入 10 ml 浓度为 10% 的 HCl 煮沸,使其充分反应。给烧杯注满蒸馏水浸泡 24 h,抽去蒸馏水,加入 10 ml 浓度为 0.05 mol/L 的 (NaPO₃)₆ 分散剂并用超声波清洗机振荡 7 min 后测量。

我们对冰沟剖面下部 5 180~4 675 cm 段的样品进一步进行了去除石膏的处理,取样品约 0.5 g 放入烧杯中,用过饱和的碳酸钠溶液 20 ml 浸泡 24 h,后注满蒸馏水浸泡 24 h,抽去蒸馏水,再次注满蒸馏水浸泡 24 h,抽去蒸馏水,然后按照上述 G 法进行前处理。同时对平行样品按 G 法前处理(未除石膏)以进行比较。

2 结果和讨论

重复性是衡量粒度仪器和粒度测试方法优劣的主要指标。同一个样品多次测量所得结果的相对误差称为重复性。影响重复性的因素主要有仪器或方法的稳定性、样品分散是否充分、取样是否具有代表性、操作过程是否规范、环境(包括电压、温度等)因素等。一般来说,对激光粒度仪来说,在规范操作情况下,每次测量标样 D50 的偏差应在 4% 之内。相对误差用以说明误差的允许范围,在一般的分析方法中常用相对离均差表示,但相对离均差不是精密度的最好的量度,其值往往偏高。现在逐渐为标准差、标准误或置信限所代替。残差是 Mastersizer 2000 激光粒度仪在测量过程中所特有的一个参数,既能反映样品的光学参数(折射率、吸收率)是否正确,也能反映样品的分布情况和分散效果。残差要求<3%,越小说明体系的分散程度越好。若残差>3%,则需检查光学参数选择的正确与否和分散效果的好坏。

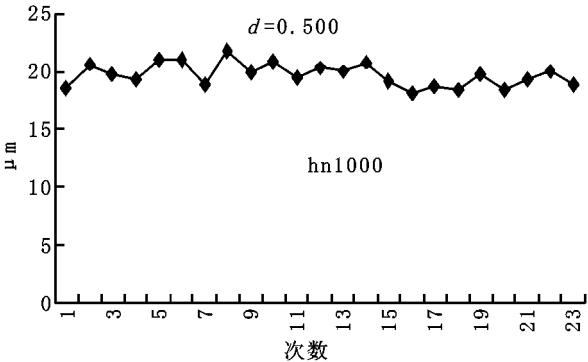


图 1 同一样品多次取样测量结果

通过对会宁剖面 1 000 cm 的样品分别进行 23 次取样进行测量,结果表明(如图 1),测量结果基本稳定。其标准偏差为 1.014,标准误差为 0.211,变异系数为 5.136。

通过对会宁剖面 1 300 cm 样品(如图 1)和 1 000 cm 样品分别进行 33(测量用时 10.5 min)和 51 次(测量用时 15.75 min)测量表明,测量结果有变小的趋势,在测量 15 次之后测量结果相对趋于稳定。这可能是由于仪器的振荡分散时间的延长等原因使其进一步变小。不过,在系统样品的测量中,可以作为系统误差忽略。

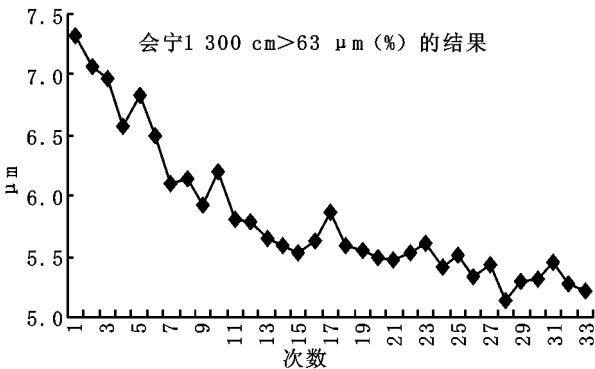


图 2 同一样品重复测量的结果

我们对黄土高原西北部南北向大断面的五个剖面的 25 个黄土古土壤样品按照上述 A~G 7 种不同的前处理方法进行了测量。测量结果如图 3(只列了体积平均粒径 D[4,3])。从图 3 可以看出,南部的样品的差异比北部的要大。从 D[4,3] 来看,在 25 个样品中,有 14 个样品经过 B 法的处理后达到最细,有 6 个样品在经过 G 法处理后最细。这与以前的实验

结果^[17]不完全相同。而从 $< 2\text{ }\mu\text{m}$ 的百分含量来看,有 20 个样品的含量在经过 B 法的处理后达到最大。测量结果显示,原始样品经过超声波清洗机振荡和加 $(\text{NaPO}_3)_6$ 分散剂后,颗粒明显分散变细。同样的,在单独加入 H_2O_2 除去有机质和加入的 HCl 除去碳酸盐后,粒度也明显变细。

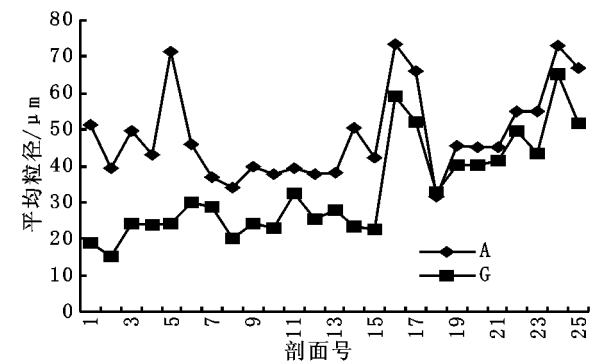


图 3 未经前处理(A 法)和经彻底的前处理方法(G 法)的平均粒径的比较

在激光粒度仪法测量粒度的过程中,样品的分散是一个重要的步骤,测试前样品的分散直接影响到样品的粒度测量

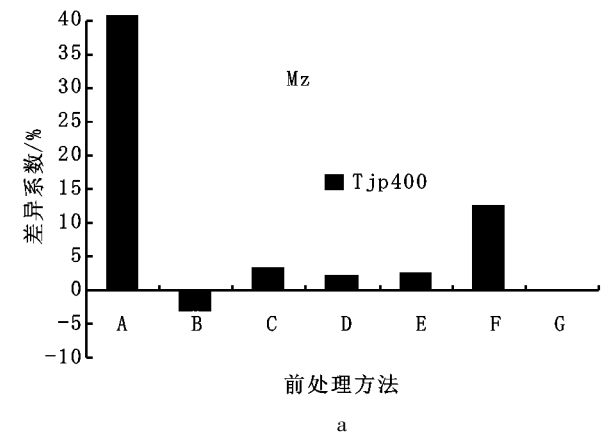


图 4 不同前处理方法对同一样品的影响(a. Mz; b. Md)

为了定量分析前处理方法对粒度测量结果的影响,我们还引入了一个变化差别指标 Y_i , $Y_i = (X_i - X_s) / X_s \times 100\%$,其中 X_s ——G 法(传统的标准方法)的粒度测量结果, X_i ——某一种前处理方法得到的粒度指标。 Y_i 的变化反映了不同的前处理方法对同一样品粒度分布的影响。从图 4 可以看出,不同前处理方法对不同指标的影响程度也存在不同。对拓家坡剖面 400 cm 处的样品来说,除了 A 法的未作处理的样品外,F 法(未加 H_2O_2)的影响最大。

在冰沟剖面野外采样中,发现在剖面下部有大量的石膏结核的出现,且在砾石层之上 2 m 处呈交叉网状分布。为此,我们对冰沟剖面 5 180~ 4 675 cm 段样品进行了除去石膏的处理,前后结果对比发现,其波动趋势基本一致,处理后整体有变细的趋势,但在部分层位却变粗,小的波动趋势出现错位现象。黄土颗粒沉积后,石膏结核的形成对粒度的影响还值得进一步深入研究。

同时,也应该注意,用激光粒度仪测量样品的粒度,由于其取样较少(0.3~ 0.5 g),可导致样品的代表性相对较低。

值得注意的是,只有在粒度分布相似的情况下,才可能比较粒度参数的差异。因为不同的粒度分布可能产生相同的粒度参数,粒度分布才是更可靠的。同时还应该考虑物理机制,因为仅从统计数据得出结论也是危险的。

结果。因为颗粒经常所带的电荷、水分、范德华力等使颗粒相互作用形成团粒,颗粒越细,其表面能越大,凝聚成团粒的机会就越多。目前所用的分散方法主要有润湿、搅拌、超声波振动、加分散剂等,其目的就是使样品颗粒处于单体状态。分散方法和分散时间的不同也直接影响粒度的测试结果从 A 法和 B 法的 $> 63\text{ }\mu\text{m}$ 和 $< 2\text{ }\mu\text{m}$ 的百分含量比较可以看出,超声波振荡对粒度测量的影响,振荡可使粒度明显变细。 $> 63\text{ }\mu\text{m}$ 的百分含量 $> 63\text{ }\mu\text{m}$ 南部地区的变化比北部地区要明显,而 $< 2\text{ }\mu\text{m}$ 的百分含量的增大则南北基本一致。这与 $< 2\text{ }\mu\text{m}$ 的百分含量的原始值较小有关。

从 C 法和 B 法的 $> 63\text{ }\mu\text{m}$ 和 $< 2\text{ }\mu\text{m}$ 的百分含量比较可以看出分散对粒度测量的影响。结果显示在添加了分散剂后进一步变细, $> 63\text{ }\mu\text{m}$ 的百分含量除了 2 个样品外明显减小,减小的值在 0.5~ 3.1 之间; $< 2\text{ }\mu\text{m}$ 的百分含量有 21 个样品的粒度结果在添加了分散剂后进一步变细,另外的 4 个样品增大的值在 0.1~ 0.5 之间,可以忽略。

从 G 法和 D 法的比较可以看出煮沸对粒度的影响,煮沸也会使样品的粒度变细, $< 2\text{ }\mu\text{m}$ 的百分含量有 23 个样品的粒度结果增大 0.1%~ 3.3%; $> 63\text{ }\mu\text{m}$ 的百分含量有 16 个样品减小,其减小值在 0.7%~ 2.9%之间,相对于原始值来说,变化较大。

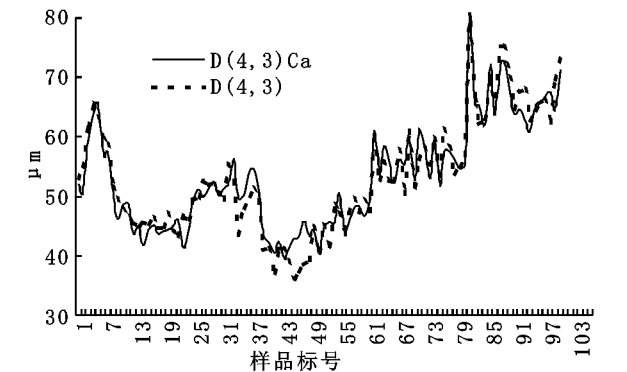
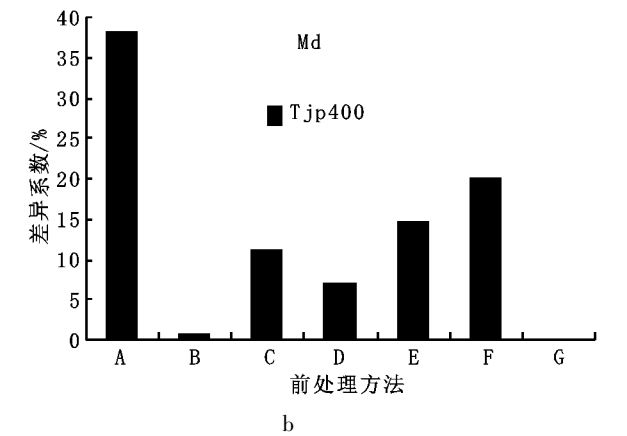


图 5 冰沟剖面 5 180~ 4 675 cm 段的除去石膏的 D[4, 3]的结果对比

3 结 论

不同的前处理方法对黄土粒度测量结果产生很大的影响。原始样品经过超声波清洗机振荡和加分散剂后,颗粒明显分散变细。在单独加入 H_2O_2 除去有机质和加入的 HCl 除去碳酸盐后,粒度也明显变细,而且南部的样品的差异比北部的要大。样品粒度测量的可重复性和精确度是进行古环境演化研究的基础。对黄土高原北部冰沟剖面下部样品

进行了除去石膏的处理,前后结果对比发现石膏对粒度测量的有一定影响,但影响较小。

参考文献:

[1] Ding Z L, Yu Z W, Rutter N W, Liu T S. Towards an orbital times scale for Chinese loess deposits[J]. Quaternary Science Reviews, 1994, 13: 39– 572.

[2] Kohfeld K E, Harrison S P. Glacial-interglacial changes in dust deposition on the Chinese Loess Plateau[J]. Quaternary Science Reviews, 2003, 22(3): 1859– 1878.

[3] An Z S, Kutzbach j E, Prell W l, Porter S C. Evolution of Asian monsoons and phased uplift of the Himalaya– Tibetan plateau since Late Miocene times[J] . Nature, 2001, 411: 62– 66.

[4] Xiao, J L, Porter, S C, An, Z S, et al. Grain size of quartz as an indicator of winter monsoon strength on the Loess Plateau of central China during the last 130, 000 yr[J] . Quaternary Research, 1995, 43: 22– 29.

[5] Rea D K, Snoeckx H, Joseph L H, 1998. Late Cenozoic eolian deposition in the North Pacific: Asian drying, Tibetan uplift, and cooling of the northern hemisphere[J] . Paleoceanography, 13(3) : 215– 224.

[6] Guo Z T, Ruddiman W F, Hao Q Z, et al. 2002. Onset of Asian desertification by 22 Myr ago inferred from loess deposits in China[J] . Nature, 416(14): 159– 163.

[7] 鹿化煜, 安芷生. 洛川黄土粒度组成的古气候意义[J] . 科学通报, 1997, 42(1) : 66– 69.

[8] 鹿化煜, 安芷生. 黄土高原黄土粒度组成的古气候意义[J] . 中国科学(D 辑) , 1998, 28(3) : 278– 283.

[9] 丁仲礼, 孙继敏, 刘东生, 联系沙漠– 黄土演变过程中耦合关系的沉积学指标[J] . 中国科学(D) , 1999, 29(1) : 82– 87.

[10] 汪海斌, 陈发虎, 张家武. 黄土高原西部地区黄土粒度的环境指示意义[J] . 中国沙漠, 2002, 22(1) : 21– 26.

[11] 杨前进. 沙尘暴沉降物的粒度特征及其环境意义[J] . 中国沙漠, 2004, 24(1) : 47– 50.

[12] Cornillault J . Particle size analyzer[J] . Applied Optics , 1972 , 11 : 265– 268.

[13] Weiss E L , Frock H N . Rapid analysis of particle-size distributions by laser light scattering[J] . Powder Technology, 1976 , 14 : 287– 293.

[14] 成都地质学院陕北队. 沉积岩(物) 粒度分析及其应用[M] . 北京: 地质出版社, 1976. 1– 147.

[15] Prins M A, Postma G, Weltje G. Controls on the terrigenous sediment supply to the Arabian Sea during the late Quaternary : The Markran continental slope[J] . Marine Geology, 2000, 169: 351– 371.

[16] Prins, A, Vandenbergh, J. Weltje, G J. Palaeoclimate signals in loess size distributions[M] . Int. Workshop HWK Delmenhorst From Particle Size to Sediment Dynamics, 2004. 123– 125.

[17] 鹿化煜, 安芷生. 前处理方法对黄土沉积物粒度测量影响的实验研究? [J] . 科学通报 1997, 42(23) : 2535– 2538.

[18] Singer, J K, Anderson, J B, Ledbetter, M T, et al. An assessment of analytical techniques for the size analysis o f fine-grained sediments[J] . Journal of Sedimentary Petrology, 1988, 58: 534– 543.

[19] 程鹏, 高抒, 李徐生. 激光粒度仪测试结果及其与沉降法、筛析法的比较[J] . 沉积学报, 2001, 19(3): 449– 455.

[20] Loizeau J L, Arbouille D, Santiago S, Vernet J P. Evaluation of a wide range laser diffraction grain size analyzer for use with sediments[J] . Sediment ology, 1994, 41: 561– 564.

[21] 鹿化煜, 苗晓东, 孙有斌. 前处理步骤与方法对风成红黏土粒度测量的影响[J] . 海洋地质与第四纪地质, 2002, 22(3) : 129– 135.

[22] 庞奖励, 黄春长, 贾耀峰. 不同方法测定黄土和古土壤样品粒度的比较[J] . 陕西师范大学学报(自然科学版) , 2003, 31(4) : 87– 92.

(上接第 208 页)

其生态循环有别于其它自然水体环境,水产动物的活动、摄食、排泄、繁殖均是在同一个水体中进行的。由于比较少的生物链,而且在比较高级的食物层次上只有所养殖的水产动物,在这样相对比较简单的生态环境中,要使得水产动物健康、快速的成长有点难,而这又恰是所有养殖人员所期望的。为达到这样的需求,必需要求养殖水体的溶氧含量、pH 值、透明度达到一定的养殖水体标准,水中的氮结构满足标准。而大多数的养殖人员是采用化学制剂来促使水体的各样指标符合标准,这样的做法却又常常破坏了的养殖水体的生态平衡,给养殖水体带来了新的问题。所以,如果能够从微生物的方面上着手,使得养殖水体的溶氧、pH 值、透明度、氮

参考文献:

[1] 尹伦甫, 胡万顺. 光合细菌在观赏鱼饲养中的应用试验[J] . 水产科技情报, 2004, 31(2) : 84– 85.

[2] 陈佳荣. 水化学实验指导书[M] . 北京: 中国农业出版社, 1998. 115– 152.

[3] 王怡平, 英荣, 梅贤君, 等. 固定化光合细菌在中华绒螯蟹人工育苗中的应用[J] . 水产学报, 1999, 23(2) : 156– 161.

结构符合养殖水体标准,建立新的生态平衡,并有利于促进水产动物的生长,无疑是一个更好解决问题的方法,并且可以做到更简便、具有较长期的效果。

王怡平等(1999) 将固定化光合细菌利用于中华绒螯蟹人工育苗中,光合细菌的使用浓度在 $1.5 \times 10^9 \sim 2.5 \times 10^9$ 个/ml 时, $\text{NH}_3 - \text{N}$ 和 $\text{NO}_2 - \text{N}$ 和去除率在 90% 左右^[3]。而本试验中的 $\text{NO}_2 - \text{N}$ 的去除率并没有那么高,甚至有上升的趋势。这表明 $\text{NH}_3 - \text{N}$ 和 $\text{NO}_2 - \text{N}$ 的去除率还跟光合细菌的浓度有关,由于此次试验的光合细菌浓度远低于王怡平所用的浓度,所以没有达到他说得到的那样明显效果。