

С.М. Стадніченко

СУЧАСНІ МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ ГРАНУЛОМЕТРИЧНОГО СКЛАДУ ОСАДОВИХ ПОРІД ТА ОСОБЛИВОСТІ ЇХ ЗАСТОСУВАННЯ

S.M. Stadnichenko

CURRENT METHODS OF SEDIMENTARY ROCKS PARTICLE SIZE DISTRIBUTION ANALYSIS OF AND PECULIARITIES OF THEIR EMPLOYMENT

Размер частичек и гранулометрический состав осадочных пород и грунтов являются ключевыми характеристиками в литологии и инженерной геологии. Эти параметры определяют механические свойства пород, а также дают информацию о процессах разрушения, способах переноса и условиях осадконакопления. В данной статье рассмотрены методы исследования гранулометрического состава осадочных пород, которые основываются на разных физических принципах: скорости осаждения частиц, лазерной дифракции, электропроводимости частичек, анализе изображения и т.д. При рассмотрении данных методов представлены такие критерии: диапазон размера измеряемых частичек, размер навески образца, скорость анализа, сложность процедуры измерения, обработка результатов, повторяемость результатов. Установлены основные критерии выбора оптимального метода определения гранулометрического состава в зависимости от типа пород и специфики задачи исследований.

Ключевые слова: гранулометрический состав, метод, анализ, особенность применения.

Grain-size and grain-size distribution of sedimentary rocks and soils are key factors in sedimentology and engineering geology. These parameters determine the mechanical properties of sediment and provide information on the origin and history of the latter; they also determine by which agent sediment can be eroded, in which physical mode it will be transported, and how it will be deposited. Several techniques and instruments for measuring the grain-size distribution of sedimentary rocks are represented in this comparative study, based on: sedimentation, image analysis, laser diffraction, electroresistance particle counting and other. An appropriate evaluation thus requires that various criteria be considered. Issues to be taken into account are: type of sediment, quantity of sediment available, speed of measurement, complexity of the measurement protocol, processing of the data, reproducibility of the results and the specific aims of the study undertaken. The choice of an optimum technique thus depends on the type of sediment and the specific aims of the study undertaken.

Key words: particle size distribution, method, analysis, peculiarity of employment.

ВСТУП

Протягом останнього часу у зв'язку із інтенсивним розвитком технологій методи аналізу гранулометричного складу зазнали суттєвих змін. Теоретично і технологічно удосконалені традиційні методи, розроблені новітні методики та аналітичні підходи оцінки гранулометричного складу осадових порід. Важливим завданням є зіставлення отриманих різними методами результатів, а також вибір «оптимального» методу залежно від типу відкладів та задачі досліджень.

Вивчення гранулометричного складу порід дає можливість характеризувати їх фізико-механічні властивості, аналізувати умови осадконакопичення, виявити загальну картину розподілу суші і моря, визначити зони живлення, шляхи і способи переносу матеріалу, встановити генезис досліджуваних порід. Визначення цього параметра дозволяє класифікувати породу і використати відповідну методику подальших досліджень. Аналіз гранулометричного складу дозволяє провести правильну інтерпретацію

геофізичних досліджень, оцінити ємнісні і гідродинамічні властивості колекторів вуглеводнів, ідентифікувати їх за типом покладу та ін. [3, 5, 11, 14, 15, 17, 22].

Класичні методи гранулометричного аналізу базуються на ситовому аналізі для крупних фракцій та швидкості осадження для дрібних. В основі розрахунків, які виконуються при гідравлічних способах аналізу, лежить формула Стокса — метод Сабаніна, Осборна, Робінсона [3, 4, 7]. Піпеточний метод зазвичай застосовують до частинок розміром менше 16 мкм, хоча він часто використовувався для частинок більшої крупності. Інші методи, що ґрунтуються на осадженні — це метод Аттерберга, гідрометричний, гідрофотометричний, седиментація центрифугою та Sedigraph [13]. Методи, що базуються на інших фізичних принципах, включають розрахунок за електропровідністю частинок (лічильник Коултера), час переміщення TOT («time-of-transition»), лазерну дифракцію (різноманітні прилади) та оптичне визначення гранулометричного складу шляхом аналізу зображення. Дані методи оці-

нують розмір частинок за різними фізичними характеристиками, тому і аналітичні засоби, за допомогою яких визначають розмір частинок і виділяють фракції, можуть давати відмінні результати при дослідженні ідентичних зразків.

МЕТОДИ ТА ПРИЛАДИ

Методи гранулометричного аналізу поділяються на прямі і непрямі. Перші дозволяють безпосередньо виділяти окремі фракції, зважувати їх і визначати процентний вміст у породі, а також використати виділені фракції, наприклад, для вивчення мінерального складу. Другі не передбачають розділення породи на фракції; вони засновані на вивченні деяких властивостей досліджуваної породи, за зміною яких можна судити про вміст у ній тих або інших фракцій. Результати гранулометричних аналізів звичайно наводять у вигляді таблиць, у яких показують процентний вміст у породі різних фракцій. Для наочного представлення складу і ступеня однорідності породи будують різні графіки. Мірою неоднорідності гранулометричного складу піщаних і глинистих порід слугує коефіцієнт неоднорідності. При коефіцієнті неоднорідності піщаних порід понад 3, а глинистих — понад 5 вони вважаються неоднорідними [7].

Прямим методом є традиційний ситовий аналіз піщаних та гравелистих порід, що і на даний час досить широко застосовується. Нижче представлені непрямі методи, кожен з яких базується на дослідженні певних фізичних властивостей частинок осадових порід.

Лазерна дифракція. Аналізатори, призначені для визначення розподілу частинок за розміром за допомогою лазерної дифракції, використовують фізичний принцип розсіювання електромагнітних хвиль. Частки в паралельному лазерному промені розсіюють світло на постійний кут, величина якого залежить від діаметра частинок. Лінза збирає розсіяне світло кільцеподібно на детекторі, що встановлений у фокальній площині лінзи. Не розсіяне світло завжди сходиться у фокальній точці на оптичній осі. За допомогою комплексної математики з розподілу інтенсивності розсіяного світла можна розрахувати розподіл частинок за розміром. У результаті одержують діаметр частки лазерної дифракції, еквівалентний сфері з ідентичним розподілом розсіяного світла. Вимірюються середні об'ємні діаметри та отриманий розподіл частинок за розміром є розподілом по відношенню до об'єму. Дифракційну картину у фо-

кальній площині можна математично описати за допомогою оптики Фур'є.

Розподіл енергії, що вимірюється в радіально розташованих сенсорних елементах, аналізується, і на цій основі розраховується розподіл частинок за розміром. Цей розрахунок може здійснюватися в аналізаторах як по теорії Фраунгофера, так і по теорії Мія [20].

Теорія Фраунгофера ґрунтується на явищі дифракції на краях частинок; вона дійсна тільки для повністю абсорбуючих частинок і малих кутів розсіювання. При врахуванні оптичних властивостей частинок використовується теорія Мія. Ця теорія говорить, що розсіювання світла є явищем резонансу. Для застосування теорії Мія повинні бути відомі показник заломлення і коефіцієнт поглинання зразка і несучого середовища. У програмному забезпеченні приладів ці постійні для багатьох матеріалів уже внесені в базу даних.

Відомі такі аналізатори гранулометричного складу, що працюють на принципі лазерної дифракції, як Malvern Mastersizer S (Malvern Instruments Ltd, Malvern, UK), Coulter LS 200 (Beckman Coulter Inc., Fullerton, CA, USA), Fritsch Analysette 22 моделі NanoTec та MikroTec (Fritsch GmbH, Idar-Oberstein, Germany) та Horiba Partica LA-950 (Horiba Ltd, Kyoto, Japan). Всі ці прилади надають інформацію у вигляді об'ємних відсотків [13].

Прилади, які працюють за принципом лазерної дифракції, відрізняються один від одного чутливістю і складністю, що впливає на діапазон розміру досліджуваних частинок, простоту отримання даних та загальний характер результатів. Більшість приладів можуть вимірювати піщані, пилюваті і глинисті фракції, що містяться в пробі, а деякі можуть одночасно вимірювати всі ці фракції за один вимір. Однак точність і достовірність даних відрізняються. Даний метод має головну додаткову перевагу — гранулометричний склад дуже маленьких зразків може бути визначений досить швидко, і зразок залишається придатним для подальшого вивчення.

Метод вимагає певних припущень при обчисленні гранулометричного складу. По-перше, розрахунок припускає сферичність форми частинок. Об'єм плоских частинок (наприклад слюди) може бути переоціненим. Тоді як об'єм видовжених чи кутастих частинок може бути недооціненим. По-друге, метод припускає гомогенний склад (і щільність) для всього досліджуваного зразка [9, 20].

Седиментація (осадження). Дані методи базуються на розрахунку розміру частинок за швидкістю їх осадження в рідині. Відповідно до закону Стокса, кінцева швидкість осадження сферичної частинки в рідині є пропорційною квадрату діаметра цієї частинки. Тому крупні частки осідають набагато швидше, ніж дрібні. Темпи осадження частинок розраховують шляхом визначення густини розчину на певній глибині з часом. Ця інформація може бути отримана декількома приладами: піпеточним методом, циліндром Аттерберга, гідрометром, оптичним аналізатором та рентгенівським аналізатором. Необхідність прискорити процедуру, краща придатність до автоматизації аналізу привели до заміщення оптичними та рентгенівськими аналізаторами піпеточного методу. За допомогою приладу Sedigraph 5100 (Micromeritics Instrument Corporation, Norcross, GA, USA) вимірюється швидкість осадження частинок шляхом визначення рентгенівським випромінюванням мутності на різних рівнях стовпчика зразка. Дані розподілу представлені у відсотках по відношенню до маси [13].

Циліндр Аттерберга являє собою модифіковану версію класичного піпеточного методу, де частки вимірюють на фіксованій висоті циліндру, зазвичай біля дна. Особливістю седиментаційних методів є те, що отримана величина характеризує не тільки геометричні параметри частинок, але й враховує їх взаємодію з дисперсійним середовищем через коефіцієнт опору, що важливо для багатьох процесів, пов'язаних з одержанням і переробкою різних матеріалів у порошкоподібному вигляді. Однак процес седиментації здебільшого здійснюється з рівномірно гомогенізованої суспензії, розподіленої по всьому об'єму посудини, що робить початковий момент осадження невизначеним і впливає на точність оцінки крупних фракцій [21].

Метод седиментації частинок зі стартового шару вперше використаний у практичній гранулометрії у ваговому седиментометрі ВР-3. Принцип роботи і конструкція приладу забезпечують безперервний і прямий вимір маси частинок кожного розміру. Розмір частинок визначається за швидкістю їх осадження за законом Стокса [1].

Кондуктометричний метод (лічильник Коултера). Винахід кондуктометричного методу дослідження дисперсних систем (1960–1965 рр., США) зробив революцію у вивченні гранулометрії тонкодисперсного матеріалу.

Перевагою методу була швидкість і висока точність вимірювання. За ім'ям автора прилад одержав назву лічильника Коултера. Визначення розмірів окремих частинок виконується за величиною імпульсів електричного струму. Частинки знаходяться у зваженому стані в розчині електроліту і проходять через невеликий отвір. Два електроди створюють електричний струм у даному отворі. Коли частка проходить через нього, вона заміщує власним об'ємом електроліт, збільшуючи опір у отворі. Створена пульсація прямо пропорційна об'єму частки. Аналіз пульсації дає можливість отримати розподіл зважених частинок за розміром. Даний прилад вимірює гранулометричний склад, а також концентрацію частинок у досліджуваному зразку. Вимірювання на лічильнику охоплюють частки діаметром від 1,8 до 20,7 мкм. Цей інтервал включає дрібноалевритову, крупно- і середньопелітову фракції [1, 13].

«Час переміщення» (ТОТ). Метод базується на виявленні частинок за допомогою лазерного променя, що обертається. Промінь, сфокусований на невелику точку, забезпечує кругове сканування призми з досліджуваним зразком, що обертається. Сигнали взаємодії генеруються: в момент, коли частинка індивідуально потрапляє під промінь, фотодіод фіксує ці сигнали. Гранулометричний склад може бути отриманий відразу після того, як буде виміряна достатня кількість частинок. Так само, як лазерна дифракція, метод ТОТ надає результати у відсотках по відношенню до об'єму. Одним з приладів, які працюють на даному принципі, є CIS-100 (Galai Production Ltd, що зараз має назву Ankersmid B.V., Oosterhout, the Netherlands) [13].

Оптичні методи (аналіз зображення). Розроблені такі методи: статичний аналіз зображення (SIA) та динамічний аналіз зображення (DIA). SIA ґрунтується на програмному забезпеченні для дослідження морфометричних характеристик частинок із фотографій чи інших площин [24]. Засобом програмного забезпечення зображення сканується, далі за допомогою статичної обробки результати апроксимуються на весь зразок. DIA використовує подібне програмне забезпечення, але при цьому є можливість характеризувати частинки під час їх переміщення. Програма Histolab 5.14.1 (Microvision Instruments, Evry, France) працює за методикою SIA, програма EyeTech використовує методику DIA [8, 11, 16].

Також для аналізу частинок розміром менше

2 мкм застосовуються такі прилади, як трансмісійні електронні мікроскопи (TEM) та скануючі електронні мікроскопи (SEM), що надають інформацію про розміри, форму та морфологічні особливості. Проте класичні TEM та SEM методи вимагають дуже складної і трудоємкої процедури підготовки зразків (усунення агломератів глинистих частинок). Нове покоління мікроскопів представлено скануючим аналізуючим мікроскопом (Scanning Probe Microscopy — SPM), що відрізняється простотою процедури підготовки зразка та високою роздільною здатністю (від мікроскопічних величин до розмірностей атома). Визначення гранулометричного складу базується на вимірюванні діаметру та товщини частинок (форма частинок приймається за циліндричну); результати представлені в процентах по відношенню до маси чи кількості частинок. Метод SPM є дуже потужним і практично значущим інструментом при дослідженні розміру частинок порід на нанорівні [10].

Система Lasentec дозволяє здійснювати безперервний моніторинг розміру зважених (у рідині або псевдорозрідженому шарі) частинок у діапазоні 0,5÷2000 мкм із точністю 0,25 мкм, отримуючи розподіл частинок за розмірами кожні 2 с. Відмінною від інших позитивною рисою системи є відсутність вимог до форми частинок — вони можуть бути будь-якої форми, необов'язково сферичної [21].

CAMSIZER є приладом для визначення розмірів частинок, який ґрунтується на принципі цифрового аналізу зображення. Прилад призначений для високоточного вимірювання розмірів частинок у діапазоні від 36 мкм до 16 мм без перемикання між різними діапазонами вимірювання. Він не тільки виконує високоточні аналізи по визначенню розмірів частинок, але й одночасно надає інформацію про форму частинок. Результати можуть бути представлені в тому ж вигляді, що й результати розсіювання і седиментаційного аналізу [22].

ОСОБЛИВОСТІ ЗАСТОСУВАННЯ

Оскільки кожен метод ґрунтується на певному фізичному принципі, «ідеального» методу визначення гранулометричного складу відкладів не існує. Тому оцінка методів суб'єктивна, але об'єктивним критерієм є повторюваність отриманих результатів. Відмінності у фізичних принципах, на яких базується вимірювання, є лише одним обмеженням. Іншими важливими питаннями є такі: фізичні та морфологічні властивості

зерен, вид представлення результатів та власне процедура визначення розміру частинок. Іншими критеріями є тривалість аналізу, діапазон розміру досліджуваних частинок, точність аналізу та ін.

Фізичні та морфологічні властивості частинок зразка. Деякі з методів вимагають детальної інформації про фізичні властивості зерен. Без цієї інформації порівняння методів є досить складним і має невелике значення. Прикладом основних властивостей частинок є щільність і форма зерен. При відомих значеннях щільності частинок стає можливим порівняння масових часток із об'ємними, як пояснювалося раніше. Форма зерен є комплексним параметром, що включає різноманітні властивості — сплощеність, заокругленість (кутастість), видовженість.

При використанні лазерної дифракції для гранулометричного аналізу необхідно задати певні характеристики породи: мінеральний склад, форму частинок, ступінь окатаності зерен, оптичні властивості, діапазон розмірів частинок та ін.

Мінеральний склад відіграє вирішальну роль, оскільки робота приладу базується на принципі лазерної дифракції променя світла. При потрапленні лазерного променя на зразок частина променя розсіюється, а частина поглинається. Важливою характеристикою для досліджень є ступінь поглинання. Під час вимірювання необхідно вказати мінеральний вид зразка, якому відповідають оптичні характеристики: ступінь поглинання, індекси заломлення та дисперсії [6].

Морфологія мінеральних індивідів, що характеризується ступенем ізометричності, виражається в різному співвідношенні їх довжини, ширини і товщини. Ізометричні зерна мають однакові розміри у всіх напрямках — кристали алмазу, магнетиту, гранату, сфалериту і піриту. Ізометричну форму зерен мають кварц, польові шпати, олівін, кальцит та ін. Зерна кварцу можуть мати також сферичну або близьку до неї форму залежно від ступеня окатаності. Мінерали не ізометричної форми мають не однакові розміри в різних напрямках. Прикладом видовжених мінералів є турмалін, берил, скаполіт; галуазит має різко виражену трубчасту форму. Сплющені мінерали представлені таблитчастими, листуватими і дрібнолускуватими різновидами [2]. Зазвичай сплющений вид мають ільменіт, гематит, біотит, хлорит; сплющено-видовжену

форму зерен — воластоніт, сподумен, антимоніт. Зерна серициту мають лускувату та пластинчасту форми, різкі обриси частинок, гострі краї лусочок; слюди, гідрослюди часто представлені тонкими ізометричними лусочками чи видовженими пластинками; монтморилонітові глини здебільшого утворюють хмароподібну масу з нечіткими обрисами дрібних частинок; каолініт представлений переважно напівпрозорими і непрозорими кристалами гексагональної форми чи їх уламками [23, 24]. Однак це тільки загальна схема, що вимагає деталізації. Коли ми намагаємося простежити поширення окремих мінеральних видів у різних типах осадків і порід, виявляється, що розподіл мінералів за фракціями різного розміру являє собою складне явище і залежить від багатьох факторів [25].

Зазначені характеристики можна представити як функцію розміру зерна при перетворенні результатів оптичних досліджень до об'ємних одиниць. Іншою складністю є те, що більшість оптичних методів працюють на дослідженнях двовимірного простору, тоді як очислення об'ємних одиниць вимагає тривимірних даних. Тому ці питання потребують подальших детальних досліджень.

Вигляд представлення результатів. Деякі методи надають результати у вигляді неперервних рядів даних, тоді як інші — у вигляді дискретних даних. Наприклад, при дослідженнях на приладах Malvern Mastersizer 2000 та Fritsch Analysette 22 гранулометричний склад визначається з дифракційної картини, створеної великим числом частинок, що проходять через комірку. При застосуванні оптичних методів, або кондуктометричного методу (лічильник Коултера), де визначення розміру частинок виконується окремо для кожного зерна, гранулометричний склад отримується шляхом подальшої обробки інформації. Ці методи надають менш достовірну інформацію про крупні фракції, оскільки крупні частинки мають значно більший об'єм, ніж дрібні. Тому присутність лише незначної частини крупних зерен у зразку призводить до значних викривлень графіку гранулометричного складу, спостерігається стрибкоподібна зміна розподілу фракцій. При дослідженнях на приладі Malvern Mastersizer розподіл частинок може бути поданий у вигляді графіку відповідно до об'єму, площі поверхні частинок, довжини чи кількості частинок. Важливо враховувати, що вимірювання Mastersizer базується на визначенні саме об'єму частинок, далі йде лише

математичне перетворення отриманих даних. Тому розподіл частинок за іншими параметрами може містити певну похибку. Важливо зазначити, що дані, представлені відповідно до об'єму, максимально відповідають реальному розподілу частинок за фракціями, використання інших параметрів доцільно в інших випадках [6]. Результати досліджень можуть бути представлені у вигляді кумулятивної кривої розподілу частинок за розміром, гістограм, середнього діаметра частинок зразка, таблиць і діаграм розподілу частинок по фракціях, а також аналізу асиметрії та ексцесу отриманого масиву даних [13, 15, 16, 21].

Визначення розміру частинок. Методи, робота яких базується на різних фізичних принципах, визначають розмір частинок у різний спосіб. Лазерна дифракція і TOT (time-of-transition) надають результати у відповідності до об'ємного діаметра частинок. Методи седиментації (осадження) надають результати, виходячи із еквівалентного седиментаційного діаметра (тобто діаметра сфери, що осідає із швидкістю досліджуваної частинки).

Важливим питанням у гранулометричному аналізі є *повторюваність отриманих результатів*. Лазерна дифракція дає найкращі результати за даним критерієм. Застосовуючи методи осадження (Аттерберга та Sedigraph) можна також розраховувати на високі показники повторюваності результатів, проте більш складна процедура вимірювання призводить до виникнення певних похибок. Більше того, з практичної точки зору циліндр Аттерберга дозволяє визначити лише обмежену кількість фракцій; більш детальну інформацію можна отримати за допомогою інтерполяції. Але процедура аналізу Sedigraph повністю автоматизована, що дозволяє уникнути похибок. Проте дослідження показують [21] більш високі значення повторюваності для методу Аттерберга, ніж для Sedigraph. Інші методи (Histolab, EyeTech, Coulter Multisizer 3 та CIS-100) аналізують незначну кількість частинок. Гранулометричний склад порід оцінюється шляхом узагальнення одержаних даних. Дані методи дають найнижчу повторюваність отриманих результатів.

Час вимірювання. Хоча дана характеристика є менш важливою за попередню, проте вона має практичну цінність у разі необхідності дослідження великої кількості зразків. Прилади, що працюють на принципі лазерної дифракції, мають найвищі показники — вимірювання

займає кілька секунд. Прилади CIS-100 (TOT), Coulter Multisizer 3 (зона електричних сенсорів) та Histolab (SIA) також працюють досить швидко, проте останні два вимагають складної обробки даних, що значно збільшує час отримання результатів. Вимірювання приладами Sedigraph та EyeTech (DIA) вимагає лише кількох хвилин і не потребує складної обробки даних. Найповільнішим є метод Аттерберга, повна процедура вимагає понад 2 год. [17, 24].

Діапазон дослідження. Діапазон дослідження є досить різноманітним для представлених методів — менше 1 мкм, проте верхня межа варіює від 65 мкм (циліндр Аттерберга) до 6400 мкм (EyeTech). Найбільший діапазон дослідження надають оптичні методи (від < 1 мкм до > 3600 мкм), далі методи лазерної дифракції (від < 1 мкм до > 3000 мкм), Coulter Multisizer 3 (від < 1 мкм до > 1 200 мкм) та методи осадження (від < 1 мкм до > 300 мкм). Нижня межа діапазону для оптичних методів коливається залежно від потужності мікроскопа.

Роздільна здатність даних (кількість виділених фракцій) досить значно варіює відповідно до обраного методу. Декілька приладів дозволяють оператору довільно обирати фракції, проте значення отримуються шляхом інтерполяції стандартно закладених фракцій даного приладу. Найвищі значення стандартної кількості фракції представляє TOT (близько 600), далі зона електричних сенсорів ESZ (256), Sedigraph (220), методи лазерної дифракції (від 63 до 92 фракцій) та метод Аттерберга (шість фракцій, більше при дослідженні тонкодисперсного матеріалу).

Велике практичне значення має *простота використання методу*. Вона включає таке: складність процедури вимірювання (чим простіша процедура, тим менша вірогідність виникнення похибок); складність розрахункових операцій; величину наважки зразка, необхідної для аналізу (від декількох міліграмів до кількох грамів) [12–14].

ЗІСТАВЛЕННЯ ОТРИМАНИХ РЕЗУЛЬТАТІВ

Важливим є питання зіставлення результатів дослідження гранулометричного складу осадових порід, отриманих різними методами, оскільки даний параметр є класифікаційним у багатьох напрямках досліджень. Протягом останніх десятиліть через відмінності в отриманих результатах було проведено багато порівняльних аналізів. Дослідження включають піпеточний,

гідрометричний методи, лазерну дифракцію, лічильник Коултера, Sedigraph, оптичні методи, гідрофотометр та ситовий аналіз. Коректне порівняння методів вимагає, щоб результати, які вони надають, були представлені в аналогічному вигляді (їх можна було виразити через один і той же фізичний параметр). Наприклад, пряме порівняння даних седиментографа Malvern Mastersizer (базується на лазерній дифракції) та даних Sedigraph (ґрунтується на затуханні рентгенівських променів у трубці осадження) певною мірою невірне, оскільки одні дані представлені у вигляді розподілу частинок за об'ємом, тоді як інші — за масовою часткою. Оскільки щільність частинок може варіювати як функція від розміру частки в межах зразка, порівняння даних методів може бути помилковим. Так само оптичні методи не можуть прямо порівнюватися з седиментографом Malvern Mastersizer чи Sedigraph. Багато досліджень відкидають необхідність перерахунку результатів для їх подальшого порівняння. Результати, отримані цими дослідженнями, не містять в собі об'єктивного порівняння методів, проте діаграми та рівняння (що є обґрунтованими регресивним аналізом), що вони надають, можуть бути використані для перерахунку числових результатів одного методу в інший.

Були проведені дослідження по зіставленню результатів аналізу гранулометричного складу порід шляхом порівняння з усередненим значенням в межах фізичного принципу. Прилади, що працюють на основі лазерної дифракції (Horiba, Malvern Mastersizer S, Coulter LS 200, Fritsch Analysette 22 моделі NanoTec та MikroTec) та хвильового опору (Coulter Multisizer 3) показують найменше відхилення від еталона. Більше відхилення спостерігається для методів седиментації (Sedigraph, Atterberg cylinder), найвищі відхилення дають оптичні методи EyeTech та CIS-100, особливо Histolab.

Описані методи також показують значні відмінності вмісту глинистих частинок. Оптичні методи дають мінімальні значення вмісту глинистої фракції, тоді як інші методи показують набагато більші значення. Обмежена роздільна здатність зображення (не враховуючи SEM, TEM та SPM, що розроблені спеціально для аналізу глинистих порід) є невід'ємною перешкодою реєстрації тонких частинок. Прилади лазерної дифракції показують вищий вміст глинистих частинок, ніж метод Аттерберга, але менший, ніж Sedigraph; вони також представляють вищі

значення вмісту піщаної фракції [13].

Порівняння результатів аналізу гранулометричного складу порід приладами лазерної дифракції зацікавило багатьох дослідників. Виконаний аналіз глинистих порід (0,35–20 мкм) показав зовсім незначні величини відхилення результатів (Analysette 22, Mastersizer, Coulter Multisizer 3, Helos Sympatek) [9].

Проте даний метод представляє значні відхилення при зіставленні із прямим аналізом розмірностей частинок зразка (із оптичними методами). Це пов'язано із припущеннями, на яких ґрунтується метод. Прилади лазерної дифракції мають значний діапазон дослідження 0,01–3000 мкм, проте при такій значній амплітуді крупні частки затіняють дрібні, перешкоджаючи їх реєстрації. Таким чином виникає певна похибка вимірювання, із перевищенням вмісту крупних фракцій [6]. При дослідженні різнозернистих зразків доцільно попередньо розділити їх на частини із вузьким діапазоном розміру частинок, що значно підвищить точність отриманих результатів.

Для порівняння приладів, що працюють за принципом лазерної дифракції — Fritsch Analysette 22 модель MikroTec та Malvern Mastersizer 2000 було проведено дослідження трьох зразків порід пермського віку: №1 — гл. 1195–1203 м; №2 — гл. 1275–1283 м; №3 — гл. 1485–1493 м (св. Пн.-Волвенківська 54, Дніпровсько-Донецька Запада). Для більшої точності і достовірності результатів аналізу передувало дослідження мінерального складу та морфометрії зерен. Для визначення необхідних параметрів досліджуваних зразків був використаний скануючий електронний мікроскоп JEOL-6490 LV із енергодисперсійною приставкою INCA Energy - 450. Мікроскопічні знімки досліджуваних зразків та криві розподілу частинок за розміром представлені на рис.

Результати аналізу гранулометричного складу мають похибку 2–5%, що не впливає на класифікацію досліджуваних зразків.

Подібний порівняльний аналіз даних приладів був проведений при дослідженні флювіальних, озерних, еолових та лесових порід. Величина відхилення кривої розподілу ставить 0,1% [22].

Порівняння методів лазерної дифракції, лічильника Коултера (методу хвильового опору) та оптичних методів (DIA) було виконано [19] на спеціально підготовлених зразках. Кожен зразок складений часточками сферичної, ку-

бічної та неправильної форми, відповідно. В результаті для частинок сферичної та близької до сферичної форми, відхилення значень, отриманих трьома методами, майже відсутнє. При дослідженні частинок неправильної форми, із високими значеннями співвідношення геометричних розмірів результати методу лазерної дифракції дали надмірні величини вмісту крупних фракцій. Лічильник Коултера та DIA представляють достовірні дані при аналізі частинок неправильної форми.

При порівнянні методів LD із піпеточним та ситовим методами результати мали певну відмінність, оскільки лазерна дифракція припускає сферичну форму частинок та однорідність густини частинок. Проте врахування особливостей приладів та фізичних властивостей досліджуваних зразків дозволяє зіставляти і використовувати дані, отримані даними методами [18].

ВИСНОВКИ

Кожен із представлених методів визначення гранулометричного складу осадових порід має певні переваги і недоліки. Вибір оптимального методу залежить від багатьох факторів, проте основними є тип відкладів та специфіка задачі досліджень.

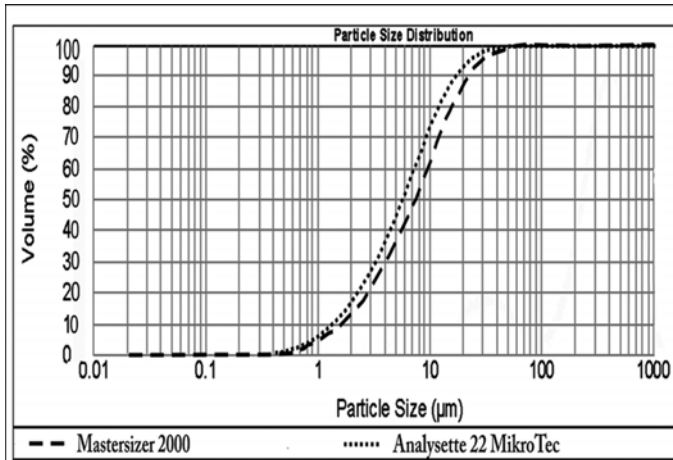
- Прилади лазерної дифракції мають значні переваги: процедура досить проста, висока швидкість аналізу, обробка даних мінімальна та ін. Але при цьому на точність результатів значно впливає форма та діапазон розміру частинок досліджуваного зразка. Доцільно використовувати даний метод для детального вивчення попередньо виділених окремих фракцій, у вузькому діапазоні розміру частинок результати більш точні і надійні.

- Методи седиментації частинок, оптичні методи (SPM) та хвильового опору надають більш достовірні результати при аналізі глинистих порід (до 300 мкм) або окремо взятої глинистої складової досліджуваних зразків.

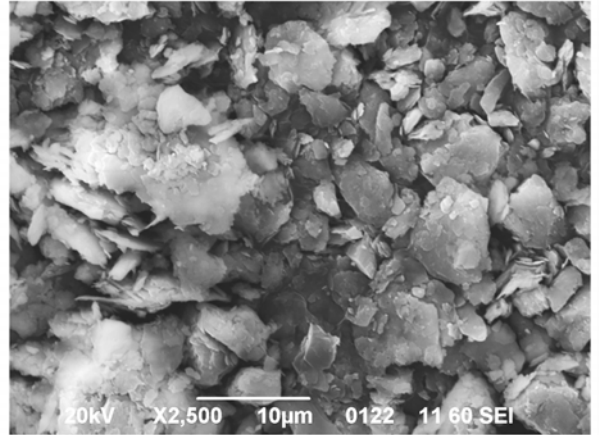
- Метод Sedigraph також досить простий, проте вимагає більше часу для аналізу.

- Метод Аттерберга працює досить повільно та надає результати з обмеженою кількістю фракцій. У разі необхідності більш детальну інформацію можна отримати за допомогою інтерполяції, але це вводить додаткову похибку.

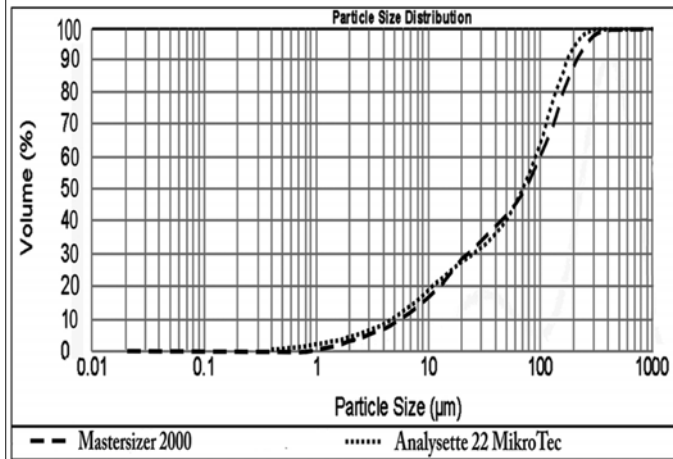
- Оптичні методи незамінні при необхідності детального вивчення гранулометричного складу, морфологічних та морфометричних



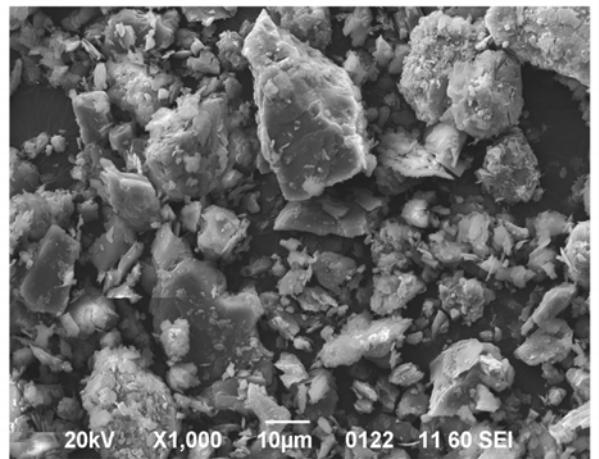
а



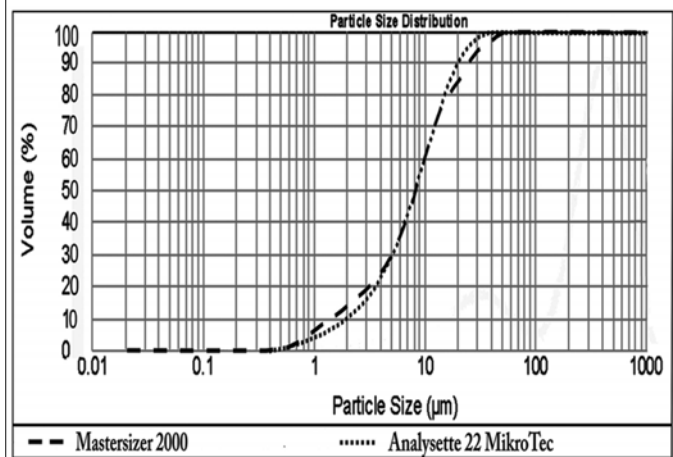
б



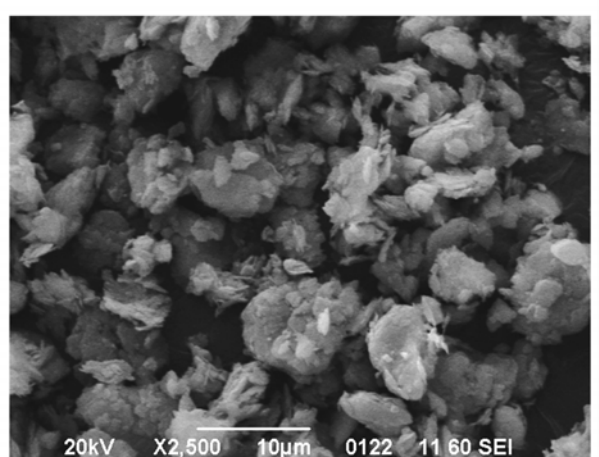
в



г



д



е

Криві розподілу частинок за розміром: а — зр. №1; в — зр. №2; д — зр. №3; зображення скануючого електронного мікроскопа JEOL-6490 LV: б — зр. №1 (аргіліт), г — зр. №2 (алевроліт піщанистий), е — зр. №3 (аргіліт)

особливостей досліджуваних порід. Діапазон дослідження залежить від можливостей мікроскопа: від нанорозмірностей (Scanning Probe Microscope) до розмірностей гравію і гальки — 6400 мкм (EyeTech). Проте, більш достовірні результати отримані при вивченні добре відсортованих порід або дослідженні окремих фракцій.

- Прилади EyeTech та CIS-100 працюють швидко, проте дослідження показують нижчі значення повторюваності результатів порівняно з іншими методами.

- Histolab вимагає значних затрат часу у зв'язку із складною процедурою обробки даних. Результати дослідження даним методом також значно відрізняються від інших результатів.

- Відхилення в отриманих оптичними методами значеннях викликані тим, що вони працюють на дослідженнях двовимірного простору, тоді як обчислення об'ємних одиниць вимагає тривимірних даних.

Зіставлення результатів дослідження гранулометричного складу осадових порід, отриманих різними методами, вимагає щоб вони були представлені в аналогічному вигляді, так щоб їх можна було виразити через один і той же фізичний параметр. В даний час найбільш широко застосовується представлення розподілу частинок за розміром у відповідності до їх об'єму. На основі даної методики можливо порівнювати методи між собою, порівнювати і корелювати отримані різними методами результати; компонувати результати аналізу гранулометричного складу окремих фракцій одного зразка, одержані різними методами.

1. *Алексеев Е.В.* Совершенствование прибора и метода анализа гранулометрического состава порошков на основе слоевой седиментации частиц: Автореф. Дис. ...канд. техн. наук. — Томск, 2006. — 33 с.
2. *Лазаренко Є.К.* Курс мінералогії. — К., 1970. — 600 с.
3. *Ломтадзе В.Д.* Инженерная геология. Инженерная петрология. 2-е изд., перераб. и доп. — Л.: Недра, 1984. — 511с.
4. *Ломтадзе В.Д.* Физико-механические свойства горных пород // Методы лабораторных исследований. — Л.: Недра, 1990. — 486 с
5. *Пустовалов Л.В.* Петрография осадочных пород // Осаждение составляющих частиц осадков. — М.; Л.: Госнаучтехиздат, 1940. — Ч. I. — 528 с.
6. *Стадніченко С.М., Подоба В.О.* Методика використання седиментографа Mastersizer 2000 для гранулометричного аналізу й питання інтерпретації отриманих результатів // Сучасні проблеми літології та мінералогії осадових басейнів України та суміжних територій: Зб. Наук. Пр. ІГН НАН України: — К., 2008. — С. 269–277.
7. *Страхов Н.М.* Методы изучения осадочных пород. — М., 1957. — 357 с.
8. *Al-Thyabat S., Miles N.J.* An improved estimation of size distribution from particle profile measurements // Powder Technology. — 2006. — Vol. 166. — P. 152–160.
9. *Bikker A., Konert M.* Determining the particle size distribution of BCR samples with selected laser diffraction spectrometers // Internal report of the Free University of Amsterdam: Institute of Earth Sciences, Sediment Analysis Laboratory, P. 23–34.
10. *Carlos M.P. Vaz Paulo S.P. Herrmann, Si.Ivio Crestana.* Thickness and size distribution of clay-sized soil particles measured through atomic force microscopy // Powder Technology. — 2002. — Vol. 126. — P. 51–58.
11. *Daniel Combe.* Estimation of grain-size distributions and associated parameters from digital images of sediment // Sedimentary Geology. — 2008. — Vol. 210. — P. 1–10.
12. *Daniel Hartmann.* From reality to model: Operationalism and the value chain of particle-size analysis of natural sediments // Sedimentary Geology. — 2007. — Vol. 202. — P. 383–401.
13. *Dirk Goossens.* Techniques to measure grain-size distributions of loamy sediments: a comparative study of ten instruments for wet analysis // Sedimentology. — 2008. — Vol. 55. — P. 65–96.
14. *Donghuai Sun, J. Bloemendal, D.K. Rea et al.* Grain-size distribution function of polymodal sediments in hydraulic and aeolian environments, and numerical partitioning of the sedimentary components // Sedimentary Geology. — 2002. — Vol. 152. — P. 263–277.
15. *Friedman G.M.* Differences in size distributions of populations of particles among sands of various origins // Sedimentology. — 1979. — Vol. 26. — P. 3–32.
16. *Joanne M.R. Fernlund, Robert W. Zimmerman, Danica Kragic.* Influence of volume/mass on grain-size curves and conversion of image-analysis size to sieve size // Engineering Geology. — 2007. — Vol. 90. — P. 124–137.
17. *Kenneth Pye, Simon J. Blott.* Particle size analysis of sediments, soils and related particulate materials for forensic purposes using laser granulometry // Forensic Science International. — 2004. — Vol. 144. — P. 19–27.
18. *Linda Pieri, Marco Bittelli, Paola Rossi Pisa.* Laser diffraction, transmission electron microscopy and image analysis to evaluate a bimodal Gaussian model for particle size distribution in soils // Geoderma. — 2006. — Vol. 135. — P. 118–132.
19. *Martin Konert, Jef Vanderberghe.* Comparison of laser grain analysis with pipette and sieve analysis: a solution for the underestimation of the clay fraction // Sedimentology. — 1997. — Vol. 44. — P. 523–535.
20. *Priol L., Baudel P., Louste C., Romat H.* Theoretical and experimental study (linear stability and Malvern granulometry) on electrified jets of diesel oil in atomization regime // J. of Electrostatics. — 2006. — Vol. 64. — P. 591–596.
21. *Renliang Xu, Olga Andreina Di Guida.* Comparison of sizing small particles using different technologies // Powder Technology. — Vol. 132. — 2003. — P. 145–153.
22. *Ritsuko Sugita, Yoshiteru Marumo.* Screening of soil evidence by a combination of simple techniques:

- validity of particle size distribution // *Forensic Science International*. — 2001. — Vol. 122. — P. 155–158.
23. *Simon J. Blott, Kenneth Pye*. Particle shape: a review and new methods of characterization and classification // *Sedimentology*. — 2008. — Vol. 55. — P. 31–63.
24. *Tinke A.P., Carnicer A., Govoreanu R et al.* Particle shape and orientation in laser diffraction and static image analysis size distribution analysis of micrometer sized rectangular particles // *Powder Technology*. — 2008. — Vol. 186. — P. 154–167.
25. *Xiaogang Sun, Hong Tang, Guibin Yuan*. Anomalous diffraction approximation method for retrieval of spherical and spheroidal particle size distributions in total light scattering // *J. Quantitative Spectroscopy & Radiative Transfer*. — 2008. — Vol. 109. — P. 89–106.

Інститут геологічних наук НАН України, Київ
E-mail: stadnik_sm@ukr.net

Рецензент — канд. г.-м. наук С.Б. Шехунова