

两种激光粒度仪测量湖泊沉积物粒度结果的对比*

王君波¹, 鞠建廷^{2,3}, 朱立平¹

(1: 中国科学院青藏高原研究所, 北京 100085)

(2: 中国科学院地理科学与资源研究所, 北京 100101)

(3: 中国科学院研究生院, 北京 100049)

摘要: 湖泊沉积物粒度参数是湖泊沉积与环境演变研究中常用的环境指标, 近年来激光粒度仪的发展和广泛使用更是促进了粒度指标的应用并在很大程度上提高了精度和效率。然而不同的激光粒度仪对于同一样品的测量会得到不同的结果, 本文利用两种常见的激光粒度仪测量了西藏纳木错的两支岩芯, 并对结果进行了对比分析。从仪器的重现性来看, Mastersizer2000 型激光粒度仪要优于 LS13320 型激光粒度仪, 而 LS13320 型激光粒度仪在对含量较少的细颗粒和粗颗粒的检测效果上优于 Mastersizer2000 型激光粒度仪; 两种仪器得到的粒度参数 $d(0.1)$ 和 $d(0.5)$ 无论在变化趋势还是绝对数值上都较为相似, 而 $d(0.9)$ 的差异则较大。对比研究结果为利用湖泊沉积物粒度参数提取古环境信息研究提供了基础依据。

关键词: 湖泊沉积物; 粒度参数; 激光粒度仪; Mastersizer2000; LS13320

Comparison of lake sediment grain size results measured by two laser diffraction particle size analyzers

WANG Junbo¹, JU Jianting^{2,3} & ZHU Liping¹

(1: *Institute of Tibetan Plateau Research, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100085, P. R. China*)

(2: *Institute of Geographical Sciences and Natural Resources Research, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100101, P. R. China*)

(3: *Graduate School of the Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, P. R. China*)

Abstract: Grain size parameters of lake sediments are common environmental proxies in lake sediment and environmental change study. With the development and widely use of laser diffraction particle size analyzer in recent years, the application of grain size proxies was advanced while the precision and efficiency of grain size measurement were also improved. However, the results of one sample may be having some difference by using different types of laser diffraction particle size analyzers. Here we report a case study of two lake sediment cores from Nam Co in Tibet using two familiar laser diffraction particle size analyzers. Seen from the repeatedly measurement results of the same sample, Mastersizer2000 manufactured by Malvern Instruments is better than LS13320 by Beckman Coulter, while LS13320 is better than Mastersizer2000 in the detective effect of relatively fine and coarse particles with rather few content. The grain size parameters $d(0.1)$ and $d(0.5)$ obtained by two instruments are rather similar in the variation trend as well as the absolute values, whereas the $d(0.9)$ has rather big difference. The comparative results of this study can provide base on extracting paleoenvironmental information by using grain size parameters of lake sediments.

Keywords: Lake sediments; grain-size parameters; laser diffraction particle size analyzer; Mastersizer2000; LS13320

* 国家自然科学基金项目(40331006,40571172)、国家重点基础研究发展规划项目(2005CB422002)和中国科学院知识创新工程方向性项目(KZCX3-SW-339)联合资助。2006-07-26 收稿;2006-11-18 收修改稿。王君波,男,1977年生,博士;E-mail: wangjb@itpcas.ac.cn.

在湖泊沉积与环境演变研究中,湖泊沉积物粒度分布作为一种重要的环境代用指标得到了研究者的广泛应用,粒度分布能直接反映湖泊水动力条件,进而能反演湖泊湖面变化以及湖区环境状况的演化^[1-12]。

粒度测量有多种方法,如直接测量法、筛分法、沉降法、显微镜法、电场感应法等^[13-15],而近年来随着仪器制造技术的发展,利用激光衍射原理制造的激光粒度分析仪得到了广泛的应用,相比于传统的粒度测量方法,激光粒度仪有很多优点,如测量的动态范围宽,适应性广,测量迅速,测量的重现性好,测量的精度比较高等,激光粒度仪的使用大大提高了粒度测量的工效;但是激光粒度仪仍然有其固有的缺点,如对于超过其测量范围之外的粒子的信息无法检测到,从而与传统的测量方法相比会产生低估样品中粘土百分含量的结果^[16-19]。然而从实际应用来看,激光粒度仪已经成为研究者进行粒度测量的首要选择,因此不同类型激光粒度仪测量结果之间对比研究的重要性已经超过其与传统方法测量结果之间的对比研究。

目前市场上激光粒度仪的品牌较多,国内实验室应用较为广泛的是英国 Malvern 公司生产的 Mastersizer2000 型激光粒度仪。从理论上来看,所有激光粒度仪都是以激光衍射原理为基础制造,即当光束照射到颗粒样品后发生散射,而颗粒的大小与散射角具有一定的关系,将检测器上得到的散射角信息进行分析处理,从而得到颗粒大小的分布信息。然而即使各种仪器具有相同的原理,由于制造工艺以及仪器参数等方面的差别,不同仪器对于同一样品的测量结果仍会有一定的差异。国外学者对于不同类型仪器测量结果之间的差异已有部分研究^[20,21],但此类研究在国内还未见报道。本文选择西藏纳木错的湖泊沉积物为研究对象,利用两种不同的激光粒度仪进行粒度测量,对比其结果并试图分析其可能的原因,为利用湖泊沉积物粒度分布信息进行古环境重建研究提供依据。

1 仪器与方法

本次试验所用仪器一个为英国 Malvern 公司生产的 Mastersizer2000 型激光粒度仪,进样器为 Hydro 2000 MU 型;另一个为美国 Beckman Coulter 公司生产的 LS 13320 型激光粒度仪,带有 ALM(Aqueous Liquid Module)进样器。两个仪器的测量范围分别为 0.02 - 2000 μm 和 0.375 - 2000 μm ,湖泊沉积物粒径分布范围一般为 1 - 1000 μm ^[22],因此上述两仪器的测量范围都能满足试验需要。

选择采自西藏纳木错的两个湖芯沉积物为研究对象,编号分别为 NMCS11 和 NMCS13,其中 NMCS11 采样点水深为 64 m,岩芯全长约 82 cm,顶部 30 cm 间隔 0.5 cm 分样,底部 52 cm 间隔 1 cm 分样,最后共获样品 109 个;NMCS13 采样点水深为 32 m,岩芯全长 134 cm,在顶部间隔 1 cm 分样,此次试验共使用上层样品 37 个。两个柱状岩芯都采于 2005 年 9 月,并在野外进行现场分样。

大量的试验研究都显示了前处理对沉积物粒度测量的重要性^[23-26],对于湖泊沉积物一般采取去除有机质和碳酸盐、加入分散剂、利用振荡器或者超声波分散等传统的前处理方法^[22],本试验按照以上方法对所有样品进行严格的前处理。

2006 年 1 月在德国耶拿大学地理系实验室使用 LS 13320 型激光粒度仪对以上样品进行了分析,根据其实验室操作规范和具体条件,前处理方法如下:在样品袋中取湿样约 0.8 g 加入烧杯,先加入 10 ml 10% 的 HCl;然后加入 10 ml 10% 的 H_2O_2 ;在电热板上加热直到反应完成,再加入 10 ml 约 0.1 mol/L 的 $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 溶液作为分散剂;振荡约 20 mins 后上机测量。

2006 年 4 月在中国科学院地理科学与资源研究所利用 Mastersizer2000 型激光粒度仪对以上样品进行分析,操作步骤如下:在样品袋中取干样约 0.2 g 放入烧杯,先加入 10 ml 10% 的 H_2O_2 ,在电热板上加热直到反应完成;然后加入 10 ml 10% 的 HCl,后加满水静置一夜;第二天抽去上层清水后加入 10 ml 约 0.1 mol/L 的 $(\text{NaPO}_3)_6$ 溶液作为分散剂,摇匀后上机测量。

2 结果与分析

2.1 从重复性测量结果看两种仪器的差异

在粒度的累积分布曲线上,不同位置处的粒径代表不同的意义,其中常用的有 $d(0.1)$ 、 $d(0.5)$ 和 $d(0.9)$ 等,分别代表累积百分含量为 10%、50% 和 90% 处的粒径值,其中 $d(0.5)$ 就是常用的中值粒径,它代表了样品的平均大小状况;而 $d(0.1)$ 和 $d(0.9)$ 则可以分别反映细颗粒以及粗颗粒的含量及分布状况。在

粒度频率分布曲线形状相差不大的情况下选择以上三个粒度参数进行对比能基本反映整体状况。

在所有测量的 146 个样品中,两种仪器所得到的结果显示其粒度频率分布曲线都是形状较为相似的准正态分布曲线。Mastersizer2000 型激光粒度仪重复测量结果的误差很小,一般都小于 3%^[22];而 LS 13320 型激光粒度仪则有较大差距,仪器操作软件默认值为每个样品测量三次,并分别给出三次测量的结果,随机选择部分样品的三次测量结果并选取部分粒度指标进行比较(表 1),可以发现对于每个样品,三次测量结果都有差异。

表 1 部分样品在 LS13320 型仪器上的重复测量结果

Tab. 1 Repeated measurement results of some samples by LS13320

样品名称	测量次数	$d(0.1)$	$d(0.5)$	$d(0.9)$
NMCS11 - 1	第 1 次	6.219	21.17	129.1
	第 2 次	5.782	19.49	86.84
	第 3 次	5.355	18.30	63.80
NMCS11 - 20	第 1 次	5.734	21.80	148.8
	第 2 次	5.352	20.13	107.9
	第 3 次	5.173	19.43	91.18
NMCS11 - 40	第 1 次	6.981	24.16	108.9
	第 2 次	6.608	22.34	80.59
	第 3 次	6.350	21.20	64.19
NMCS11 - 60	第 1 次	7.296	23.14	104.1
	第 2 次	6.826	21.48	62.33
	第 3 次	6.637	20.90	57.39
NMCS11 - 80	第 1 次	10.03	35.60	121.8
	第 2 次	9.497	32.53	109.1
	第 3 次	9.172	30.85	99.50
NMCS11 - 100	第 1 次	7.675	24.46	111.1
	第 2 次	7.199	22.99	97.21
	第 3 次	6.921	22.12	84.60
NMCS11 - 109	第 1 次	5.106	20.20	109.5
	第 2 次	4.758	19.03	93.58
	第 3 次	4.554	18.37	82.90
NMCS13 - 1	第 1 次	4.216	15.82	58.45
	第 2 次	3.755	14.40	48.38
	第 3 次	3.492	13.60	41.53
NMCS13 - 20	第 1 次	5.150	17.96	69.95
	第 2 次	4.847	17.13	69.62
	第 3 次	4.679	16.68	68.12
NMCS13 - 37	第 1 次	6.444	21.25	80.25
	第 2 次	5.934	19.60	50.58
	第 3 次	5.698	18.89	46.92

从表 1 来自两个岩芯中的十个样品的三次测量结果可以看出,其共同的变化规律都是每一次测量得到的结果都比前一次更小,其中 $d(0.1)$ 减小的幅度最小, $d(0.5)$ 次之,而 $d(0.9)$ 的绝对变化幅度则非常大。从频率分布曲线上来看(图略),三次测量结果相差非常小,只是粗颗粒处含量稍微降低或者频率分布曲线

整体稍向细颗粒方向移动. 从测量过程来看,造成这一现象出现的原因可能是由于每次测量的时间都是 1 min,而在此期间进样器中的样品溶液一直处于均匀搅拌中,从而在一定程度上加强了样品的分散程度,这也说明了前处理过程对于样品的分散程度还不够,在测量过程中的搅拌能使样品继续分散. 从结果上看可以认为第三次测量即数值最小的结果更为接近样品的真实分布状况,因而以下的对比中所使用的数据都是第三次测量结果的数据.

从重复性测量结果来看, Mastersizer2000 型激光粒度仪要远远好于 LS 13320 型激光粒度仪,但其主要原因也许仅仅在于对于样品前处理效果的差异以及测量时间的不同,因为 Mastersizer2000 每个样品只测量 8 s,且只测量一次;而 LS 13320 则每个样品测量三次,每次都是 1 min.

2.2 从变化趋势上看测量结果的差异

同样选择 $d(0.1)$ 、 $d(0.5)$ 和 $d(0.9)$ 这三个常用的粒度参数作为对比的指标,对 NMCS11 和 NMCS13 岩芯所有样品随深度的变化情况进行了对比(图 1,图 2). 其中 MS2000 $d(0.1)$ 代表利用 Mastersizer2000 型激光粒度仪测量得到的累积百分含量 10% 处的粒径值(μm),其他序列所表示的意义相同.

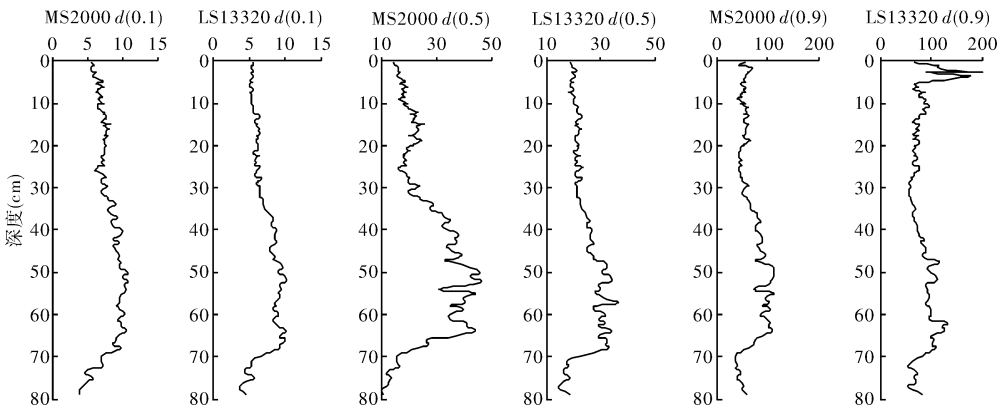


图 1 NMCS11 岩芯测量结果的对比

Fig. 1 Measurement results of NMCS11

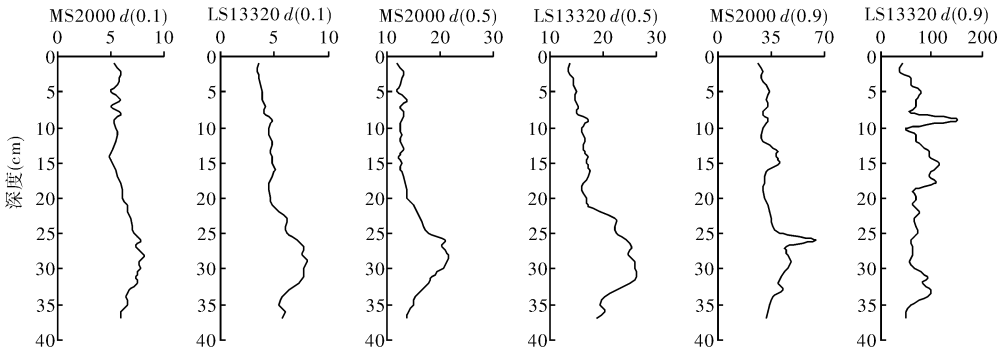


图 2 NMCS13 岩芯测量结果的对比

Fig. 2 Measurement results of NMCS13

从图 1 可以看出,两种仪器测量所得到的结果序列中,不同的参数其相似性差距较大. 从变化趋势上看, $d(0.1)$ 和 $d(0.5)$ 两个参数十分相似,两种仪器得出的测量结果都能反映出整个序列的变化趋势,且从参数的绝对值来看也相差不大,只是有个别样品不能很好的对应;而参数 $d(0.9)$ 的相似性则稍差一些,特别是在顶部的部分样品. 从图 2 中也基本上可以看出以上的变化特点,只是 $d(0.1)$ 和 $d(0.5)$ 序列的相似性不如图 1 中所示,而参数 $d(0.9)$ 的差距更大.

对三个序列组分别进行相关性分析,发现对于 NMCS11 岩芯, $d(0.1)$ 序列的相关性最好,相关系数为 0.91,而 $d(0.5)$ 和 $d(0.9)$ 序列的相关性依次降低,相关系数分别为 0.87 和 0.38;而对于 NMCS13 岩芯,相关性最好的是 $d(0.5)$,相关系数达到了 0.92, $d(0.1)$ 和 $d(0.9)$ 分别为 0.86 和 0.06. 除去样本量对相关系数的影响,可以认为两个岩芯的 $d(0.1)$ 和 $d(0.5)$ 参数都具有较好的相关性,反映了两种仪器所得结果的一致性.

从所选粒度参数的变化趋势上来看,两个岩芯的结果都显示,对于较粗的颗粒两种仪器得到的结果相差较大,而对于整个样品的中值粒径或者细颗粒的分布状况,两种仪器获得的结果非常相似.

2.3 从绝对数值上看测量结果的差异

从图 1 和图 2 可以看出,两种仪器得到的结果不仅在变化趋势上相差不大,而且从粒径的绝对数值上也非常接近,特别是 $d(0.1)$ 和 $d(0.5)$ 这两个参数,分别对所选三个粒度参数进行了部分常规统计参数的计算,包括整个序列的平均值、以及最大值和最小值(表 2),以此比较两种仪器得到的结果间的差异.

表 2 两种仪器测量结果的部分统计参数

Tab. 2 Some statistical parameters of the measurement results under two different instruments

统计参数	仪器	NMCS11			NMCS13		
		$d(0.1)$	$d(0.5)$	$d(0.9)$	$d(0.1)$	$d(0.5)$	$d(0.9)$
平均值	MS2000	7.7	24.4	63.6	6.3	15.0	36.3
	LS13320	6.8	23.0	83.0	5.4	18.9	73.3
最大值	MS2000	10.8	46.2	114.4	8.2	21.6	64.6
	LS13320	10.3	36.9	200.6	8.0	26.3	152.8
最小值	MS2000	3.8	10.3	34.6	4.9	11.9	27.4
	LS13320	3.7	14.3	50.3	3.4	13.3	34.3

从表 2 可以看出,两个岩芯的 $d(0.1)$ 都显示 LS13320 得到的结果不论是平均值还是最大值和最小值都比 MS2000 得到的结果要小,虽然这种差异非常微弱;而 $d(0.9)$ 则相反,即 LS13320 得到的结果比 MS2000 得到的结果要大,而且差距较为明显. $d(0.5)$ 在两个岩芯中有不同的表现,没有显示出一致性的特点.

表 2 的数据说明,对于同一样品在不考虑样品本身差异(如取样时的代表性等)的前提下,LS13320 得到的结果 $d(0.1)$ 更偏向于细颗粒方向,即在样品的累积分布曲线从细向粗的方向上,更先达到全部样品含量的 10%;而在粗颗粒方向正好相反. 从仪器角度上看,说明 LS13320 对于含量相对比较少的细颗粒组分和粗颗粒组分比 MS2000 更为敏感,检测的效果更好一些;反映在样品的频率分布曲线上,就是曲线的展布范围更宽一些或者在相同的展布范围内两侧的含量更高一些.

3 结论与讨论

激光粒度仪都具有相同的测量原理,但是不同仪器参数和制造工艺的不同决定了其性能的差异,如仪器的测量范围、检测器数目、结果计算模型等,因而在对同一样品的测量过程中会得出不同的结果. 而从整个试验过程来看,也有一些人为原因会影响到测量结果.

从本次对比试验来看,以下几个方面的因素也许对于结果的差异会产生一定的影响:首先是样品状况的不同,在利用 LS13320 测量时样品是湿样,而在利用 MS2000 测量时样品是干样,样品的干湿状况会影响到样品混和的均匀性;其次是加样时的代表性,即所取出的很少量的样品对于整个样品的代表性,均匀性较好的干样其代表性要好于湿样;第三是前处理步骤的顺序和所用试剂稍有不同,这也许会影响到样品的分散效果. 从样品性质来看,所有样品都相对较为均一,即在不同部位取的样品都可以较好地代表整个样品,因而样品状况的不同对测量结果的影响应该可以忽略;从试验的实际操作来看,一个基本的假设前提是在样品中取的一小部分用于测量的样品其结果可以代表整个样品的粒度分布,因而在对比测量结果时也只能

忽略加样时的代表性的差异这一人为影响;而从前处理的化学反应的条件以及试验中所观察到的反应程度来看,处理步骤和所用试剂的差异对样品的分散结果影响很小。

综合分析以上因素,认为这些差异基本上都是存在于每一个样品中的,是一种均匀性的差异,可以认为是整个试验的系统误差,不会对所有样品的结果特别是整个序列的结果产生较大的影响,在不考虑这些因素所带来的影响的前提下,试验结果的差异则可以认为是不同仪器的性能差异所造成的。

通过对本次试验结果的对比分析,可以初步得出以下结论:

1) MS2000 型激光粒度仪在测量结果的重现性以及测量的效率方面要优于 LS13320 型激光粒度仪;但 LS13320 型激光粒度仪对于含量相对较少的细颗粒组分和粗颗粒组分的检测效率要优于 MS2000 型激光粒度仪。

2) 两种仪器得到的结果在序列变化趋势上十分相似,并且在绝对数值上也相差不大,特别是细颗粒组分含量和代表样品整体状况的中值粒径,而粗颗粒组分含量则有较大差距,究其原因也许是因为湖泊沉积物中粗颗粒含量较少导致仪器在测量以及计算时随机性和不确定性增大所致。

3) 在利用湖泊沉积物粒度参数提取古环境信息时,中值粒径 $d(0.5)$ 是常用的指标,试验结果显示在保证前处理过程相同的条件下,这两种仪器得到的结果完全可以进行对比;而在利用不同仪器得到的粗颗粒含量的结果进行对比研究时则要慎重。

致谢: 耶拿大学地理系 Prof. Dr. Roland Mäusbacher 和 Dr. Gerhard Daut 以及中科院地理资源所中心分析实验室杨京蓉老师在粒度试验中给予了帮助,在此一并表示感谢。

4 参考文献

- [1] 王苏民,李建仁. 湖泊沉积—研究历史气候的有效手段——以青海湖、岱海为例. 科学通报, 1991, **36**(1): 54–56.
- [2] 陈敬安,万国江. 云南洱海沉积物粒度组成及其环境意义辨识. 矿物学报, 1999, **19**(2): 175–182.
- [3] 李志忠,海鹰,罗若愚等. 乌鲁木齐河下游地区湖泊沉积物的粒度特征与沉积环境. 干旱区研究, 2000, **17**(3): 1–5.
- [4] 金章东,王苏民,沈吉等. 岱海地区近 400 年来的“尘暴”事件——来自岱海沉积物粒度的证据. 湖泊科学, 2000, **12**(3): 193–198.
- [5] 王君波,朱立平. 藏南沉错沉积物的粒度特征及其古环境意义. 地理科学进展, 2002, **21**(5): 459–467.
- [6] 陈敬安,万国江,张峰等. 不同时间尺度下的湖泊沉积物环境记录——以沉积物粒度为例. 中国科学(D辑), 2003, **33**(6): 563–568.
- [7] 刘兴起,王苏民,沈吉. 青海湖 QH-2000 钻孔沉积物粒度组成的古气候古环境意义. 湖泊科学, 2003, **15**(2): 112–117.
- [8] 杨建强,崔之久,易朝露等. 云南点苍山全新世以来的冰川湖泊沉积. 地理学报, 2004, **59**(4): 525–533.
- [9] 张家武,金明,陈发虎等. 青海湖沉积岩芯记录的青藏高原东北部过去 800 年以来的降水变化. 科学通报, 2004, **49**(1): 10–14.
- [10] 谢远云,李长安,王秋良等. 江汉平原 6000 年以来的古降水变化: 江陵剖面沉积物粒度记录. 海洋地质与第四纪地质, 2005, **25**(3): 119–124.
- [11] 靳鹤龄,肖洪浪,张洪等. 粒度和元素证据指示的居延海 1.5 kaBP 来环境变化. 冰川冻土, 2005, **27**(2): 233–240.
- [12] 侯新花,吴艳宏,杨丽原. 全新世镜泊湖粒度特征记录的该地区古降水变化历史. 湖泊科学, 2006, **18**(6): 605–614.
- [13] 任明达,王乃梁. 现在沉积环境概论. 北京: 科学出版社, 1981.
- [14] 孙永传,李蕙生. 碎屑岩沉积相和沉积环境. 北京: 地质出版社, 1986.

- [15] Last W M. Textural analysis of lake sediments. In: Last W M, Smol J P ed. Tracking environmental change using lake sediments. Volume 2: Physical and geochemical methods. Dordrecht, The Netherlands; Kluwer Academic Publishers, 2001: 41 – 81.
- [16] Martin K, Jef Vandenberghe. Comparison of laser grain size analysis with pipette and sieve analysis: a solution for the underestimate of the clay fraction. *Sedimentology*, 1997, **44**: 523 – 535.
- [17] 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. *沉积学报*, 2001, **19**(3): 449 – 455.
- [18] 陈秀法, 冯秀丽, 刘冬雁等. 激光粒度分析与传统粒度分析方法相关对比. *青岛海洋大学学报*, 2002, **32**(4): 608 – 614.
- [19] Ramaswamy V, Rao P S. Grain size analysis of sediments from the northern Andaman Sea: comparison of laser diffraction and sieve-pipette techniques. *Journal of Coastal Research*, 2006, **22**(4): 1000 – 1009.
- [20] Singer J K, Anderson J P, Ledbetter M T *et al.* An assessment of analytical techniques for the analysis of fine-grained sediments. *Journal of Sedimentary Petrology*, 1988, **58**: 534 – 543.
- [21] Syvitski J P M, LeBlanc K W G, Asprey K W. Interlaboratory, interinstrument calibration experiment. In: Syvitski J P M ed. Principles, methods, and application of particle size analysis. New York: Cambridge University Press, 1991: 174 – 193.
- [22] 王君波, 朱立平. 不同前处理对湖泊沉积物粒度测量结果的影响. *湖泊科学*, 2005, **17**(1): 17 – 23.
- [23] 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. *科学通报*, 1997, **42**(23): 2535 – 2538.
- [24] 孙有斌, 高 抒, 鹿化煜. 前处理方法对北黄海沉积物粒度的影响. *海洋与湖沼*, 2001, **32**(6): 665 – 671.
- [25] 鹿化煜, 苗晓东, 孙有斌. 前处理步骤与方法对风成红粘土粒度测量的影响. *海洋地质与第四纪地质*, 2002, **22**(3): 129 – 135.
- [26] 王德杰, 范代读, 李从先. 不同预处理对沉积物粒度分析结果的影响. *同济大学学报*, 2003, **31**(3): 314 – 318.