

APLICACIÓ D'UN COMPTADOR DE PARTÍCULES A LA DETERMINACIÓ GRANULOMÈTRICA DE LA FRACCIÓ LUTITA DE SEDIMENTS ANTICS

Montserrat Inglès i Urpinell *

Rebut: juny de 1985

SUMMARY

Application of a particle counter to grain size analysis of the fine fraction of ancient sediments

An electronic (Coulter Counter) particle size analysis method and associated procedures are described. Advantages of the technique are short time and small sample volume required. Particle size analysis of fine silt and clay fractions of the sediments is a useful parameter in some geochemical studies. Application of the method is illustrated by particle size analysis of Eocene and Oligocene fluvial and lacustrine sediments from the eastern margin to the Ebro Depression.

INTRODUCCIÓ

La concentració d'alguns elements traça adsorbits o fixats als minerals de les argiles és un dels criteris emprats per a conèixer la salinitat dels medis deposicionals antics. El cas ideal per a poder comparar les concentracions d'aquests elements en diversos sediments és que aquests tinguin una composició mineralògica i granulomètrica similar; en general, però, es treballa amb sediments de característiques distintes i llavors, per poder establir comparacions, cal relacionar la concentració dels elements indicadors respecte de la quantitat de fracció argila de la roca i la seva mineralogia. Per tant, la determinació de la quantitat de fracció

argila i el seu espectre granulomètric són, juntament amb la composició mineralògica, paràmetres que cal conèixer i considerar en els estudis geoquímics de roques detrítiques. Tanmateix, les roques lutítiques, a causa de la petitesa de llur gra, s'han d'estudiar amb tècniques distintes de les emprades per a altres sediments detrítics, tant pel que fa a la seva mineralogia com a la morfologia dels grans i la granulometria.

Per estudiar tot l'espectre granulomètric de les fraccions llim (63-4 μm) i argila (inferior a 4 μm) no es poden emprar els mètodes de sedassat utilitzats per a les fraccions més grosses i cal recórrer a procediments basats en la velocitat de sedimentació (pipeta, hidròmetre) o a tècni-

* Departament de Petrologia i Geoquímica. Facultat de Geologia. Universitat de Barcelona. Gran Via de les Corts Catalanes, 585. 08007 Barcelona.

ques instrumentals. Moltes d'aquestes tècniques es fonamenten en l'estudi de les modificacions (dispersió, difracció, absorció) que experimenta un feix de radiació (llum visible, raigs X, raigs làser) quan travessa una cella que conté la mostra en suspensió. D'altres són basades en la separació de diverses fraccions granulomètriques per centrifugació de la mostra en suspensió o en la mesura del volum de les partícules. Aquesta darrera és la que s'empra en aquest treball.

DESCRIPCIÓ I DISCUSSIÓ DE LA TÈCNICA

El comptador de partícules (*Coulter Counter*) emprat, compta i classifica els impulsos elèctrics generats per les partícules en suspensió en un electròlit, quan aquestes travessen un forat de diàmetre conegut que comunica dos recipients que contenen cadascun un elèctrode submergit i entre els quals s'estableix una diferència de potencial. Un dels recipients conté la mostra en suspensió i l'altre és un tub amb l'orifici esmentat que se submergeix en el primer. L'electròlit amb les partícules en suspensió és forçat a circular a través del forat i quan una partícula el travessa, desplaça una quantitat d'electròlit igual al seu volum. A causa de la distinta resistivitat del líquid i de les partícules, el pas d'aquestes causa una pertorbació que genera un impuls elèctric. Aquests impulsos, proporcionals al volum de les partícules, són mesurats i comptats automàticament.

Aquest aparell permet un ampli ventall de mesures i ha estat aplicat a diversos tipus de sediments recents: sorres (MCCAVE & JARVIS, 1973), llims i argiles (SHELDON & PARSONS, 1967; WALKER *et al.*, 1974) i comparat satisfactoriament amb els mètodes òptics i de sedimentació més usuals (SWIFT *et al.*, 1972; SHIDELER, 1976; GIBBS, 1982). A diferència d'aquests darrers, el mètode no és basat en la velocitat de sedimentació (lleis de Stokes), mesura un paràmetre real de les partícules i té l'avantatge d'una extrema rapidesa en les determinacions, fins i tot quan es fan mesures, per sota de 2 μm .

La tècnica també permet cobrir tot l'espectre granulomètric que no es pot mesurar amb els mètodes de sedassat en sec convencionals. Treballant amb dos tubs de

porus diferent es pot analitzar tota la fracció lutítica dels sediments. La solució de mesura cal que sigui molt diluïda per evitar errors de coincidència, és a dir, falsos comptatges en passar conjuntament dues o més partícules per l'obertura, les quals són comptades com una de sola de volum més gran. El fet de treballar amb solucions molt diluïdes permet de mesurar directament la mida de gra dels sediments en suspensió a les aigües naturals (SWIFT *et al.*, 1972; WALKER *et al.*, 1974) o bé analitzar mostres de les quals es pot obtenir molt poca quantitat (argiles incloses en calcàries o evaporites, làmines mil·limètriques, mostres obtingudes en sondatges, etcètera). D'altra banda, haver de treballar amb molt poca quantitat de mostra fa que calgui assegurar la representativitat, tant del sediment a partir del qual es prepararà la suspensió, com del petit volum d'aquesta que servirà per a fer la mesura. Per obtenir resultats reproduïbles cal estandaritzar al màxim tot el procés analític, especialment el mostreig de les suspensions.

Les partícules grosses se sedimenten molt de pressa i cal tenir la mostra en agitació mentre es fa la mesura; si es varia la intensitat de l'agitació, però, és possible d'obtenir diverses distribucions de les mides de gra més grosses (SHIDELER, 1976). Aquesta és una limitació del mètode descrit, per a mides de gra superiors a 50 μm . Cal, doncs, estandaritzar l'agitació per obtenir resultats reproduïbles i comparables. Quan es compten partícules de mida inferior a 20 μm , l'agitació no és necessària si la determinació es fa immediatament després de preparar la suspensió. En l'anàlisi de la fracció molt fina no és convenient emprar agitació ja que l'agitador mecànic incorporat a l'aparell genera un soroll elèctric prou alt com per invalidar els resultats dels canals on es compten les mides de gra més petites.

Quan es mesuren partícules inferiors a 4 μm cal tenir present la contaminació dels reactius i de l'aigua emprats, bé per la presència de partícules inorgàniques, bé per creixement de colònies de microorganismes. El creixement d'aquestes colònies és irregular, però és corrent que apareguin en reactius filtrats d'una setmana d'antiguitat. Per evitar aquests problemes cal filtrar tots els líquids utilitzats amb filtres de porus inferior al diàmetre de les partícules més fines mesurades i, diària-

ment, fer un blanc de reactius abans de començar les mesures per assegurar l'absència de partícules.

PROCEDIMENT ANALÍTIC

Preparació de les mostres

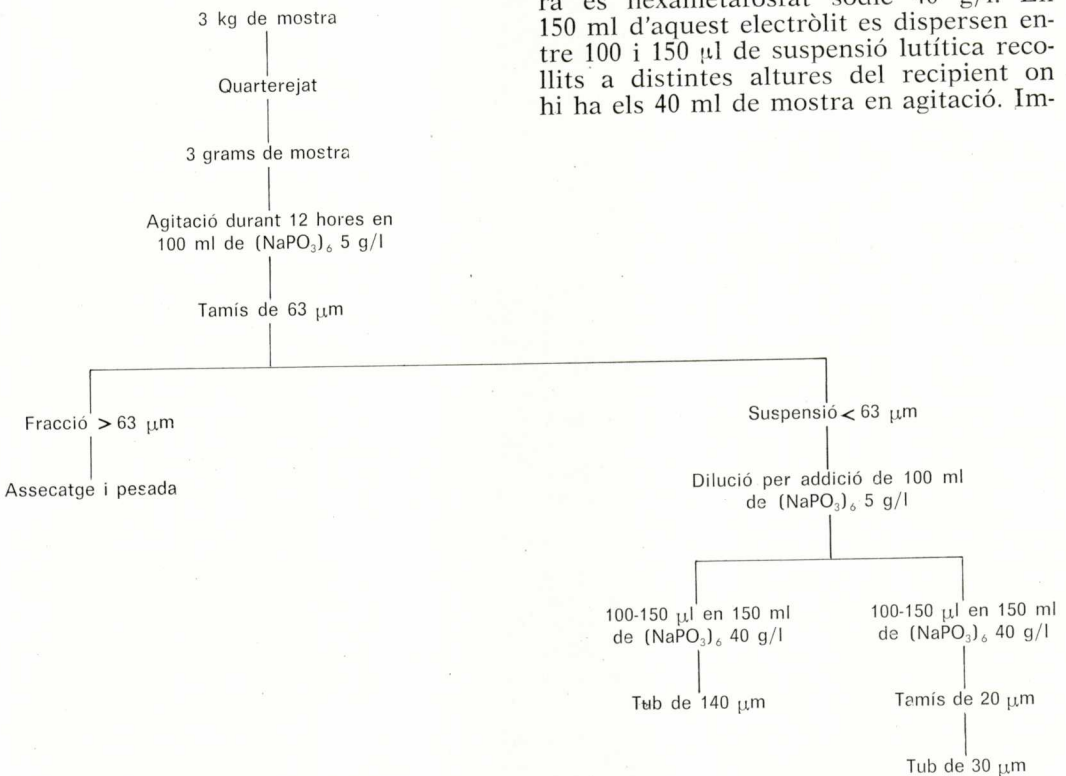
S'han assajat diverses dilucions de les mostres tant en les suspensions intermèdies com en les de mesura i també diverses concentracions de l'electròlit emprat. A continuació es descriu el procés de preparació que ha permès d'obtenir resultats

reproduïbles amb concentracions de mostra prou baixes per evitar errors de coincidència i prou altes perquè el nombre de comptatges sigui representatiu.

Per assegurar la representativitat, de cada mostra, se'n trituren uns 3 kg amb una trituradora de mandíbules. Per quarterejat de la fracció triturada s'obtenen uns 3 grams de mostra que es dispersen en 100 ml d'hexametfosfat sòdic 5 g/l. La suspensió es manté en agitació durant 12 hores; si després d'aquest temps la mostra presenta floculació es decanta el líquid i es repeteix el procés fins a obtenir una suspensió estable. Aquesta suspensió es passa a través d'un tamís de 63 μm de malla el qual es renta amb 100 ml de solució d'hexametfosfat sòdic 5 g/l. Aquest rentat té per funció recuperar tota la fracció lutítica que pogués quedar retinguda al tamís i, alhora, diluir la suspensió. D'aquesta suspensió, se'n separen 40 ml, presos amb pipeta a distintes altures del recipient on hi ha la mostra en agitació. La fracció que queda retinguda al tamís s'asseca i es pesa.

L'electròlit emprat a l'aparell de mesura és hexametfosfat sòdic 40 g/l. En 150 ml d'aquest electròlit es dispersen entre 100 i 150 μl de suspensió lutítica recollits a distintes altures del recipient on hi ha els 40 ml de mostra en agitació. Im-

FIG. 1. Esquema del procediment per a l'anàlisi granulomètrica de la fracció lutítica de sediments antics.
Procedure for particle size analysis of the fine fraction of ancient sediments.



mediatament es fa la mesura durant 60 segons amb un tub de 140 μm de diàmetre d'orifici, mantenint la mostra en agitació.

El volum de la suspensió lutítica que es dilueix depèn de la seva concentració i, per tant, la quantitat de fracció retinguda al tamís de 63 μm és indicativa de la que cal prendre. En general, només són necessaris 150 μl quan la fracció superior a 63 μm suposa més d'un 30 % de la mostra.

Per a la mesura amb el tub de 30 μm es dispersen en 150 ml d'electròlit la mateixa quantitat de suspensió lutítica emprada en la determinació anterior. La suspensió obtinguda es fa passar per un tamís de 20 μm de malla i es mesura immediatament durant 30 segons sense agitació.

Condicions analítiques

Per a la mesura s'ha utilitzat un comptador *Coulter Counter* TA de 16 canals que dona directament les dades següents:

- Nombre total de partícules comptades en un temps prefixat.
- Percentatge en volum de partícules acumulades a cada canal.
- Corba diferencial i corba acumulativa.

Per cobrir tot l'interval de la fracció lutítica s'ha fet servir un tub de 30 μm de diàmetre de porus i un altre de 140 μm . Cal emprar dos tubs ja que cadascun només compta les partícules de mida compresa entre el 2 i el 40 % del diàmetre de l'orifici. El calibratge s'ha fet amb boletes de làtex de 7,87 μm de diàmetre mitjà subministrades pel fabricant de l'aparell. La calibració obtinguda i els canals emprats en la superposició de les dues corbes es mostren a la taula I.

De les dades obtingudes s'han rebutjat les del canal 2 del tub de 30 μm a causa del soroll de fons. Les dues corbes granulomètriques s'han superposat i s'han calculat per extrapolació els valors corresponents als diàmetres 0,78, 0,50 i 0,25 μm . La conversió en pes dels volums acumulats a cada canal s'ha fet suposant una densitat de les partícules de 2,65. El pes de la fracció inferior a 0,98 μm s'ha calculat restant del pes total de mostra dispersada el de totes les fraccions de mida superior a 0,98 μm . Tots els valors obtinguts s'han recalculat per reflectir el 100 % del pes.

TAULA I. Calibració de l'aparell. La primera columna indica el número d'ordre dels canals. La segona i la tercera mostren el diàmetre mitjà, en μm , de les partícules comptades a cada canal per als tubs de 140 i 30 μm , respectivament. Aquests diàmetres són els que tindria una esfera del mateix volum que el de la partícula mesurada. Requadrat continu, canals emprats en la construcció de la corba. Requadrat discontinu, canals de superposició de les corbes.

Calibration of the apparatus. The first column shows the channels used. The second and third columns show the mean diameter, in μm , of particles accumulated in each channel using 140 and 30 μm aperture sizes. The diameter is the same of a sphere having the same volume as the particles measured. Continuous bordering, channels used in the elaboration of the curves; discontinuous bordering, channels of curve overlapping.

Canals	140 μm	30 μm
2	3,12	0,78
3	3,93	0,98
4	4,96	1,24
5	6,25	1,56
6	7,87	1,97
7	9,91	2,48
8	12,49	3,12
9	15,74	3,93
10	19,83	4,96
11	24,99	6,25
12	31,49	7,87
13	39,68	9,91
14	50,80	12,49
15	63,00	15,74
16	79,30	19,83

CAMP D'APLICACIÓ DEL MÈTODE

El mètode s'ha verificat amb mostres de fangs marins actuals analitzats pel mètode de l'hidròmetre i amb llims eòlics molt ben classificats i de mida de gra coneguda.

El procediment descrit es pot aplicar tant a sediments actuals com antics, és ràpid i té bona reproductibilitat. Un cop obtinguda la suspensió de partícules de mida lutita, en 3 hores es pot fer l'anàlisi completa de 12 mostres. Si s'estandarditza el mostreig de les suspensions la reproductibilitat és molt bona.

Serveix només per a mesurar la fracció granulomètrica inferior a 63 μm . De la fracció superior a aquesta mida de gra, només se n'obté el percentatge total. Si es vol continuar la granulometria a la fracció de mida sorra pel mateix mètode, s'ha de modificar la viscositat de l'electròlit per evitar els problemes de sedimentació (McCAYE & JARVIS, 1973). Si l'anàlisi es vol

fer per sedassat cal introduir modificacions per tal de superposar les corbes obtingudes i evitar una ruptura a 63 μm .

Tal com s'ha descrit, el procediment només es pot aplicar a mostres amb un contingut de matèria orgànica inferior a l'1,5-2 % en pes. Aquest component, que suposa en general un petit percentatge en pes dels sediments però un percentatge significatiu en volum, té un comportament totalment diferent al de la fracció inorgànica i origina pertorbacions en el moment de la mesura. Si s'han d'analitzar mostres riques en matèria orgànica cal oxidar-la prèviament amb peròxid d'hidrogen.

MATERIALS ESTUDIATS I RESULTATS OBTINGUTS

El mètode descrit s'ha aplicat a sediments lutífics lacustres i fluvials dipositats durant l'Eocè superior i l'Oligocè al marge oriental de la Depressió de l'Ebre. Les mostres lacustres pertanyen a les formacions Complex lacustre de Sanaüja i Calcàries de Tàrraga; els materials fluvials són de les formacions molàsiques d'Artés i de Solsona (RIBA, 1967, 1975).

S'han realitzat cinc perfils dels quals s'han recollit mostres de les capes més argiloses, ja que el contingut de carbonat és molt elevat en totes les formacions estudiades. La situació dels perfils i la informació mineralògica i geoquímica dels materials analitzats es pot trobar a INGLÈS (1983) i INGLÈS & PUEYO (1983). De totes les mostres recollides, se n'han estudiat 72 que són les que s'han dispersat amb el tractament de rutina.

Els sediments lacustres

S'han recollit mostres de les dues formacions lacustres a Calaf on apareixen ben desenvolupades. El Complex lacustre de Sanaüja que presenta fàcies variables segons les localitats, s'ha estudiat també a Cardona i a Sanaüja.

Perfil de Calaf

El mostreig s'ha fet essencialment a la carretera de Calaf a Pinós. El perfil té a la base els materials del Complex lacustre de Sanaüja i comença immediatament a

sobre dels guixos de la Formació Barbastre que afloren al nucli de l'anticlinal de Súria. És constituït per calcàries micrítiques amb intercalacions lutítiques, que progressivament van augmentant de potència fins a constituir el material predominant. Cap al sostre, la sèrie esdevé més calcària. En el paquet argilós hi ha intercalades diverses capes de lignit.

S'han recollit 80 mostres de les quals s'han dispersat 48, però 10 s'han hagut de rebutjar a causa de l'elevat contingut de matèria orgànica. Les lutites intercalades al tram calcari basal són constituïdes per argila i llim fi (<10 μm). El trànsit entre els materials calcaris i els argilosos és format per un conjunt de mostres sense cap classificació i diversos nivells de gra molt gros (més d'un 50 % de fracció superior a 63 μm). Cap al sostre, la mida de gra disminueix fins a contenir les mostres entre un 40 i un 70 % d'argila. Els sediments més argilosos es troben sempre associats a capes de lignit.

Perfil de Sanaüja

Les mostres s'han recollit al NE del poble. El perfil, que consta de 13 mostres, comença immediatament a sobre dels guixos de la Formació Barbastre i és constituït per calcàries lacustres amb intercalacions de materials detrítics. S'han analitzat 5 mostres; a totes la fracció argila és molt abundant (entre el 40 i el 55 %), el llim és de mida inferior a 20 μm i la fracció superior a 63 μm és sempre inferior al 10 %.

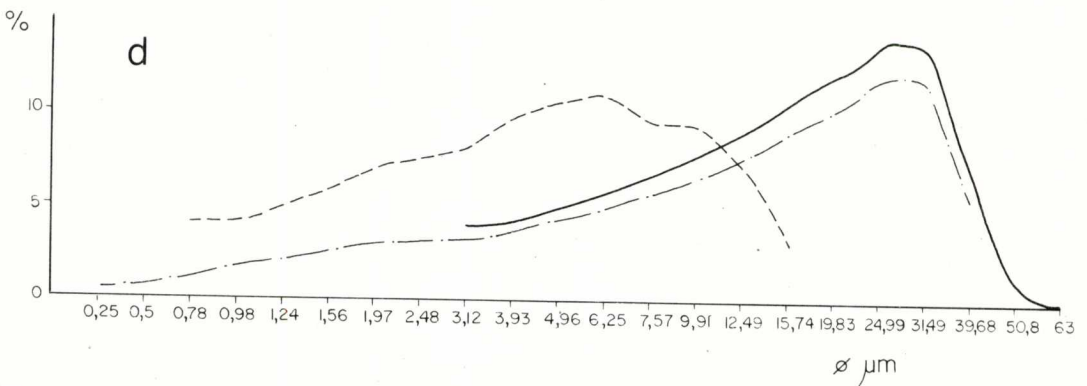
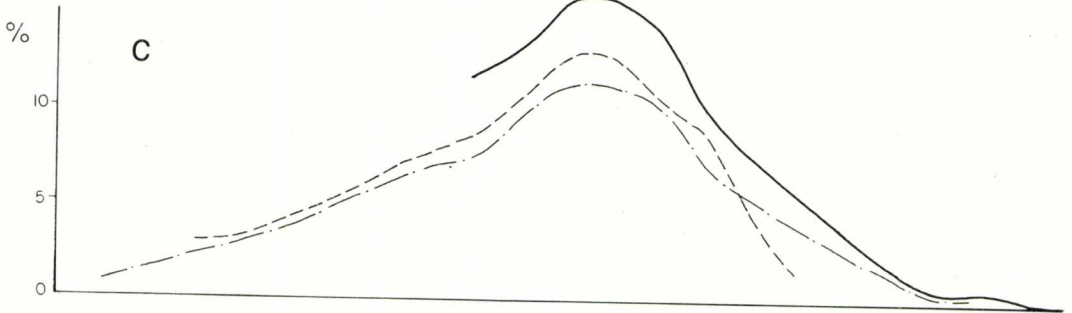
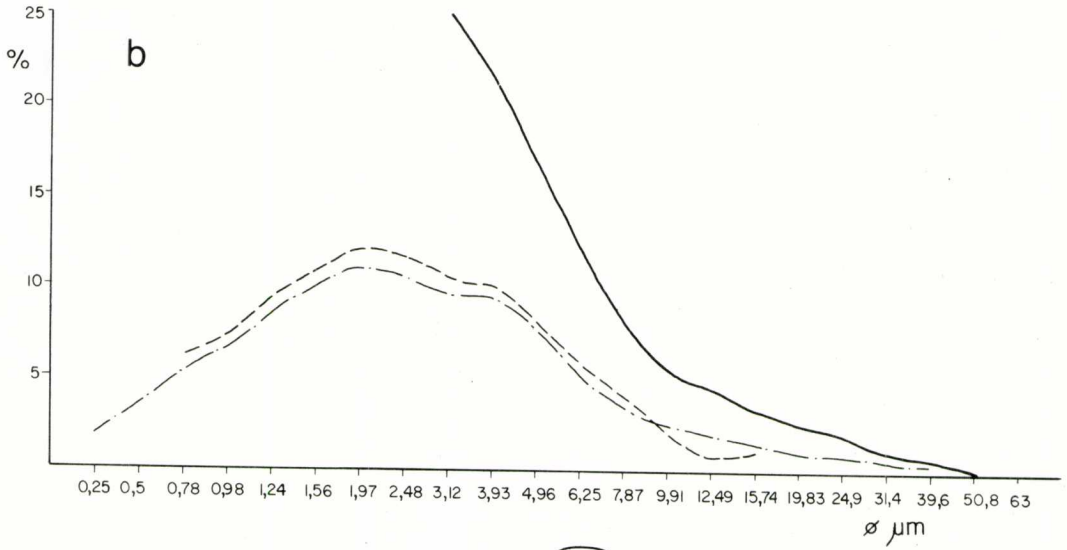
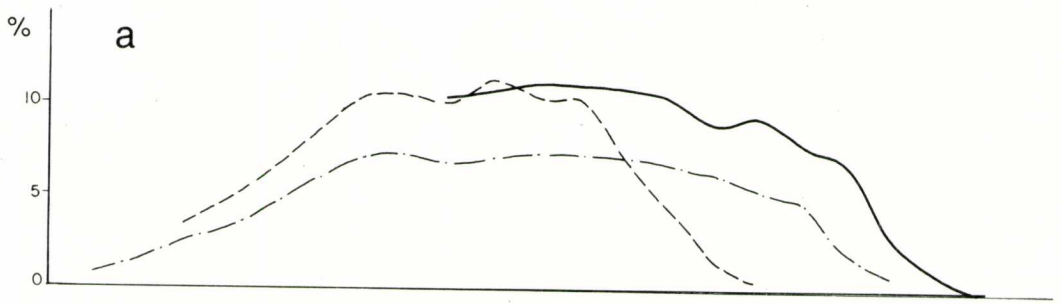
Perfil de Cardona

S'ha fet al turó del castell, comença a sobre de les evaporites i és constituït per lutites carbonatades, grises a la base i vermelles cap al sostre. S'han mesurat 9 mostres de les 10 recollides; en totes predomina el llim de gra entre fi i mitjà sobre de l'argila. La fracció superior 63 μm ultrapassa el 20 % en moltes mostres.

Els sediments molàsics

Perfil de Súria

Les mostres, recollides essencialment a la carretera de Súria a Castelladral, per-



tanyen a la Formació molàsica de Solsona. La sèrie és constituïda per calcàries micrítiques lacustres amb intercalacions de gresos i microconglomerats que van augmentant de potència cap al sostre. S'han analitzat 11 mostres en les quals predomina el llim en tota la seva gamma granulomètrica, l'argila és escassa i cap a la part superior augmenta la proporció de fracció sorra, poc abundant a la base.

Perfil de Santpedor

Els materials de la Formació molàsica d'Artés, s'han recollit a la Costa de la Vila al nord de Santpedor. El perfil, de 13 mostres, es completa amb tres més de la mateixa formació preses al nord d'Odena. A totes les mostres analitzades predomina el llim de gra mitjà-gros (20-50 μm), seguit de la fracció argila. El contingut de la fracció superior a 63 μm és molt variable.

Comentari dels resultats

A la figura 2 hi ha representats els quatre models de distribució que s'han trobat. A cada gràfica hi ha dibuixades les corbes obtingudes amb els tubs de 30 i 140 μm i la que resulta de la superposició de les altres dues.

A la gràfica (a) hi ha representada la corba corresponent a un sediment sense cap classificació, la (b) mostra un material constituït essencialment per partícules de mida inferior a 4 μm , la (c) correspon a una mostra on predomina la fracció fina (<10 μm) i la (d) a una de composta per llim de gra mitjà-gros. No s'ha trobat cap mostra bimodal.

Les corbes (b) i (c) són les predominants en els materials lacustres i la (a) i la (d) en els molàsics. En general, les granulometries presenten un màxim desplaçat cap al gra fi en els materials lacustres i cap a l'intermedi-gros en els molàsics. Són rares les mostres amb una mala classificació del

llim; només la presenten alguns materials de la zona detrítica intermèdia del Complex lacustre de Sanaüja i d'altres de la Formació Solsona.

La granulometria predominant a les formacions lacustres és la inferior a 10 μm amb abundància d'argila. Una excepció, n'és el perfil de Cardona on predomina el llim entre 4 i 20 μm sobre l'argila.

Les formacions molàsiques mostren més heterogeneïtat que les lacustres pel que fa a la proporció dels diversos components granulomètrics. A la Formació Solsona s'observa un clar augment de la mida de gra cap al sostre de la sèrie, fet que no es detecta al perfil de la Formació Artés.

AGRAÏMENTS

He d'agrair al doctor Jordi Flos les seves orientacions en els aspectes instrumentals d'aquest treball i a l'Institut d'Investigacions Pesqueres haver-me permès d'utilitzar el comptador de partícules del seu laboratori.

BIBLIOGRAFIA

- GIBBS, R. J. 1982. Floc stability during Coulter-Counter size analysis. *Jour. Sed. Petrology*, 52: 657-661.
- INGLÈS, M. 1983. *Estudi mineralògic i geoquímic dels sediments lutítico-carbonatats del marge oriental de la depressió de l'Ebre*. Tesi doctoral. Universitat de Barcelona.
- INGLÈS, M. & PUEYO, J. J. 1983. Estudio geoquímico y mineralógico de los sedimentos lutíticos eocénicos y oligocénicos del margen oriental de la Depresión del Ebro. *Rev. Inv. Geol.*, 36: 49-66.
- MCCAVE, I. N. & JARVIS, J. 1973. Use of the model T Coulter Counter in size analysis of fine to coarse sand. *Sedimentology*, 20: 305-315.
- RIBA, O. 1967. Resultados de un estudio sobre el Terciario continental de la parte este de la Depresión Central Catalana. *Acta Geol. Hisp.*, 2: 1-6.
- RIBA, O. 1975. Le bassin tertiaire catalan et les gisements de potase. Introduction. *IX Congr. Intern. Sédiment.*, Nice, Excur. 20: 9-13.
- SHELDON, R. W. & PARSONS, T. R. 1967. *A practical manual on the use of the Coulter Counter in marine research*. Coulter Electronics. Toronto.
- SHIDELER, G. L. 1976. A comparison of electronic particle counting and pipette techniques in routine mud analysis. *Jour. Sed. Petrology*, 46: 1017-1025.
- SWIFT, D. J. P., SCHUBEL, J. R. & SHELDON, R. W. 1972. Size analysis of fine grained suspended sediments. A review. *Ibid.*, 42: 122-134.
- WALKER, P. H., WOODYER, K. D. & HUTKA, J. 1974. Particle-size measurements by Coulter Counter of very small deposits and low suspended sediment concentrations in streams. *Ibid.*, 44: 673-679.

◀ FIG. 2. Representació dels quatre models de corbes granulomètriques obtingudes.

- corba obtinguda amb el tub de 30 μm
 — corba obtinguda amb el tub de 140 μm
 - - - corba que resulta de la superposició de les altres dues
- Graphs illustrating the four types of particle size distribution found.
- grain size distribution obtained with the 30 μm aperture
 — grain size distribution obtained with the 140 μm aperture
 - - - superposition of the two distributions