

## METODA DEKREPITOMETRII I APARATURY DO BADAŃ TEMPERATURY POWSTAWANIA MINERAŁÓW I SKAŁ

UKD 549.01:552.11:548.4:536.5.002.54:532.78

Już od połowy ubiegłego stulecia wiadomo było, że większość minerałów, a szczególnie powstałych w warunkach hydrotermalnych i pneumatolitycznych, zawiera inkluzje wypełnione roztworami ciekło-gazowymi (3). Badania zapoczątkowane przez D. Brewstera i innych, rozwinięte następnie przez H. C. Sorby'ego (3) dały teoretyczne podstawy do wykorzystania tych inkluzji dla celów genetycznych. Stwierdzono, że roztwory w inkluzjach były w nich zamknięte w czasie krystalizacji minerału, a zatem reprezentują naturalne warunki powstawania. Badanie tych inkluzji może więc dostarczyć informacji o temperaturze środowiska i składzie chemicznym roztworu, z którego krystalizował minerał zawierający inkluzje. W wyniku dalszych badań opracowano również odpowiednie metody oznaczania ciśnienia panującego w trakcie krystalizacji.

Podstawową metodą oznaczania temperatury powstawania minerałów na podstawie badania ciekło-gazowych inkluzji jest metoda homogenizacji. Polega ona na mikroskopowych obserwacjach inkluzji i zachowania się zamkniętego w nich roztworu wraz ze wzrostem temperatury. Pierwotnie jednorodny roztwór podczas ochładzania dzieli się na poszczególne fazy składowe (para, gazy, roztwór wodny, faza stała), a przy wzroście temperatury osiąga ponownie parametry fizyczne pierwotnego roztworu. Temperatura, w której doszło do pełnej homogenizacji wszystkich faz, jest najniższą temperaturą powstawania minerału.

Metoda homogenizacji wymaga wielu żmudnych i stałych obserwacji, ponadto może być stosowana jedynie do minerałów przezroczystych. W związku z tym starano się opracować metodę niezależną od subiektywnej oceny obserwatora, pozwalającą na rozszerzenie zakresu badań do wszystkich minerałów. J. Dumas badając w 1830 r. sól kamienną z Wieliczki zaobserwował, że podczas podgrzewania jej w wodzie słychać było słabe trzaski, przy czym wydzielają się również gazy (3). Zjawisko to wykorzystał H. S. Scott (2) dopiero w sto lat później, budując pierwszą na świecie aparaturę, zwaną przez niego dekrepitometrem. Autor ten dał również podstawy teoretyczne metody oparte na podobnych zasadach, co metoda homogenizacji. Zamknięta w inkluzji skroplona para wodna oraz ciecz zaczynają wraz ze wzrastającą temperaturą przechodzić powoli w stan roztworu zhomogenizowanego, przy czym proporcjonalnie do temperatury wzrasta również ciśnienie wewnątrz inkluzji. Po osiągnięciu stanu zhomogenizowanego ciś-

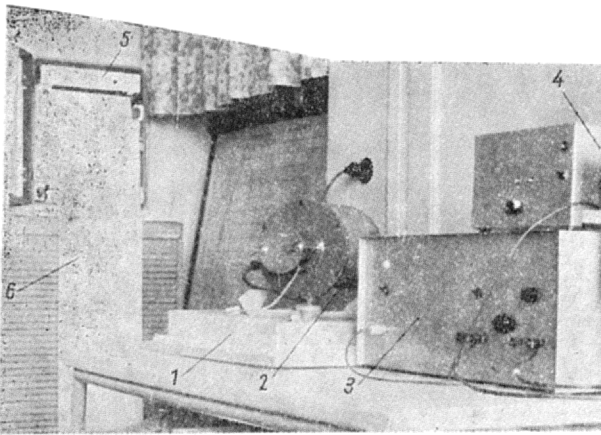
nienie gwałtownie wzrasta powodując rozerwanie ziarna, w którym znajdowała się inkluzja. Moment rozrywania objawia się słabym trzaskiem. H. S. Scott rejestrował ilość i intensywność tych trzasków za pomocą zwykłych słuchawek. W określonych temperaturach ciśnienie wewnętrzne pokonywało wytrzymałość ziarna na rozrywanie, co pozwalało badaczowi wykreślać odpowiednie anomalie. Na osi rzędnych notował on wzrost temperatury, a na osi odciętych liczbę i nasilenie trzasków.

Zapis taki nie był zbyt precyzyjny i wymagał również dużej straty czasu. J. A. Doigow i L. D. Kaicher (1) zbudowali dekrepitometr, w którym zapis zrywów i temperatury był całkowicie zautomatyzowany i nie wymagał stałej obserwacji prowadzonej przez człowieka. Od tej pory nastąpił gwałtowny rozwój metody. W wielu krajach podjęto budowę prototypów, przy czym zależnie od lokalnych warunków technicznych stosowano różne rozwiązania i ulepszenia poszczególnych elementów. Dotychczas jeszcze liczne laboratoria światowe pracują na prototypach i nie wiadomo czy aparatura taka będzie budowana seryjnie.

W literaturze geologicznej pojawiło się wiele prac omawiających zarówno wyniki badań poszczególnych ziół, jak również zagadnienia metodyczne. Metoda ta osiągnęła dotychczas największy rozwój w Stanach Zjednoczonych, Japonii i Związku Radzieckim. W krajach obozu socjalistycznego jedynie Polska i Mongolia nie interesowała się dotychczas tego typu badaniami.

Dzięki staraniom J. Pawłowskiej udało się obecnie skompletować w Instytucie Geologicznym w Warszawie podstawową aparaturę do badań temperatury powstawania minerałów hydrotermalnych i pneumatolitycznych. W pracowni oznacza się temperaturę homogenizacji inkluzji, a w połowie grudnia 1970 r. zmontowany został również dekrepitometr.

Aparatura zbudowana była przez brygadę racjonalizatorską powołaną przez dyrektora IG w 1969 r., w której skład weszli pracownicy Instytutu Geologicznego: J. Pawłowska, H. Górnicki i P. Osełka, a głównymi konstruktorami byli J. Brzęczkowski i T. Janiszewski z Instytutu Przemysłu Szkła i Ceramiki w Warszawie. W konstrukcji wykorzystano elementy produkcji krajowej, jedynie rejestrator kompensacyjny był zakupiony w NRD. Projekt ostatecznego zrealizowanego rozwiązania konstrukcyjnego dekrepitometru poprzedziły studia literatury i doświadczenia na prowizorycznych i adaptowanych urządzeniach. Ustalono nie podawane w literaturze czasy trwania trzasków oraz ich przybliżoną częstotliwość i nasilenie. Wyniki tych badań umożliwiły budowę opisywa-

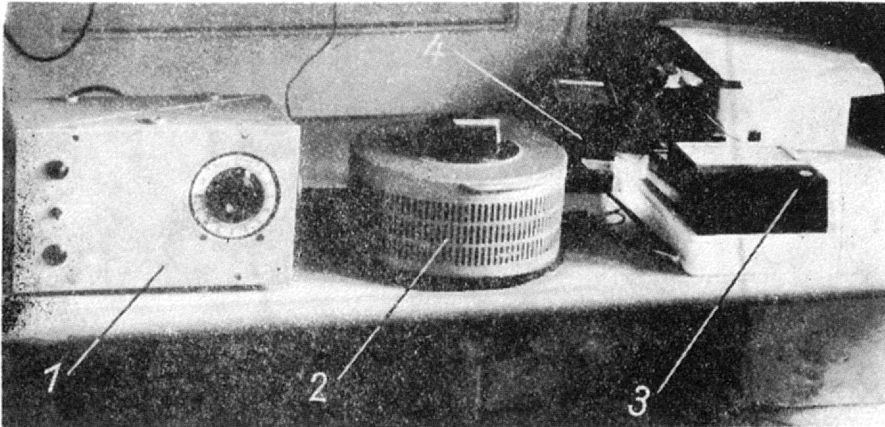


Ryc. 1a. Ogólny widok części pomiarowej dekrypitometru.

1 — podstawa, 2 — piecyk rurowy, 3 — przetwornik impulsów, 4 — czasomierz, 5 — rejestrator, 6 — taśma z wykresem.

Fig. 1. General view of measurement device of decritometer.

1 — base, 2 — pipe furnace, 3 — impulse converter, 4 — clock, 5 — recorder, 6 — tape with diagram



Ryc. 1b. Zasilanie piecyka rurowego.

1 — regulator programujący temperaturę, 2 — autotransformator, 3 — woltomierz, 4 — stycznik.

Fig. 1b. Feeding of pipe furnace.

1 — thermostat, 2 — autotransformer, 3 — voltmeter, 4 — contactor.

nego urządzenia, ale nie w pełni zostały potwierdzone przez skonstruowaną aparaturę. Ostateczna wersja aparatu wymagała jeszcze wielu dodatkowych eksperymentów i ulepszeń.

#### OPIS TECHNICZNY DEKREPIOMETRU

Deprepiometr składa się z następujących podstawowych części: piecyka rurowego z programowanym zasilaniem, pojemnika z próbką, układu mierzącego i rejestratora temperatury, mikrofonu, wzmacniacza, przetwornika impulsów i rejestratora. Ogólny widok zmontowanego aparatu przedstawia ryc. 1, a schemat funkcjonalny — ryc. 2.

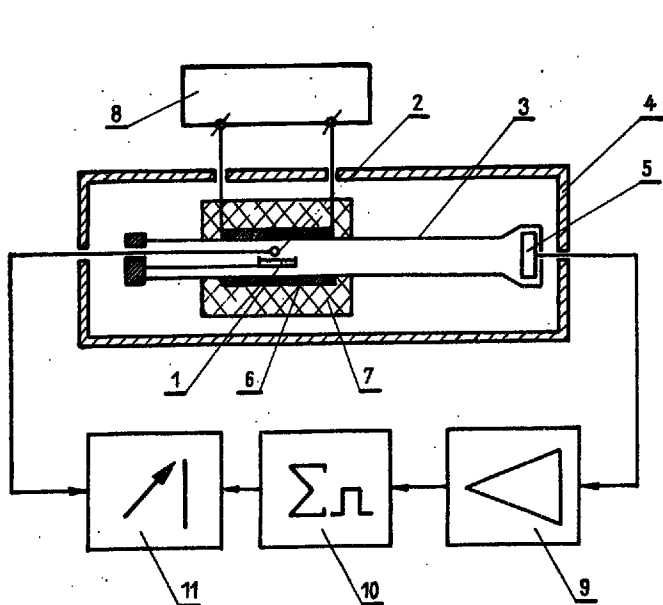
Piecyk wykonano z rury kwarcowej o średnicy 20 mm, na którą nawinięto uzwojenie grzejne z drutu kanthalowego o średnicy 0,45 mm. Pojemnik z próbką obsadzony jest w korku zamykającym jeden wylot piecyka. Trzaski spowodowane rozrywaniem ziarn pobudzają do drgań membranę mikrofonu. Mikrofon elektrodynamiczny typu YG 7 firmy Tesla znajduje się w specjalnej obudowie akustycznej w odległości około 300 mm od pojemnika z próbką. Jak wykazały próby, mikrofon nie wymaga specjalnego chłodzenia, a izolacja akustyczna jest na tyle skuteczna, że można w pobliżu prowadzić niezbyt głośną rozmowę nie powodując zakłóceń w pomiarach.

Ponieważ w trakcie badań ustalono, że trzaski ziarn są dużo słabsze niż pierwotnie przypuszczano i prawie niedosłyszalne, należało zatem zastosować specjalną aparaturę wzmacniającą. Skonstruowano więc kilkustopniowy wzmacniacz lampowy prądu zmiennego o dużym wzmacnieniu i niskim poziomie własnych zakłóceń. Okazało się, że amplitudy napięć sygnałów wejściowych z mikrofonu były bardzo zróżnicowane zależnie od głośności efektów akustycznych. Z tego powodu zastosowano odpowiednie ograniczniki amplitudy. Zapobiegają one zbytniemu przesterowaniu wzmacniacza w przypadku wejścia bardzo silnych sygnałów, a ponadto umożliwiają uzyskanie na wyjściu wzmacniacza sygnałów o wyrównanej amplitudzie,

niezależnie od wielkości sygnałów wejściowych. We wstępnych stopniach wzmacniacza zastosowano ograniczniki obcinające amplitudę od góry, natomiast w stopniu ostatnim wprowadzono ogranicznik o regulowanej górnej i dolnej granicy obcinania. Granica dolna jest ustawiona nieco powyżej amplitudy zakłóceń, przez co uzyskano większą pewność działania urządzenia rejestrującego.

Układ rejestracji impulsów składa się z sumującego przetwornika oraz rejestratora kompensacyjnego. Przetwornik impulsów (ryc. 3) obejmuje dyskryminator napięcia, układ różniczkujący, układ zliczający i woltomierz lampowy. Rejestrator kompensacyjny zapisuje liczbę impulsów otrzymanych przez przetwornik ze wzmacniacza w określonej jednostce czasu. Za jednostkę czasu przyjęto czas, jaki upływa między dwoma kolejnymi uderzeniami pisaka. Może on być nastawiony w omawianym rejestratorze na wartości: 3, 6 lub 12 s. Zliczanie impulsów odbywa się na specjalnym kondensatorze, który rejestruje każde uderzenie pisaka. Poszczególne impulsy pojawiające się na wyjściu wzmacniacza powodują ładowanie kondensatora określonym i zawsze takim samym ładunkiem. Sumaryczny ładunek jest proporcjonalny do liczby impulsów i powoduje odpowiedni wzrost napięcia na kondensatorze. Napięcie to jest mierzone woltomierzem lampowym o dużej oporności wejściowej, którego wskaźnikiem jest układ pomiarowy rejestratora. Wychylenie wskaźówki rejestratora jest więc proporcjonalne do liczby impulsów pojawiających się w określonym odstępie czasu, ponieważ kondensator rozładowuje się za każdym uderzeniem pisaka.

Oprócz impulsów rejestrator zapisuje jednocześnie przystosowaną temperaturę. Temperatura badanej próbki mierzona jest za pomocą wymiennych termopar NiCr-Ni lub Fe-Ko. Spoina termopary jest przykryta rozsypanymi piasko ziarnami badanej próbki. Do zapisu używana jest znormalizowana taśma o szerokości 250 mm. Maksymalna temperatura ograniczona jest wytrzymałością rurki kwarcowej piecyka i wynosi



Ryc. 2. Schemat funkcjonalny dekrypitometru IG-1.

1 — pojemnik z próbką, 2 — spoina termopary, 3 — rura pieca, 4 — izolacja akustyczna, 5 — mikrofon, 6 — grzejnik, 7 — izolacja termiczna, 8 — zasilacz programowy, 9 — wzmacniacz, 10 — przetwornik impulsów, 11 — rejestrator.

Fig. 2. Functional scheme of the decipitometer IG-1

1 — container with sample, 2 — junction of thermocouple, 3 — pipe of furnace, 4 — acoustic insulation, 5 — microphone, 6 — heater, 7 — thermic insulation, 8 — programme feeder, 9 — amplifier, 10 — impulse converter, 11 — recorder.

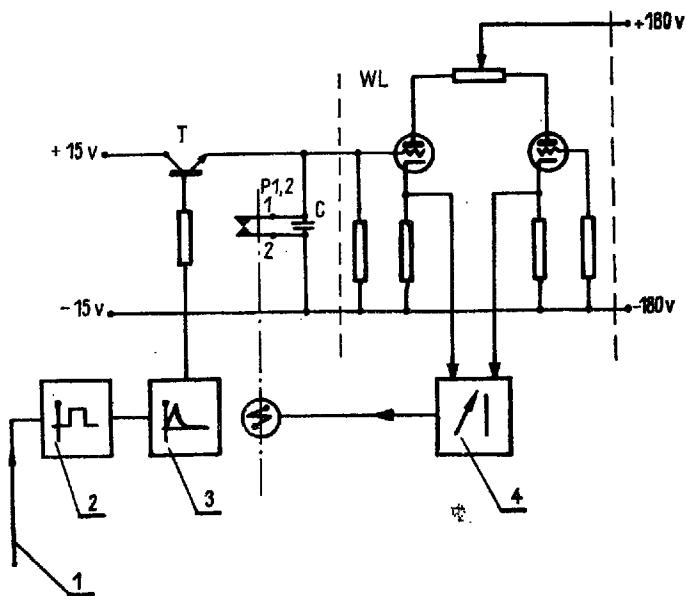
około 600°C. Zastosowany rejestrator jest 6-punktowy, przy czym każde szóste uderzenie pisaka rejestruje aktualną temperaturę, a pozostałe — efekty dekrepitacji. Przykład uzyskiwanego zapisu jest przedstawiony na ryc. 4. Kropkami na wykresie zaznaczono linię wzrostu temperatury, a krzyżykami — rejestrację trzasków. Punkty stawiane przez pisak rejestratora połączone liniami ciągłymi z linią tła, co dało większą czytelność i przejrzystość wykresu.

Ogrzewanie próbki prowadzone jest ze stałą prędkością przyrostu temperatury, gdzie  $\Delta T$  wynosi około 10°C/min. Wzrost temperatury jest kontrolowany i regulowany automatycznie przez specjalny układ programujący, współpracujący z zasilaniem pieca o ręcznie regulowanej mocy grzania.

Uruchomienie aparatury po jej wykonaniu nastęrczało jeszcze wiele trudności szczególnie przy usuwaniu zakłóceń akustycznych i elektrycznych. Izolacja akustyczna składa się obecnie z metalowego, rurowego płaszczu pieca i osłony mikrofonu. Piec jest zamknięty od strony załadunku próbki specjalnym korkiem z tworzywa kaolinowo-azbestowego. Ponadto piec jest obudowany szafą akustyczną z płyty pilśniowej i filcu, a całość zmontowano na sztywnym stole wyłożonym filcem i umieszczonym na specjalnej podstawie z korka, drewna i filcu. Unika się w ten sposób przenoszenia drgań z podłogi. Wykonanie właściwej izolacji akustycznej było zadaniem bardzo trudnym i wymagało wykonania szeregu prac eksperymentalnych i zmian konstrukcyjnych. Obecnie istnieje możliwość niemal całkowitego wyciszenia akustycznych efektów zewnętrznych, z wyjątkiem bardzo silnych uderzeń, stuknięć itp. W czasie prób zmieniano także kształt pojemnika próbki i nadajnika dźwięku oraz miejsce umocowania termopary.

UWAGI KOŃCOWE

Do przeprowadzenia jednego badania potrzeba około 1—1,5 cm<sup>3</sup> próbki. Badana próbka jest sproszkowana do frakcji 0,20—0,30 mm, 0,30—0,50 mm lub 0,50—

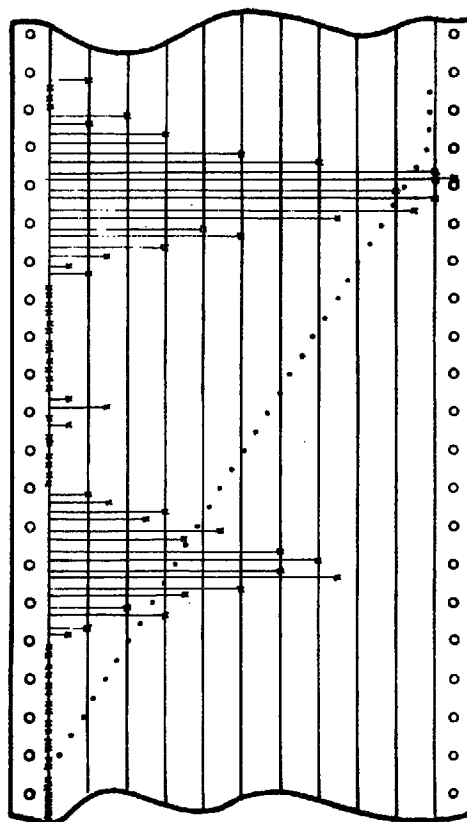


Ryc. 3. Schemat ideowy układu rejestracji impulsów.

T — tranzystor ładujący kondensator C; C — kondensator zliczający; P — przekaźnik; WL — woltomierz lampowy; 1 — sygnał ze wzmacniacza, 2 — dyskryminator napięcia, 3 — układ różniczkujący, 4 — rejestrator.

Fig. 3. Ideal scheme of impulse recording system.

T — transistor charging a condenser C, C — counting condenser, P — relay, WL — lamp voltmeter, 1 — signal from amplifier, 2 — voltage discriminator, 3 — lead network, 4 — recorder.



Ryc. 4. Przykład wykresu.

Fig. 4. Example of a diagram.

—1 mm. Wielkość frakcji jest dobierana dla poszczególnych minerałów zależnie od wytrzymałości materiału na rozrywanie oraz ilości i wielkości inkluzji. Czas pomiaru trwa około 20 min, a studzenie pieca około 15 min. W ciągu jednego dnia roboczego można wykonać 8—10 pomiarów. Istnieje możliwość zbudowania pieca wymiennego, przez co uniknęłoby się przerw na studzenie. Można również w miarę potrzeby zbudować kilka piecyków pracujących jednocześnie, zwiększając w ten sposób potencjał badawczy. Główną bowiem zaletą tego typu badań jest możliwość statystycznego opracowywania problemu, co jest szczególnie ważne przy wykonywaniu zdjęcia dekrepitometrycznego większego obszaru. Dekrepitometria jest bowiem ostatnio stosowana do poszukiwań ślepych żył hydrotermalnych i pegmatytów.

Wstępne badania zgodności wyników przeprowadzane były na fluorytach. Metodą porównawczą była homogenizacja. Ustalono, że różnice w pomiarach nie

## SUMMARY

In the Geological Institute in Warsaw a prototype of an apparatus for measuring temperature of formations of minerals has been worked out, based on the acoustic record of sizzles. The article shortly discusses some details of the decrepitemeter and presents preliminary methods of study. This is the first apparatus of this type installed in Poland.

Preliminary investigations proved the usefulness of the apparatus for the intentional research.

przekraczają 10°C. Dokładne wyniki pomiarów oraz technika badań i interpretacji zapisu zostanie opisana w osobnym artykule. Pełne rozpracowanie metody badań wymaga bowiem jeszcze wielu prac i doświadczeń, nie mniej już na podstawie wyników wstępnych można przypuszczać, że opisana aparatura będzie w pełni przydatna do prac badawczych.

## LITERATURA

1. Dołgow J. A., Raicher L. D. — Awtomatyczny termozwukoregistrator. Minier. Sborn. Lwowsk. gieol. obszcz. nr 7, 1953.
2. Scott H. S. — The decrepitation method applied to minerals with fluid inclusion. Econ. Geol., nr 8, 1948.
3. Smith F. G. — Gieologiczeskaja termometrija po wkluczenijam w minerałach. Izdat. Innostr. Litter. Moskwa, 1956.

## РЕЗЮМЕ

В Геологическом институте в Варшаве был построен прототип аппарата для определения температуры образования минералов на основании акустической записи тресков. В статье дано краткое описание конструкции декрепитометра и общие принципы методики работ. Описанный декрепитометр является первым аппаратом такого типа сооруженным в Польше. Проведенные опыты показали его полную пригодность для упомянутых исследований.