PRÓBA ZASTOSOWANIA STOPU WOOD'A DO OZNACZEŃ MAKROPOROWATOŚCI GLEBY^{*}

Henryk Czachor, Jerzy Lipiec

Instytut Agrofizyki im. Bohdana Dobrzańskiego PAN, ul. Doświadczalna 4, 20-290 Lublin e-mail: hczachor@demeter.ipan.lublin.pl

Streszczenie. Przedstawiono metodykę wypełniania stopem Wood'a próby agregatów glebowych, otrzymywania przekrojów poprzecznych oraz określania rozkładu makroporów przy pomocy analizy obrazu. Zastosowanie stopu Wood'a w stanie ciekłym (o temperaturze ~80-90°C) umożliwia wypełnienie i precyzyjną identyfikację wielkości i kształtu makroporów międzyagregatowych gleby. Jego właściwości fizyczne takie jak nieprzezroczystość i wysokie napięcie powierzchniowe pozwalają uzyskać dobry kontrast optyczny między makroporami a glebą. Na podstawie otrzymanych przekrojów i przy użyciu programu analizy obrazu Aphelion określono dystrybuanty promienia geometrycznego makroporów glebowych.

Słowa kluczowe: stop Wood'a, analiza obrazu, makropory glebowe

WSTĘP

Pory o średnicy powyżej 50 µm często nazywane są makroporami lub porami transmisyjnymi. Powstają w wyniku uprawy roli, procesów fizycznych (spękania) lub są tworzone przez faunę glebową i korzenie roślin (pory biologiczne). Badania przeprowadzone przy użyciu infiltrometrów podciśnieniowych [9,13] wykazały, że w wyniku przepływu wody przez makropory (zwanego także przepływem preferencyjnym) przenoszone są znaczne ilości wody opadowej do niżej położonych warstw profilu glebowego. Na przykład z pracy Lina i in. [10] wynika, że udział wody przepływającej przez makropory i mezopory w całkowitym przepływie wody może wynosić aż 89%.

Przepływ preferencyjny przez pory międzyagregatowe oraz makropory wytworzone przez dźdżownice, nicienie jak również grubsze korzenie roślin jest

^{*}Pracę wykonano w ramach projektu badawczego nr 3 P06R 001 23 finansowanego przez Komitet Badań Naukowych w latach 2002-2004.

często dominującą formą ruchu wody w glebach uprawnych [4,6,12]. Uwzględnienie makroporów w modelowaniu dynamiki wilgotności gleby poprawia znacznie zgodność pomiędzy wartościami mierzonymi i wyliczonymi [17]. Dotychczasowa skromna wiedza o wielkości i kształcie makroporów jest czynnikiem ograniczającym przewidywanie zdolności przewodzących gleby.

Makropory odgrywają istotną rolę we wzroście korzeni umożliwiając ominięcie obszarów o nadmiernym oporze mechanicznym i zwiększając w ten sposób objętość gleby przerośniętej korzeniami [3,11]. Ponadto wpływają korzystnie na natlenienie i wzrost korzeni w glebach o wysokiej wilgotności, gdyż są one odwadniane przy większych potencjałach wody glebowej (wyższej wilgotności) i pozostają wypełnione powietrzem przez dłuższy czas [18].

Do badania makroporów stosowane są metody impregnacji gleby żywicą [16] i barwników dodawanych do infiltrującej wody (np. błękit metylenowy) [7,11]. Barwniki te pomagają zidentyfikować pory biorące aktywny udział w przenoszeniu wody, ale do dokładnego określenia ich kształtu i wielkości wymagane jest uwzględnienie adsorpcji barwnika przez glebę [7], której wielkość zależy od rodzaju barwnika, odczynu i zawartości próchnicy w glebie, jak też od właściwości przewodzących gleby. Ograniczona stosowalność metody barwników wskazuje na potrzebę poszukiwania nowych rozwiązań metodycznych umożliwiających dokładny opis kształtu i wielkości porów. Zastosowanie stopu Wood'a do badania porów i makroporów może być takim rozwiązaniem, ponieważ nie jest on adsorbowany przez glebę i jest nieprzeźroczysty. Dotychczas stop Wood'a był stosowany do badań mikroporowatości i mikropęknięć w materiałach budowlanych – przede wszystkim w betonie [8].

Celem pracy było zbadanie możliwości zastosowania stopu Wood'a do badań struktury makroporów glebowych.

MATERIAŁ I METODY

Właściwości fizyczne stopu Wood'a

Zastosowany w badaniach stop Wood'a (producent Adeviq-SPIN Wrocław) ma temperaturę topnienia 75°C. Na ogół stop Wood'a składa się z bizmutu (42,5%), ołowiu (37,7%), cyny (11,3%) i kadmu (8,5%). Jego moduł Young'a wynosi 9,7 GPa, a gęstość 9,4 g·cm⁻³. Napięcie powierzchniowe ciekłego stopu w temperaturze topnienia wynosi około 400 mN·m⁻¹.

Podane parametry nie mają stałych wartości ponieważ skład ilościowy stopu Wooda, a więc i jego właściwości fizykochemiczne, zależą od stosowanej przez producenta technologii. Różnice zawartości poszczególnych składników stopu u różnych producentów mogą być większe od 10%. W efekcie temperatura topnienia może wynosić 65 jak i 88°C, napięcie powierzchniowe stopu może zmieniać w zakresie od 400 do 480 mN·m⁻¹, a gęstość od 9,4 do 9,7 g·cm⁻³ [8,14].

Wypełnianie makroporów glebowych stopem Wood'a

Badania przeprowadzono na materiale glebowym złożonym z powietrznie suchych agregatów o wymiarach 3-5 mm pochodzących z warstwy ornej gleby płowej wytworzonej z utworów pyłowych (Orthic Luvisol) (Felin). Gleba ta zawierała 20% piasku, 48% pyłu, 32% iłu i 1,48 % próchnicy. Gęstość fazy stałej tej gleby wynosiła 2,61 Mg·m⁻³. Agregaty takie często występują w wierzchniej warstwie przygotowanej do siewu gleby i kształtują warunki do wschodów i początkowego wzrostu roślin.

Sposób wypełniania porów przy użyciu stopu Wood'a w stanie ciekłym jest analogiczny jak w porozymetrii rtęciowej, tzn. niezwilżająca ciecz wypełnia pory ośrodka o określonej średnicy, jeśli ciśnienie P_1 przekracza wartość wyrażoną wzorem Young'a-Laplace'a

$$P_{l} = \frac{2\sigma\cos\theta}{r_{l}} \tag{1}$$

gdzie: σ - napięcie powierzchniowe cieczy, θ - kąt zwilżania, r_l - promień najmniejszych porów wypełnionych przy ciśnieniu P_l .

Powietrznie suche agregaty glebowe usypano do cylindra z plexiglasu o średnicy 50 mm i delikatnie zagęszczano do wysokości około 40 mm. Stosunek gęstości gleby i stopu Wood'a wynosi ~ 1:6. Aby zapobiec zmianom struktury próby wynikającej z wyporu hydrostatycznego, górną powierzchnię agregatów przykrywano stalowa siatka o wymiarach oczek 2-2,5 mm. Ponadto wewnątrz cylindra umieszczano pasek tej siatki o szerokości 4 cm uformowany w kształcie prostokąta, którego krótszy bok miał długość nieco mniejszą od średnicy cylindra, a dłuższy nieco większą od wysokości warstwy miedzy górna powierzchnia agregatów a dnem dekla zamykającego cylinder od góry. Dzięki temu siły sprężystości siatki stwarzały stały nacisk, równomiernie rozłożony na całej górnej powierzchni próby glebowej. Następnie w cylindrze umieszczono kawałki stopu Wood'a. Ich objętość dobierano tak, aby stop Wood'a wypełnił 30-35 milimetrową warstwę porów międzyagregatowych nad dnem cylindra. Cylinder z agregatami zamknięto szczelnie deklem z kranem trójdrożnym, umożliwiającym połączenie go z pompą próżniową lub z atmosferą. Po umieszczaniu cylindra w termostacie i usunięciu powietrza podnoszono temperaturę oleju w elemencie grzejnym do około 90°C. W trakcie podgrzewania obserwowano zmiany stanu skupienia stopu Wood'a przez plexiglasowa pokrywę. Po około 30-40 minutach od włączenia termostatu następowało powolne topnienie stopu, który spływał na dno cylindra stopniowo wypełniając pory międzyagregatowe. Po stopieniu całej ilości stopu Wood'a ponownie na kilkanaście sekund włączono pompę próżniową. Następnie kran trójdrożny ustawiono w pozycji łączącej cylinder z atmosferą. Powietrze pod ciśnieniem atmosferycznym powodowało szybkie wtłoczenie stopu Wood'a do pozostałych porów. Po kilkunastu minutach cylinder z agregatami wyjęto z termostatu i pozostawiono na 2-3 godziny w tem-peraturze pokojowej. W tym czasie następowało krzepnięcie stopu w porach oraz wyrównywanie temperatury gleby i otoczenia. Stop Wood'a nie zwilża plexiglasu, więc wyjęcie utrwalonej stopem próby glebowej z cylindra nie nastręczało problemów. Następnie usuwano siatkę stalową, a agregaty glebowe z powierzchniowej warstwy wypłukiwano pod bieżącą wodą. Na powstałej, pozbawionej agregatów, powierzchni widoczne były trójwymiarowe makropory z najwyższej wypełnionej stopem Wood'a warstwy, tak jak przedstawia fotografia 1.



Fot. 1. Makropory międzyagregatowe na górnej powierzchni próby wypełnionej stopem Wood'a **Photo. 1.** Interagreggate macropores on the upper surface of aggregate bed filled with Wood's alloy

Analiza struktury porów międzyagregatowych próby glebowej

Po wypełnieniu makroporów stopem Wood'a badana próba agregatów glebowych tworzyła spójny, nie rozsypujący się obiekt, który mógł być poddany obróbce mechanicznej. W celu uzyskania przekrojów poprzecznych posłużono się obrabiarką do metalu. Ponieważ mocowanie w szczękach obrabiarki eliminowałoby z badań 2-2,5 cm odcinek próby wydłużano ją przy pomocy 3-3,5-centymetrowej warstwy żywicy epoksydowej. Cylindryczny kształt próby umożliwiał jej umocowanie w szczękach obrabiarki. Przy pomocy standardowego noża tokarskiego usuwano warstwę o grubości od 0,5 do 1,5 mm, po czym powierzchnię wygładzano przy pomocy grubo-, a następnie drobnoziarnistego papieru ściernego. Tak przygotowaną powierzchnię fotografowano przy pomocy aparatu cyfrowego. Czynności te powtarzano po usunięciu każdej kolejnej warstwy, co pozwoliło uzyskać sekwencje przekrojów struktury agregatowej gleby. Przykładowy obraz przekroju poprzecznego próby agregatów glebowych przedstawia fotografia 2. Agregaty widoczne są na nim w postaci ciemnych plam. W porównaniu do impregnacji gleby żywicami chemoutwardzalnymi metoda ta charakteryzuje się lepszym kontrastem między agregatami a porami.



Fot. 2. Przekrój poprzeczny próby agregatów glebowych ze stopem Wood'a **Photo. 2**. Cross section of soil aggregate sample with Wood's alloy



Rys. 1. Obraz binarny przekroju agregatów (kolor biały) po operacji progowania **Fig. 1.** Binary image of aggregates (white) after thresholding

W celu poprawienia kontrastu optycznego obrazu każdą powierzchnię pokrywano atramentem. Atrament wsiąkając w agregaty barwił je na czarno. Po kilku minutach starannie usuwano atrament z powierzchni przekroju. Dzięki temu wszystkie agregaty miały jednorodny, czarny kolor pozwalający znacznie lepiej określić granice między stopem i agregatami. Uzyskane w ten sposób obrazy przekrojów zostały przy pomocy programu analizy obrazu Aphelion [1], w wyniku kilku przekształceń morfologicznych, przetworzone do postaci binarnej. Opracowana sekwencja operacji przekształcających miała na celu kolejno: rozłożenie obrazu kolorowego na trzy składowe: czerwoną, zieloną, niebieską (RGB), wybranie obrazu o najlepszych parametrach optycznych, określenie progów dyskryminacji dla każdego przekroju; progowanie (uzyskanie obrazu binarnego); usunięcie małych, nieistotnych elementów obrazu, podział mocno rozgałęzionych elementów fazy stałej na figury wypukłe [2]. Rysunek 1 przedstawia obraz binarny przekroju próbki agregatów. Podczas wnikania stopu Wood'a do próbki wypełnione zostały nie tylko makropory między agregatami, lecz również największe pory wewnątrz agregatów widoczne na fotografii 2 jako białe kropki na ciemnym tle.

Aby zidentyfikować makropor między dwoma agregatami (cząstkami) (rys. 2a) obraz binarny poddano kolejno przekształceniom morfologicznym dylatacji i erozji czyli operacji zamknięcia [5,19]. Operacje te wykonywane są przy pomocy tzw. elementu strukturalnego (ES), którego wielkość można dowolnie zmieniać w trakcie analizy. Jeśli wielkość ES jest mniejsza od połowy odległości między agregatami, wówczas, przy założeniu wypukłości ich kształtu, wykonanie operacji dylatacji, a na powstałym obrazie – erozji, prowadzi do powstania obrazu identycznego jak wejściowy. Jeśli natomiast wielkość ES jest równa lub większa tej odległości, wówczas przekształcenie zamknięcia tworzy obraz analogiczny do przedstawionego na rysunku 2b, na którym zaznaczony jest por między 2 agregatami o promieniu określonym przez wielkość ES. Program Aphelion umożliwia określenie różnicy między obrazami, w wyniku odjęcia odpowiadających sobie wartości pixeli z obu obrazów.



Rys. 2. a, b, c (od lewej do prawej). Identyfikacja poru między dwoma agregatami przy pomocy analizy obrazu a – dwa agregaty, b – dwa agregaty + por, c – por **Fig. 2. a, b, c** (from left to right). Identification of necks between two aggregates with image analysis: a – two aggregates, b – two aggregates with pore, c – pore

Wykonanie tej operacji na obrazach 2b i 2a pozwala uzyskać graficzną postać poru między dwoma agregatami glebowymi (rys.2c). Wielkość ES można więc uważać za miarę wielkości promienia porów, a pole powierzchni figury na rysunku 2c – za miarę objętości zajmowanej przez makropory o tak zdefiniowanym promieniu.

Obie te wielkości mierzone są w pikselach i można je przeliczyć odpowiednio na długość promienia i powierzchnię porów. Powtórzenie tej procedury dla rosnących wielkości ES pozwala otrzymać rozkład kumulatywny porów tzn. zbiór wartości powierzchni lub porowatości odpowiadających mniejszym lub równym promieniom porów niż wielkość aktualnie rozpatrywanego ES. Porowatość P_{ES}^{a} związana z porami mniejszymi lub równymi ES o wartości *a* może być wyliczona z zależności:

$$P_{ES}^{a} = S_{ES}^{a} / S_{tot}; (2)$$

gdzie: S_{ES}^{a} – powierzchnia porów o promieniu mniejszym /równym rozmiarowi *a*-tego elementu strukturalnego ES, S_{tot} – powierzchnia całkowita przekroju próby.

Rysunek 3 przedstawia wynik omówionej procedury odejmowania obrazów w zastosowaniu do jednego z otrzymanych przekrojów badanych prób agregatowych. Ostatni z nich (rys. 3c) przedstawia makropory o rozmiarach promieni geometrycznych ≤ 0.6 mm, zidentyfikowane na rysunku 3a.



Rys. 3. a, b, c (od lewej do prawej). Identyfikacja porów (kolor czarny) między agregatami (kolor biały) przy pomocy analizy obrazu a – agregaty, b – agregaty + pory, c – pory o promieniu $\leq 0,60 \text{ mm}$

Fig. 3. a, b, c (from left to right). Identification of pores (black) between aggregates (white) with image analysis: a – aggregates, b –aggregates with pores, c – pores of radius <=0.60 mm only

Przykłady otrzymanych przy pomocy tej procedury dystrybuanty porów międzyagregatowych, dla różnych odległości od dna cylindra, przedstawiono na rysunkach 4 i 5. Zakres wielkości oznaczonych makroporów dla wszystkich przekrojów wynosi od 0,1 do 1,9 mm. Dystrybuanty porów są miarą homogeniczności badanej próby agregatów. Na ich podstawie można zauważyć występowanie niejednorodności ich upakowania na różnych głębokościach. Szczególnie widoczne jest to na rysunku 4 gdzie porowatości różnią się o ~10%. Na uwagę zasługuje stosunkowa duża wartość stwierdzonej porowatości międzyagregatowej wynosząca około 50-60%.

Należy podkreślić, że metoda analizy obrazu umożliwia bezpośrednie określanie rozkładu wielkości rzeczywistych promieni geometrycznych zarówno makroporów jak i mniejszych porów ośrodka glebowego. Warunkiem jego uzyskania jest posiadanie obrazu przekroju badanej struktury porowatej z wyraźnie zaznaczonymi granicami międzyfazowymi (np. gleba – stop Wood'a).



Rys. 4. Dystrybuanta makroporów międzyagregatowych w 1-ej serii pomiarowej. Głębokości przekrojów (mm) podano w górnej części rysunku.

Fig. 4. Cumulative pore size distribution between aggregates for 1st measurement series. Cross section depths in mm are given in upper part of the figure.



Rys. 5. Dystrybuanta makroporów międzyagregatowych w 2-ej serii pomiarowej. Głębokości przekrojów (mm) podano w górnej części rysunku.

Fig. 5. Cumulative pore size distribution between aggregates for 2nd measurement series. Cross section depths in mm are given in upper part of the figure.

Od kilku lat stop Wood'a jest również stosowany w badaniach porowatych materiałów budowlanych, przy czym górny zakres stosowanych ciśnień jest w tym przypadku znacznie wyższy i dochodzi do 10 MPa.

Minimalna wielkość zapełnionych stopem Wood'a porów zależy od ciśnienia zewnętrznego i czasu penetracji, który w tym przypadku może być dowolnie długi. Cecha ta świadczy o większych jej możliwościach w stosunku do metody nasycania badanego ośrodka żywicami chemoutwardzalnymi. W tym ostatnim przypadku, w trakcie procesu nasycania ośrodka, lepkość żywicy stopniowo rośnie, co zmniejsza/ogranicza penetrację żywicy w badanym ośrodku. Z danych literaturowych wynika, że metoda ta umożliwia wypełnienie stopem nawet porów mniejszych niż 0,1 µm [14,15].

PODSUMOWANIE

Przedstawiono nowy sposób badania struktury porów międzyagregatowych gleby, polegający na wypełnieniu porów stopem Wood'a i analizie obrazu przekrojów. Właściwości fizyczne tego stopu pozwalają utrwalić strukturę porów międzyagregatowych i uzyskać przekroje poprzeczne na dowolnie wybranych głębokościach badanej próby. Zaletą tej metody jest dobry kontrast optyczny między agregatami i porami oraz bezpośredni pomiar wielkości porów.

Opisano aparaturę do wypełniania porów międzyagregatowych stopem Wood'a, sposób uzyskiwania przekrojów poprzecznych, jak również opracowaną procedurę analizy obrazu makroporów glebowych. Przedstawiono uzyskane dystrybuanty makroporów międzyagregatowych gleby płowej wytworzonej z utworów pyłowych.

Istotną cechą przedstawionej metodyki jest niezależność uzyskiwanych charakterystyk porów od napięcia powierzchniowego ciekłego stopu Wood'a i kąta zwilżania między tym stopem a agregatami glebowymi.

PIŚMIENNICTWO

- 1. Aphelion. Elektroniczny podręcznik użytkowania . AAI Inc., ADCIS S.A 1997
- 2. Czachor H., Lipiec J.: Quantification of soil macroporosity with image analysis. Int. Agrophysics, 18, 217-223, 2004.
- 3. **Gliński J., Lipiec J.:** Soil Physical Conditions and Plant Roots, CRC Press, Boca Raton, FL, USA, 250, 1990.
- 4. Heathman G.C., Ahuja L.R., Timlin D.J., Johnsen K.E.: Surface aggregates and macropore effects on chemical transport in soil under rainfall. Soil Sci. Soc. Am. J., 59, 990-997, 1995.
- 5. **Horgan G.W.:** Mathematical morphology for analysing soil structure from images. Eur. J. Soil Sci., 49, 161-174, 1998.
- Horton R., Ankeny M.D., Allmaras, R.R.: Effects of soil compaction on soil hydraulic properties. In: Soane, B.D., van Ouwerkerk, C.(Eds.), Soil Compaction in Crop Production. Elsevier, Amsterdam, Netherlands, 141-165, 1994.

- 7. Kasteel R., Vogel H.J., Roth K.: Effect of non-linear adsorption on the transport behaviour of Brillant Blue in a field soil. Eurp. J. Soil Sci., 53, 231-240, 2002.
- Kelly L., Willis K.L., Abell A. B., Lange1 D. A.: Image-Based Characterization of Cement Pore Structure using Wood's Metal Intrusion. Cement and Concrete Research, 28(12), 1695-1705, 1998.
- 9. Kumar A., Kanwar, R.S., Ahuja, L.R.: Evaluation of preferential flow component of RZWQM in simulating water and atrazine transport to subsurface drains. Trans. ASAE, 41, 3, 627-638. 1998.
- Lin H.S., McInnes, K.J., Wilding L.P., Hallmark, C.T.: Effective porosity and flow rate with infiltration at low tensions into a well-structured subsoil. Trans. ASAE 39, 131-133. 1996.
- 11. Lipiec J., Hatano R.: Quantification of compaction effects on soil physical properties and crop growth. Geoderma, 116, 107-136, 2003a.
- Lipiec J., Kuś J., Nosalewicz A., Smarz M.: The effect of various tillage methods on stained porosity and water infiltration. In: Abstracts of International Workshop on Soil Physical Quality (Editors: A.R. Dexter, Czyż, E.A.), EC Centre of Excellence PROLAND, Puławy, 2-4 October 2003, 57-60, 2003b.
- Ludwig R., Gerke H.H., Wendroth, O.: Describing water flow in macroporous field soils using the modified macro model. Journal of Hydrology, 215, 135-152. 1999.
- 14. **Nemati K.M.:** Preserving microstructure of concrete under load using the Wood's metal technique. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences 37, 133-142, 2000.
- 15. Nemati K. M., Monteiro P.J.M.: A new method to observe three-dimensional fractures in concrete using liquid metal porosimetry technique. Cement and Concrete Research 27, 1333-1341, 1997.
- 16. **Stowińska-Jurkiewicz A., Domżał H.:** The structure of the cultivated horizon of soil compacted by the wheels of agricultural tractors. Soil Till. Res., 19, 215-226. 1991.
- 17. Walczak R.T., Sławiński C., Sobczuk H.A., Gliński J.: Aspekt hydrologiczny w modelu EURO-ACCESS . Acta Agrophysica, 9, 5-71. 1998.
- 18. Witkowska-Walczak B.: Wpływ struktury agregatowej gleb mineralnych na ich hydrofizyczne charakterystyki. Acta Agrophysica 30, 5-96, 2000
- 19. Wojnar L.: Image Analysis. Applications in Materials Engineering. CRC Press LLC. 1999.

ATTEMPT AT WOOD'S ALLOY APPLICATION TO DETERMINE SOIL MACROPOROSITY

Henryk Czachor, Jerzy Lipiec

Institute of Agrophysics, Polish Academy of Sciences, ul. Doświadczalna 4, 20-290 Lublin 27 e-mail: hczachor@demeter.ipan.lublin.pl

Abstract. Method of filling a soil aggregate bed with Wood's alloy, preparation of cross sections and determination of macropores by means of image analysis is presented. Application of Wood's alloy in liquid state (at temperature of ~80-90°C) and then its hardening allow precise identification of the size and shape of inter-aggregate pores. Opaqueness and high surface tension of the alloy allow obtaining a good optical contrast between macropores and soil. Cumulative distribution of macropore radius between soil aggregates on cross sections by means of image analysis package has been determined. Important feature of the presented method is the independence of the obtained pore size distribution on Wood's alloy surface tension and wetting angle between the alloy and soil aggregates.

Keywords: Wood's alloy, image analysis, soil macropores