

Tadeusz Rudko, Mieczysław Hajnos, Zofia Sokolowska
Instytut Agrofizyki PAN w Lublinie

Próba zastosowania metody porozymetrii rtęciowej do badania mikrostruktury łuszczyn rzepaku

An attempt to apply mercury porosimetry method to investigations of microstructure of rapeseed pods

Słowa kluczowe: rzepak, pękanie łuszczyn, mikrostruktura, porowatość wewnętrzna, porozymetria rtęciowa

Pękanie łuszczyn rzepaku jest przyczyną strat plonu nasion. Wpływ na to mają czynniki zewnętrzne jak i budowa anatomiczna łuszczyn. W pracy podjęto próbę zastosowania porozymetrii rtęciowej do badania mikrostruktury łuszczyn. Stwierdzono, że łuszczyny łatwo pękające cechuje zdecydowanie wyższa zawartość mikroporów $2040 \text{ mm}^3 \text{ g}^{-1}$ niż łuszczyny trudno pękające $1460 \text{ mm}^3 \text{ g}^{-1}$.

Key words: oilseed rape, pod cracking, microstructure, internal porosity, the mercury porosimetry method

Both native and cultivated plants are characterized by natural tenacity to preserve species in a given area and spread onto new areas. Mature fruits of plants, for example pods, are prone to break and shed seeds. Among cultivated plants, this phenomenon is particularly visible and of economic importance in the case of rapeseed because of yield losses from 3% to 20%. This is influenced by external factors and anatomical structure of pods. A need for the understanding of internal constitution and porous structure of pods prompted the authors to conduct this study. Mercury intrusion porosimetry was used to determine microstructure of the rape pods and to recognize the reasons of their breakage.

The pods of spring rape, variety Star, taken from plants at full maturity growth stage were used in this study. Before measurements of microporosity, susceptibility of the pods to breaking was estimated using bending test. Two groups of pods, easily and not easily breakable, were separated. To determine microporosity of the pods, the mercury porosimeter Carlo Erba, Model 2000 with maximum mercury intrusion pressure of 200 MPa was used.

It was found that pods easily breakable in comparison to more resistant pods have a higher total porosity. The content of micropores in easily breakable pods was $2040 \text{ mm}^3/\text{g}$ and $1460 \text{ mm}^3/\text{g}$ in more resistant pods. The method proposed can be useful in estimating susceptibility of pods to breaking.

Wstęp

Rośliny dziko rosnące, jak i uprawne cechuje naturalne dążenie do zachowania gatunku, utrzymywania i zajmowania nowych przestrzeni. Dlatego posiadają one skłonność do pęknięcia dojrzałych owoców na przykład łuszczyn czy strąków i osypywania (wysiewania) nasion. Wśród roślin uprawnych zjawisko to jest szczególnie widoczne i gospodarczo ważne w przypadku rzepaku, ponieważ jest przyczyną strat plonu nasion wynoszących od 3 do 20%.

Podatność łuszczyn rzepaku na pęknięcie oceniano różnorodnymi metodami. Charakteryzowano to zjawisko na podstawie ilości nasion osypanych na powierzchnię gleby, ilości pękniętych łuszczyn lub ilości osypanych nasion do pojemników umieszczanych pomiędzy rzędami roślin (Jakubiec, Grochowski 1963; Loof 1961). Innym sposobem było liczenie wyrosłych roślin z osypanych nasion, czy ilości pękniętych łuszczyn, po prowokacyjnym przetrzymaniu roślin na polu po okresie dojrzałości pełnej (Josefsson 1968). Inną grupę stanowiły metody bezpośrednie opierające się w swoim założeniu na wyznaczeniu siły powodującej pęknięcie łuszczyn. Poczynając od najprostszej oceny polegającej na ścisaniu łuszczyny w dłoni (Tomaszewska 1964), czy stosując stałą siłę dla roślin umocowanych w specjalnym przyrządzie omlotowym (Jakubiec, Grochowski 1963). Następnym etapem było wykorzystanie do badań aparatury wytrzymałościowej, przy użyciu której rozrywano połączenia kłap łuszczyny w szwach (Szołt, Tys 1980). Określano siłę powodującą pęknięcie przez wyginanie całej łuszczyny (Kadkol i in. 1984) lub odrywano kłapę łuszczyny przyklejonej do podłoża (Morgan i in. 1998). Metoda polegająca na skręcaniu łuszczyny o stały kąt w aparaturze wytrzymałościowej (Reznicek 1973; Szołt, Tys 1987) pozwala szczegółowo opisać parametry wytrzymałościowe. W metodach wykorzystujących aparaturę wytrzymałościową, pomiary utrudnia nieregularny kształt łuszczyn (zróżnicowana długość, w różnym stopniu występujące sierpowate wygięcia) oraz bardzo niskie wartości siły (ok. 1–2 N) powodującej pęknięcie łuszczyny. Opracowano także metodę oceny podatności na pęknięcie łuszczyn z zastosowaniem testu zginania ogonka łuszczyny, pozwalającą na wyznaczenie wartości siły powodującej pęknięcie połączeń kłap łuszczyny (Rudko 2000).

Mechanizm pęknięcia łuszczyn wyjaśniano dokonując analizy budowy morfologicznej i anatomicznej łuszczyn łatwo i trudno pękających (Tomaszewska 1964). Od budowy anatomicznej zależy wielkość wewnętrznych naprężeń występujących w łuszczynie. Nierównomierne zdrewnienie i różna grubość ścian komórek parenchymy wewnętrznej powoduje nierównomierne wysychanie komórek przy dojrzewaniu. Następstwem tego są różnice napięć powodujące pęknięcie łuszczyny. Prace nad rzepakiem i rzepikiem pozwoliły stwierdzić, że u odmian skłonnych do pęknięcia proces drewnienia łuszczyn przebiega później i wolniej, a w łuszczynie wykształca się mniej elementów zdrewniałych i grubościennych. Natomiast odmiany

bardziej podatne na pękanie mają więcej komórek zdrewniałych i grubościennych na brzegu łuszczyzny, mniej komórek parenchymy wewnętrznej o zdrewniałych ścianach i grubsze ściany komórek w wiązce szwu. Powoduje to większe różnice napięć i sił dążących do otwarcia łuszczyzny. Być może nie tylko morfologia i budowa anatomiczna łuszczyzny decyduje o ich podatności na pękanie.

Autorzy sądzą, że porowata struktura łuszczyzn powinna odgrywać pewną rolę w procesie pęknięcia. Do badania budowy wewnętrznej materiałów porowatych wykorzystywano metodę porozymetrii rtęciowej. Początkowo była ona stosowana do wyznaczania zawartości mikroporów w materiałach przemysłu chemicznego i w metalurgii. Wysoce przydatna okazała się w oznaczaniu porowatości gleb (Diamond 1970; Nagpal i in. 1972; Sridharan, Venkatapra 1972; Churchman i in. 1983; Kozak 1994; Lawrence 1997; Hajnos 1998). Hajnos (2002) wykazał przydatność porozymetrii rtęciowej do analizy porowatości gleb organicznych, torfów i murszy. W badaniach materiałów roślinnych nie znajdowała szerszego zastosowania, chociaż z powodzeniem wykorzystano ją do oznaczania porowatości wewnętrznej ziarna pszenicy (Stawiński i Szot 1976, Konstankiewicz i in. 1998), jak również struktury ekstrudatów ziemniaczanych i pszennych (Jamroz i in. 1996, 1999). W niniejszej pracy podjęto próbę zastosowania metody porozymetrii rtęciowej do badania mikrostruktury łuszczyzn w celu określenia przyczyn pęknięcia łuszczyzn rzepaku.

Material i opis metody

Material stanowiły łuszczyzny rzepaku jarego odmiany Star pobrane z roślin w okresie dojrzałości pełnej. Przed poddaniem łuszczyzn badaniom na zawartość mikroporów, przeprowadzono ocenę podatności łuszczyzn na pękanie wyodrębniając dwie grupy łuszczyzn łatwo i trudno pękających w teście zginania (Rudko 2000).

Pomiary porowatości łuszczyzn były przeprowadzone na próbkach (łuszczyzny bez nasion) o masie 0,1 g, suszonych wstępnie w temperaturze 105°C. Użyto porozymetru rtęciowego firmy Carlo Erba, Model 2000, w którym maksymalne ciśnienie wtłaczanej rtęci wynosi 200 MPa. Dokładność rejestracji ciśnienia wtłaczanej rtęci wynosiła 0,01 MPa. Próbki były umieszczane w dylatometrach, wstępnie odgazowane do 1,3 kPa i wypełniane rtęcią. Objętość rtęci (V) penetrującej próbkę jest funkcją zmiany ciśnienia (p_m)

$$V = V(p_m)$$

Rozmiar promienia dany jest równaniem Washburn'a:

$$r_0 = -2 \sigma_m \cos \theta_m / p_m$$

gdzie:

- σ_m — napięcie powierzchniowe rtęci,
- θ_m — kąt zwilżania rtęci (przyjmujemy 141,3°).

Objętość porów o promieniu mniejszym od r_0 wylicza się z różnicy:

$$V(r < r_0) = V_0 - V_s - V(p_m)$$

gdzie:

V_s — objętość fazy stałej próbki,

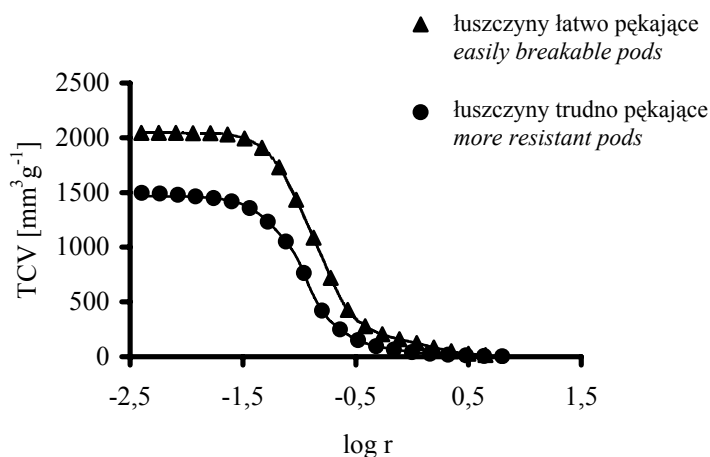
V_0 — objętość niezajęta przez rtęć po zalaniu nią próbki przed rozpoczęciem procesu intruzji,

$V(p_m)$ — objętość rtęci wtłoczonej do próbki przy danym ciśnieniu.

Dane porozymetryczne przetwarzano stosując program komputerowy Milestone 100, będący na wyposażeniu porozymetru.

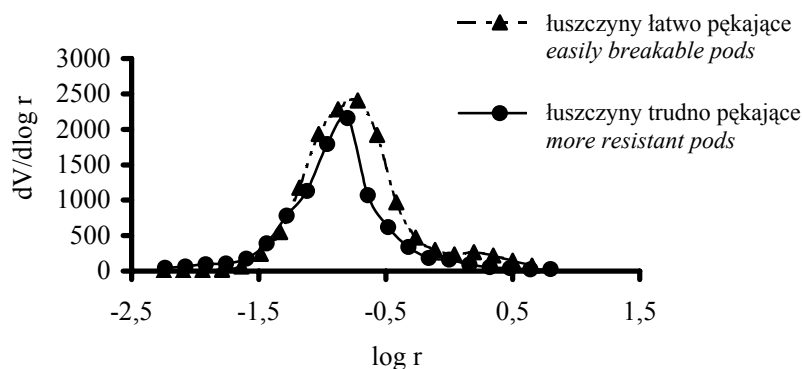
Wyniki

Na rysunkach 1 i 2 oraz w tabeli 1 przedstawiono wyniki porowatości łuszczyn rzepaku jarego odmiany Star. Całkowita objętość porów, TCV (rys. 1), była wielkością otrzymaną bezpośrednio z pomiarów porozymetrycznych, jako objętość wtłoczonej rtęci do próbki. Natomiast pozostałe wartości, takie jak gęstość objętościowa, powierzchnia właściwa porów, średni promień porów i porowatość całkowita (tab. 1) zostały wyliczone na jej podstawie przy przyjęciu do obliczeń cylindrycznego modelu porów. Należy podkreślić, że metodą porozymetrii rtęciowej mierzone są tylko pory w zakresie rozmiarów od około 4 do 7500 μm . Tak więc nie wszystkie pory obecne w badanym materiale zostały zmierzone. Dotyczy to przede wszystkim makroporów oraz częściowo większych porów kapilarnych.



Rys. 1. Zależność całkowitej objętości porów (TCV) łuszczyn rzepaku jarego odmiany Star od ich promienia (r [μm]) — Total pore volume (TCV) of spring rape pod cv. Star versus pore radius (r [μm])

Na rysunku 1 przedstawiono krzywe kumulatywne objętości porów w łuszczynach. Jak wynika z tego rysunku porowatość obu grup badanych łuszczyn zdecydowanie się różniła. Całkowita objętość porów łuszczyn rzepaku łatwo pękających wynosiła $2040 \text{ mm}^3 \text{ g}^{-1}$, a trudno pękających $1460 \text{ mm}^3 \text{ g}^{-1}$.



Rys. 2. Zależność rozkładu objętości porów ($V [\text{mm}^3 \text{ g}^{-1}]$) łuszczyn rzepaku jarego odmiany Star od logarytmu ich promienia ($r [\mu\text{m}]$) — *Frequency of pore volume ($V [\text{mm}^3 \text{ g}^{-1}]$) of spring rape pod cv. Star versus logarithm of pore radius ($r [\mu\text{m}]$)*

Przedstawienie rozkładów objętości porów w różnych przedziałach wielkości ich promieni (PSD, *pore size distribution*) jest bardziej obrazowe i pozwala na porównanie obiektów znacznie różniących się. Krzywe PSD (rys. 2) dla badanych łuszczyn posiadały pojedyncze ostre maksimum, co świadczy o występowaniu porów o podobnych rozmiarach. Bardziej jednorodne pod względem wielkości porów były łuszczyny trudno pękające (ostry, wysmukły pik). Krzywa PSD dla łuszczyn łatwo pękających wykazywała jeden wyraźny wysoki pik oraz drugi, zdecydowanie mniejszy, występujący przy większych rozmiarach porów. Takie piki PSD sugerują istnienie wielu porów o zróżnicowanym promieniu. Zakres występowania mikroporów, zarówno dla łuszczyn rzepaku łatwo i trudno pękających, był podobny i mieścił się w przedziale promieni porów od $3,150$ do $0,032 \mu\text{m}$ (rys. 2). Jednak maksymalna ilość mikroporów obu grup łuszczyn dotyczy porów o wartości promieni około $0,160 \mu\text{m}$. Z rysunku 2 wynika także, że łuszczyny rzepaku łatwo pękające wykazują większą mikroporowatość.

Generalnie, łuszczyny łatwo pękające charakteryzowały się większą objętością porów, większym średnim promieniem porów oraz większą różnorodnością wielkości porów w porównaniu do łuszczyn trudno pękających.

Podsumowując można stwierdzić, że metoda porozymetrii rtęciowej może służyć do oceny wielkości i ilości mikroporów w łuszczynach rzepaku i na tej podstawie można pośrednio określać ilościowo właściwości mechaniczne łuszczyn rzepaku.

Tabela 1

Parametry struktury dla łuszczyń rzepaku jarego odmiany Star otrzymane na podstawie pomiarów porozymetrycznych, przy założeniu cylindrycznego modelu porów*

*Results of porosimetric analyses for spring rape pods cv. Star obtained from cylindrical pore model**

Łuszczyzny <i>Pods</i>	TCV [mm ³ g ⁻¹]	ρ^* [g cm ³]	SSA* [m ² g ⁻¹]	r_{sr}^* [μ m]	TP* [%]
Łatwo pękające <i>Easily break</i>	2040	0,35	38,24	1,577	71,58
Trudno pękające <i>Harder break</i>	1460	0,45	36,58	0,999	65,94

TCV — całkowita objętość porów, ρ — gęstość objętościowa, SSA — powierzchnia właściwa porów, r_{sr} — średni promień, TP — porowatość całkowita

TCV — total pore volume, ρ — bulk density, SSA — pore specific surface area, r_{sr} — average pore radius, TP — total porosity

Wnioski

1. Stwierdzono, że łuszczyzny łatwo pękające cechuje zdecydowanie wyższa porowatość całkowita w porównaniu z łuszczyznami trudno pękającymi.
2. Proponowana metoda może być przydatna do oceny podatności łuszczyń na pękanie.

Literatura

- Churchman G.J., Payne D. 1983. Mercury intrusion porosimetry of some New Zeland soils in relation to clay mineralogy and texture. *J. Soil Sci.*, 34: 437-451.
- Diamond S. 1970. Pore size distributions in clays. *Clays Clay Miner.*, 18: 7-23.
- Hajnos M. 1998. Porozymetria rtęciowa na tle innych metod wyznaczania mikrostruktury materiałów glebowych. *Zesz. Probl. Post. Nauk. Roln.*, 461: 523-537.
- Hajnos M. 2002. Zastosowanie porozymetrii rtęciowej do badania struktury porowatej murszów. *Acta Agrophysica*, 68: 45-50.
- Jakubiec J., Grochowski L. 1963. Polowa i laboratoryjna ocena odporności dwóch odmian rzepaku jarego na pękanie łuszczyń. *Zesz. Nauk SGGW – Rolnictwo*, 7: 49-65.
- Jamroz J., Hajnos M., Sokołowska Z. 1996. The use of the mercury porosimetry for evaluation of micropore size distribution in potato extrudates. *Inter. Agrophysics*, 10: 295-302.
- Jamroz J., Hajnos M., Sokołowska Z. 1999. Application of the mercury porosimetry to the porosity study of wheat flour extrudates. *Inter. Agrophysics*, 13: 445-449.

- Josefsson E. 1968. Investigations on shattering resistance of cruciferous oil crops. Zeitschrift für Pflanzenzüchtung, 59/4: 384-395. Communic from Swedish Seed Association No. 306.
- Kadkol G.P., Mac Millan R.H., Burrow R.P., Halloran G.M. 1984. Evaluation of brassica genotypes for resistance to shatter. I. Development of a laboratory test. EUPHYTIA. Netherlands Journal of Plant Breeding, 33: 63-73.
- Konstankiewicz K., Księżopolska A., Stawiński J. 1998. Zastosowanie porozymetrii rtęciowej do badań mikrostruktury materiałów rolniczych. Zesz. Probl. Post. Nauk. Roln., 461: 503-521.
- Kozak E. 1994. Aspekty metodyczne wyznaczania rozkładu rozmiarów porów i wymiaru fraktalnego materiałów glebowych. Praca doktorska. Instytut Agrofizyki PAN Lublin.
- Lawrence G.P. 1997. Measurement of pore sizes in fine-textured soils: a review of existing techniques. J. Soil Sci., 28: 527-540.
- Loof B. 1961. Platzfestigkeit als Zuchtproblem bei Oilpflanzen der familie Cruciferae. Zeitschrift für Pflanzenzüchtung, 46: 405-416.
- Morgan C.L., Bruce D.M., Child R., Ladbrooke Z.L., Arthur A.E. 1998. Genetic variation for pod shatter resistance among lines of oilseed rape developed from synthetic *B. napus*. Field Crops Research, 58: 153-165.
- Nagpal N.K., Boersma L., Debacker L.W. 1972. Pore size distribution of soils from mercury intrusion porosimeter data. Proc. Soil Sci. Soc. Am., 36: 264-267.
- Reznicek R. 1973. Vysterovani agrofizikalnych vlasnosti repky. Zemed. Tech., 2: 87-92.
- Rudko T. 2000. Próba zastosowania testu zginania do oceny podatności łuszczyń rzepaku jarego na pękanie. Acta Agrophysica, 37: 193-198.
- Sridharan A., Venkatapra R.G. 1972. Pore size distribution of soils from mercury intrusion porosimetry data. Proc. Soil Sci. Soc. Am., 36: 980-981.
- Stawiński J., Szot B. 1976. Zastosowanie porozymetru rtęciowego do oznaczania porowatości wewnętrznej ziarna pszenicy. Hodowla Roślin, Aklimatyzacja i Nasiennictwo, 20 (3): 321-327.
- Szot B., Tys J. 1980. Metody oceny podstawowych cech mechanicznych owoców roślin oleistych i strączkowych. Wyższa Szkoła Rolniczo-Pedagogiczna w Siedlcach, Biofizyka: 267-280.
- Szot B., Tys J. 1987. Metodyka badań mechanicznych właściwości łuszczyń i łodyg rzepaku. Zeszyty Problemowe Postępów Nauk Rolniczych, 321: 193-202.
- Tomaszewska Z. 1964. Badania morfologiczne i anatomiczne łuszczyń kilku odmian rzepaku i rzepiku ozimego oraz przyczyny i mechanizm ich pękania. Hodowla Roślin, Aklimatyzacja i Nasiennictwo, 8 (2): 147-180.