

PORÓWNANIE ROZKŁADU GRANULOMETRYCZNEGO CZĄSTEK
GLEBOWYCH METODĄ DYFRAKЦИИ LASEROWEJ I METODĄ
SEDI-MENTACYJNĄ

Magdalena Ryżak, Ryszard. T. Walczak, Jerzy Niewczas

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

Streszczenie. W pracy przedstawiono porównanie rozkładu granulometrycznego 22 gleb zmierzonego metodą areometryczną i metodą dyfrakcji laserowej. Dane uzyskane tymi metodami nie były identyczne i nie można ich porównywać bez zastosowania odpowiednich przeliczeń. Przedstawione w pracy równania regresji pozwalają na porównywanie wyników z obu metod. Uzyskane wyniki należy traktować jako wstępne, stanowiące zapowiedź dalszych badań na szerszym materiale glebowym.

Słowa kluczowe: rozkład granulometryczny, metoda areometryczna, metoda dyfrakcji laserowej

WSTĘP

Rozkład granulometryczny jest jedną z najbardziej podstawowych fizycznych charakterystyk gleby [12,20,21,22,23]. Wpływa on bezpośrednio na wiele fizycznych właściwości gleby oraz procesów w niej zachodzących, jest również podstawą klasyfikacji gatunkowej gleby. W oparciu o parametry fazy stałej gleby, w tym rozkład granulometryczny, wyznacza się podstawowe hydrofizyczne charakterystyki gleby m.in.: retencję wodną oraz wartości współczynników przewodnictwa wodnego w strefie nasyconej i nienasyconej [21].

Według Lovelanda i Whalley'a [16], klasyfikację gleb na podstawie wielkości cząstek zapoczątkował Atterberg [1] w 1916r. Loveland i Whalley podają również, że Oden [18] jako pierwszy w 1915 r zastosował prawo Stokesa do potrzeb fizyki gleby. Obecnie znanych jest około 400 metod określania wielkości cząstek [16]. Do najczęściej stosowanych metod pomiaru rozkładu granulometrycznego gleby należą metody sitowo-pipetowe oraz areometryczne. Mimo szerokiego zastosowania tych metod należy pamiętać o tym, że są one obarczone błędami.

Metody sitowe nie nadają się do pomiaru bardzo małych cząstek ze względu na rozmiary oczek sita. Ponadto wynik pomiaru zależy od czasu przesiewania i siły wytrząsania i nie zawiera informacji o wielkości cząstki, a jedynie mierzy drugi maksymalny wymiar cząstki [19]. Z kolei metody pipetowa i areometryczna opierają się na prawie Stokesa, które zakłada kulistość badanych cząstek oraz ich jednakową gęstość. Tymczasem w przypadku gleb założenia te często nie są spełnione, gdyż kształt cząstek odbiega od kulistego, a składniki gleby mają różną gęstość. Zatem wyniki uzyskane tymi metodami należy traktować jako przybliżone.

Metody sitowo-pipetowa oraz areometryczne były dotychczas szeroko stosowane ze względu na brak dokładniejszych metod pomiaru rozkładu granulometrycznego cząstek. Postęp technologiczny w dziedzinie elektroniki, jaki dokonał się w ostatnich latach, pozwolił na szerokie zastosowanie nowej metody pomiaru rozkładu granulometrycznego cząstek w glebie, jaką jest metoda dyfrakcji laserowej. Zastosowanie tej metody wcześniej było praktycznie niemożliwe ze względu na skomplikowane obliczenia, które wymagały zastosowania szybkich procesorów. Metoda dyfrakcji laserowej, stosowana w wielu gałęziach przemysłu, znajduje również coraz częściej zastosowanie w pomiarach rozkładu granulometrycznego cząstek glebowych [2-11,14,15,17]. Metoda dyfrakcji laserowej nie daje identycznych wyników w porównaniu z wcześniej stosowanymi metodami. Jest to spowodowane tym, że metoda dyfrakcji laserowej opiera się na innych prawach fizycznych i stosuje inne przybliżenia, niż metody sedymentacyjne. Pojawia się więc konieczność znalezienia zależności pomiędzy wynikami uzyskanymi metodą dyfrakcji laserowej, a metodami stosowanymi wcześniej. W kilku pracach podejmowano próby znalezienia takich zależności [2,3,6,9,15,17], ale dotyczyły one głównie drobnych frakcji.

Celem tej pracy jest porównanie wyników uzyskiwanych metodą dyfrakcji laserowej i metodami sedymentacyjnymi oraz przedstawienie zależności umożliwiających przeliczanie wyników pomiędzy tymi metodami. Jest to konieczne do rozpoznania gatunku gleby, który określa się na podstawie rozkładu granulometrycznego gleby uzyskanego metodą areometryczną.

MATERIAŁ I METODYKA

Pomiar 22 próbek glebowych przeprowadzono metodą dyfrakcji laserowej na aparacie Malvern Mastersizer 2000, mierzącego cząstki w zakresie 0,02-2000 μm . Pomiar przeprowadzono w dyspersji cieczowej, a do pomiarów użyto wody destylowanej o współczynniku załamania światła 1,33. Przed pomiarem próbki dwukrotnie poddawano działaniu ultradźwięków o maksymalnej mocy (łącznie 4 minuty). Ultradźwięki pochodziły z sondy ultradźwiękowej o maksymalnej mocy 300W. Do obliczeń wielkości cząstek zastosowano teorię Mie, która opisuje

oddziaływanie światła z materią dzięki dokładnemu rozwiązaniu równań Maxwella. Korzystanie w obliczeniach z teorii Mie wymaga podania współczynników załamania i absorpcji światła przez cząstki znajdujące się na drodze światła lasera. W obliczeniach przyjęto dla próbek glebowych współczynnik załamania światła równy 1,577 oraz współczynnik absorpcji wynoszący 0,1.

W celu porównania wyników uzyskanych metodą dyfrakcji laserowej z metodą areometryczną dla 22 próbek oznaczono rozkład granulometryczny metodą areometryczną Cassagrande'a w modyfikacji Prószyńskiego.

Granice poszczególnych frakcji przyjęto zgodnie z klasyfikacją FAO [13]: piasek 2-0,05 mm, pył 0,05-0,002 mm, il < 0,002 mm.

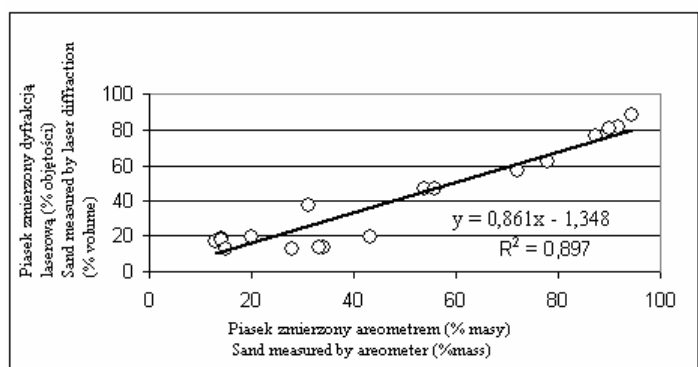
WYNIKI

Rozkład granulometryczny badanych gleb uzyskany metodą areometryczną przedstawiono w tabeli 1. Sumy poszczególnych frakcji mogą być różne od 100%, co wynika z zaokrąglania wyników do liczb całkowitych.

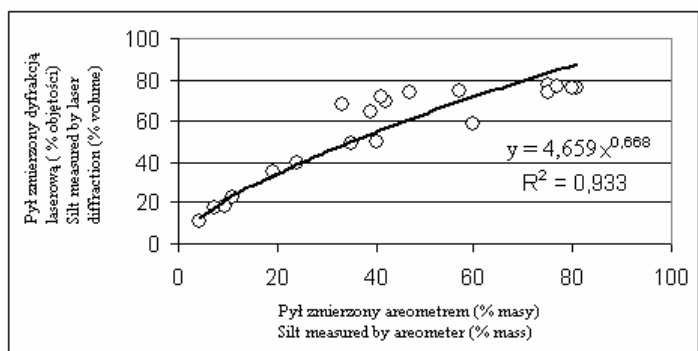
Tabela 1. Rozkład granulometryczny 22 gleb wyznaczony metodą areometryczną i dyfrakcji laserowej
Table 1. Particle size distribution of 22 soils determined by areometer and laser diffraction methods

Nr gleby Soil number	Udział procentowy poszczególnych frakcji – Percentage of particular fractions (%)					
	Zmierzony areometrem Measured by areometer			Zmierzony metodą dyfrakcji laserowej Measured by laser diffraction		
	Piasek – Sand	Pył – Silt	Il – Clay	Piasek – Sand	Pył – Silt	Il – Clay
1	54	40	6	47	50	3
2	56	40	4	47	50	3
3	56	35	9	47	50	3
4	72	24	4	57	40	3
5	78	19	3	62	36	2
6	31	60	9	38	59	3
7	13	75	12	17	77	6
8	13	75	12	17	77	6
9	14	81	5	18	76	6
10	14	80	6	18	76	6
11	20	75	5	20	74	6
12	14	77	9	18	77	5
13	33	42	23	14	70	16
14	34	41	25	13	72	15
15	28	47	25	12	74	14
16	33	39	28	14	65	22
17	43	33	24	20	68	12
18	15	57	28	13	75	13
19	87	11	2	77	22	1
20	92	7	1	82	18	1
21	90	9	1	81	18	1
22	94	4	1	88	11	1

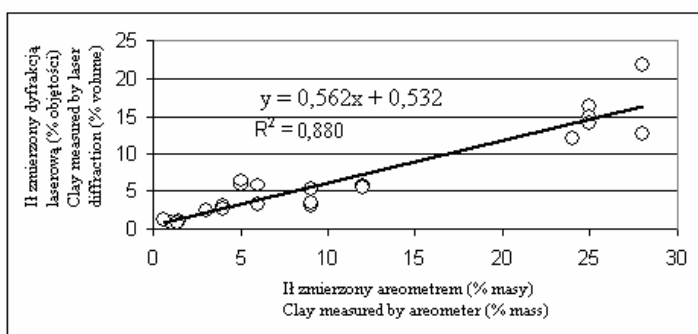
Na rysunku 1 przedstawiono porównanie odpowiadających sobie frakcji gleb zmierzonych obiema metodami.



a)



b)



c)

Rys. 1. Związki między frakcjami a) piasku, b) pyłu, c) iłu uzyskanego metodą areometryczną i metodą dyfrakcji laserowej dla 22 badanych próbek glebowych

Fig. 1. Relations between fractions of a) sand, b) silt, c) clay obtained by areometer method and laser diffraction method for 22 examined soil samples

Do opisu zależności między odpowiadającymi sobie frakcjami zastosowano te same modele regresji, których użył Eshel i inni [12]. Zestawienie równań regresji przedstawiono w tabeli 2.

Tabela 2. Równania regresji uzyskane z pomiaru 22 próbek oraz dane Eshela i in. [12] dla 42 próbek; gdzie x – wyniki uzyskane metodą areometryczną lub pipetową przez Eshela i in.[12], y – wyniki uzyskane metodą dyfrakcji laserowej

Table 2. Regression equations obtained from measurement of 22 soil samples and Eshel's *et al.* [12] data for 42 samples; where: x – results obtained by areometer method or pipette method by Eshel *et al.* [12], y – results obtained by laser diffraction method

	Piasek – Sand	Pył – Silt	İl – Clay
Równania Eshela i in.[12] Eshel's <i>et al.</i> [12] equations $n = 42$	$y = 0,666x + 11,698$ $R^2 = 0,82$	$y = 13,132x^{0,383}$ $R^2 = 0,69$	$y = 0,345x + 2,69$ $R^2 = 0,70$
Równania przedstawione na rysunku 1 Equations presented in Figure 1 $n = 22$	$y = 0,861x - 1,348$ $R^2 = 0,90$	$y = 4,659x^{0,668}$ $R^2 = 0,93$	$y = 0,562x + 0,532$ $R^2 = 0,88$

Poziom istotności dla wszystkich modeli regresji przedstawionych w tabeli 2 jest równy $\alpha = 0,001$. Równania regresji pozwalają oszacować wyniki uzyskane metodą dyfrakcji laserowej na podstawie wyników otrzymanych metodą areometryczną, co jest podstawą określenia gatunku gleby.

W celu sprawdzenia uzyskanych równań regresji w pracy wykorzystano dane z pomiarów Kaszy [14] – wyniki pomiarów 23 próbek lessowych pobranych z różnych głębokości (od 0,4-16,8 m licząc od powierzchni), których dokładną charakterystykę przedstawia tabela 3 (kolumny I i II). Wyniki uzyskane po zastosowaniu powyższych równań (zawartych w drugim wierszu tabeli 2) przedstawiono w tabeli 3 (kolumna III).

Błąd względny, wyrażonego w procentach, obliczony został względem zawartości poszczególnych frakcji zmierzonych metodą areometryczną. Wszystkie wyniki pomiarów przeprowadzonych metodą areometryczną i dyfrakcji laserowej znajdują się w przestrzeni trójwymiarowej na płaszczyźnie:

$$x + y + z = 100,$$

gdzie: x – zawartość frakcji piasku, y – zawartość frakcji pyłu, z – zawartość frakcji łu.

Tabela 3. Zestawienie danych na podstawie wyników Kaszy [14] oraz wyniki uzyskane z równań regresji (kolumny III i IV)

Table 3. Set of data from Kasza's [14] measurements and data obtained from regression equations (columns III and IV)

Nr próbki Soil number	I			II			III			IV		
	Zmierzone dyfrakcją laserową przez Kaszę [14] Measured by laser diffraction by Kasza [14]			Zmierzone areometrem przez Kaszę [14] Measured by areometer by Kasza [14]			Dane wyliczone z równań regresji dla próbek glebowych Kaszy[14] Data calculated from regression equations for Kasza's [14] soil samples			Błąd względny $\delta = \frac{A-D}{A} * 100\%$ Relative error		
	Piasek Sand	Pył Silt	Ił Clay	Piasek Sand	Pył Silt	Ił Clay	Piasek Sand	Pył Silt	Ił Clay	Piasek Sand	Pył Silt	Ił Clay
1	16	76	8	20	60	20	16	72	12	20	-20	40
2	20	70	10	19	56	25	15	69	15	21	-23	40
3	14	76	10	17	59	24	13	71	14	24	-20	42
4	18	72	10	23	56	21	18	69	12	22	-23	43
5	20	70	10	24	56	20	19	69	12	21	-23	40
6	25	66	9	28	52	20	23	65	12	18	-25	40
7	30	61	9	32	49	19	26	63	11	19	-29	42
8	17	72	11	27	49	24	22	63	14	19	-29	42
9	18	72	10	27	52	21	22	65	12	19	-25	43
10	26	64	10	28	50	22	23	64	13	18	-28	18
11	25	65	10	27	54	19	22	67	11	19	-24	50
12	32	60	8	34	49	17	28	63	10	18	-29	41
13	28	62	10	32	50	18	26	64	11	19	-28	64
14	20	70	10	27	55	18	22	68	11	19	-24	64
15	34	56	8	39	43	18	32	57	11	18	-33	64
16	24	66	10	30	46	24	24	60	14	20	-30	42
17	22	67	11	31	45	24	25	59	14	19	-31	42
18	23	67	10	24	55	21	19	68	12	21	-24	37
19	22	70	8	19	58	23	15	70	14	21	-21	39
20	20	70	10	27	51	22	22	64	13	19	-25	41
21	20	71	9	38	45	17	31	60	10	18	-33	41
22	24	67	9	30	52	18	24	65	11	20	-25	39
23	40	52	8	58	29	13	45	44	8	22	-52	38

Dla potrzeb dalszej analizy otrzymanych wyników wprowadzono następujące oznaczenia:

$A(x_a, y_a, z_a)$ – wynik pomiaru frakcji piasku, pyłu, iłu uzyskany metodą areometryczną,

$D(x_d, y_d, z_d)$ – wynik pomiaru frakcji piasku, pyłu, iłu uzyskany metodą dyfrakcji laserowej.

Różnice współrzędnych tych punktów oznaczono odpowiednio przez:

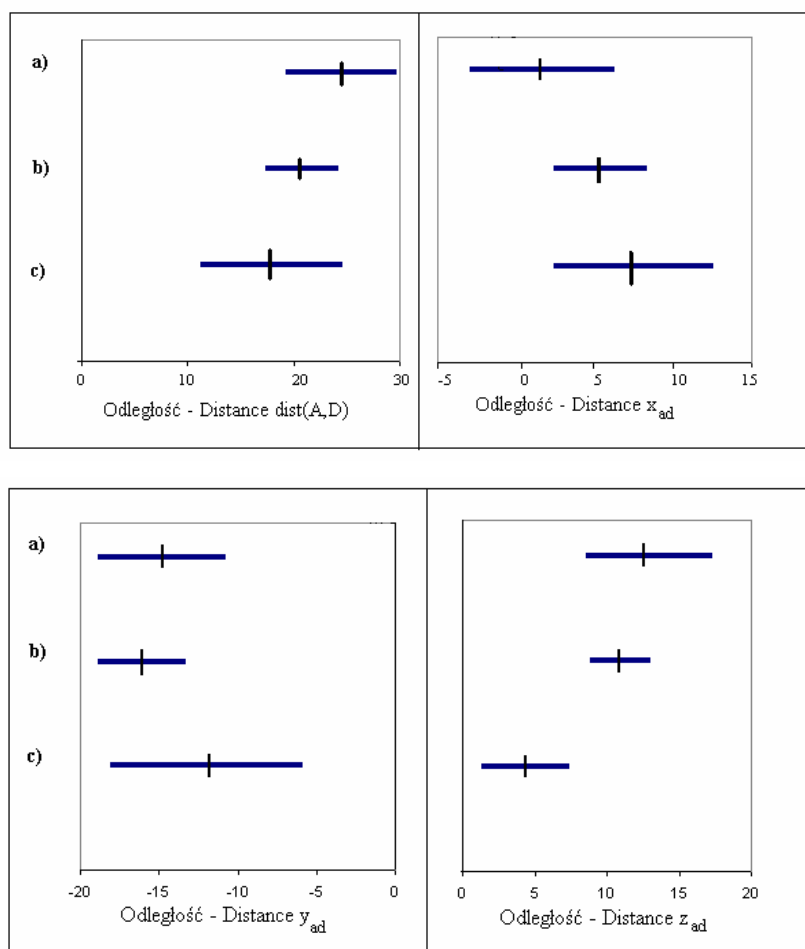
$x_{ad} = x_a - x_d$ – różnica pomiędzy zawartością frakcji piasku,

$y_{ad} = y_a - y_d$ – różnica pomiędzy zawartością frakcji pyłu,

$z_{ad} = z_a - z_d$ – różnica pomiędzy zawartością frakcji iłu.

Różnice odległości pomiędzy wynikami pomiarów zdefiniowano jako:

$$\text{dist}(A,D) = \sqrt{x_{ad}^2 + y_{ad}^2 + z_{ad}^2} .$$



Rys. 2. Średnie odległości $\text{dist}(A, D)$ oraz ich 95% przedziały ufności dla frakcji piasku, pyłu oraz iłu, gdzie a) wyniki uzyskane przez Eshela i in. [12], b) wyniki uzyskane przez Kaszę [14], c) wyniki pomiaru 22 próbek glebowych

Fig. 2. Average distances $\text{dist}(A, D)$ and their 95% confidence intervals for sand, silt and clay fractions, where a) results obtained by Eshel et al. [12], b) results obtained by Kasza [14], c) results from measurement of 22 soil samples

Średnia wartość odległości pomiędzy wynikami $\text{dist}(A,D)$ dla uzyskanych wyników miała najniższą wartość (leżącą najbliżej zera), ale 95% przedział ufności był najdłuższy. Na podstawie rysunku 2 (y_{ad}) można stwierdzić, że zawyżanie zawartości frakcji pyłu (mierzonego metodą dyfrakcji laserowej w stosunku do mierzonego metodami sedymentacyjnymi) jest pewną prawidłowością i występuje we wszystkich rozważanych pomiarach. 95% przedziały ufności są najkrótsze w przypadku wyników uzyskanych przez Kaszę [14], co jest spowodowane tym, że analizował on jedynie gleby lessowe (o podobnym składzie granulometrycznym). Natomiast 95% przedział ufności wyników uzyskanych przez Eshela i in. [12] jest znacznie dłuższy ze względu na bardziej zróżnicowany materiał badawczy (42 różnorodne próbki). Najdłuższe przedziały ufności otrzymano dla wyników przedstawionych w niniejszej pracy, co jest spowodowane ograniczoną liczebnością próbek i dużym zróżnicowaniem badanego materiału glebowego.

WNIOSKI

1. Wyniki uzyskane metodą areometryczną i metodą dyfrakcji laserowej różnią się od siebie i nie mogą być porównywane bez zastosowania odpowiednich przeliczeń, np. z równań regresji. Pomiarzy metodą dyfrakcji laserowej zawyżają zawartość frakcji pyłu oraz zaniżają zawartość frakcji piasku i iłu w stosunku do zmierzonych metodą areometryczną.

2. Dane uzyskane po zastosowaniu równań regresji są obarczone dość dużym maksymalnym błędem względnym, sięgającym nawet 52%. Błąd ten jest jednak znacznie mniejszy, niż w podobnych przeliczeniach prezentowanych przez Eshela i in. [12] (maksymalny błąd względny sięgał nawet 144%).

3. Uzyskane wyniki należy traktować jako wyniki badań wstępnych. Konieczne jest przeprowadzenie dalszych badań na szerszym materiale glebowym w celu poprawy uzyskanych modeli regresji lub znalezienia odrębnych równań regresji dla poszczególnych gatunków gleb.

PIŚMIENNICTWO

1. **Atterberg A.:** Die Klassifikation der humusfreien und der humusarmen Mineralboden Schwedens nach der Konsistenzverhältnissen derselben. Int. Mitt. Bodenkd, 6, 27-37, 1916.
2. **Beuselinck L., Govers G., Poesen J., Dagraer G., Froyen L.:** Grain – size analysis by laser diffractometry: comparison with the sieve – pipette method. Catena, 32, 193-208, 1998.
3. **Beuselinck L., Govers G., Poesen J.:** Assessment of micro-aggregation using laser diffractometry. Earth Surface Processes and Landforms, 24, 41-49, 1999.
4. **Buurman P., de Boer K., Pape Th.:** Laser diffraction grain – size characteristics of Andisols in perhumid Costa Rica: the aggregate size of allophone. Geoderma, 78, 71-91, 1997.

5. **Buurman P., Pape Th., Muggler C.C.:** Laser grain – size determination on soil genetic studies. 1. practical problems. *Soil Science*, 162(3), 211-218, 1997.
6. **Buurman P., Pape Th., Reijneveld J.A., de Jong F., van Gelder E.:** Laser – diffraction and pipette – method grain sizing of Dutch sediments: correlation for fine fractions of marine, fluvial, and loess samples. *Netherlands Journal of Geosciences*, 80, 49-57, 2001.
7. **Buurman P., Rodeja E.G., Cortizas M.A., van Doesburg J.D.J.:** Stratification of parent material in European volcanic and related soils studied by laser – diffraction grain – sizing and chemical analysis. *Catena*, 56, 127-144, 2004.
8. **Chappell A.:** Dispersing sandy soil for the measurement of particle size distribution using optical laser diffraction. *Catena*, 31, 271-281, 1998.
9. **Cooper L.R., Haverland R.L., Hendricks M., Knisel W.G.:** Microtrac particle – size analyzer: An alternative particle – size determination method for sediment and soil. *Soil Science*, 138(2), 138-146, 1984.
10. **Dębicki R., Klimowicz Z., Zgłobicki W.:** Porównanie rozkładu granulometrycznego oznaczonego metodą areometryczną i laserową na przykładzie gleb lessowych. *Acta Agrophysica*, 56, 95-103, 2002.
11. **Dur J.C., Elsass F., Chaplain V., Tessier D.:** The relationship between particle – size distribution by laser granulometry and image analysis by transmissions electron microscopy in soil clay fraction. *European Journal of Soil Science*, 55, 265-270, 2004.
12. **Eshel G., Levy G.J., Mingelgrin U., Singer M.J.:** Critical evaluation of the use of laser diffraction for particle – size distribution analysis. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, 68, 736-743, 2004.
13. **FAO – ISRIC:** Guidelines for Soil Profile Description. Rome, Italy, 1990.
14. **Kasza I.:** Laserowa metoda określania składu granulometrycznego utworów gliniastych, pylastych i ilastych. *Przegląd Geologiczny*, Vol. 40, No. 5, 323-325, 1992.
15. **Konert M., Vadenberghe J.:** Comparison of laser grain size analysis with pipette and sieve analysis: a solution for the underestimation of the clay fraction. *Sedimentology*, 44, 523-535, 1997.
16. **Loveland P.J., Whalley W.R.:** Particle size analysis. In **Smith K.A., Mullins C.E.:** Soil and environmental analysis. Physical methods., Marcel Dekker, Inc., 2001.
17. **Muggler C.C., Pape Th., Buurman P.:** Laser grain – size determination in genetic studies 2. Clay content, clay formation, and aggregation in some Brazilian oxisols. *Soil Science*, 162(3), 219-228, 1997.
18. **Oden S.:** Eine neue Methode zur mechanischen Bodenanalyse. *Int. Mitt. Bodenanal.*, 5, 257-311, 1915.
19. **Rawle A.:** The importance of particle sizing to the coatings industry Part 1: Particle size measurements. *Advances in Colour Science and Technology*, Vol.5, No 1, 2002.
20. **Skopp J.M.:** Physical properties of primary particles in Warrick A.W.: *Soil Physics Companion*. CRC Press, 2002.
21. **Sławiński C.:** Wpływ fizycznych parametrów gleby na wartość współczynnika przewodnictwa wodnego (badania modelowe). *Acta Agrophysica*, 90, 5-75, 2003.
22. **Walczak R.T.:** Modelowe badania zależności retencji wodnej od parametrów fazy stałej. *Problemy Agrofizyki*, 41, 5-69, 1984.
23. **Witkowska-Walczak B.:** Wpływ struktury agregatowej gleb mineralnych na ich hydrofizyczne charakterystyki (badania modelowe). *Acta Agrophysica*, 30, 5-96, 2000.

COMPARISON OF PARTICLE SIZE DISTRIBUTION IN SOILS
FROM LASER DIFFRACTION AND SEDIMENTATION METHODS

Magdalena Ryżak, Ryszard T. Walczak, Jerzy Niewczas

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

Abstract. The paper presents the comparison of particle size distribution of 22 soils measured by the areometer and the laser diffraction methods. Data obtained by these methods were not identical and one cannot compare them without using suitable conversion factors. Equations of regression presented in the paper permit the comparison of results from both methods. The results obtained ought to be treated as preliminary and constituting an announcement of further research on more extensive soil material.

Keywords: particle size distribution, areometer method, laser diffraction method