

Zastosowanie oznaczeń uziarnienia metodą dyfrakcji laserowej (LDA) do oceny zróżnicowania ilów neogeńskich z Bydgoszczy

Aleksandra Gorączko¹, Szymon Topoliński¹



A. Gorączko



Sz. Topoliński

Possibilities of using laser diffraction analysis (LDA) techniques for the identification of Neogene clayey sediments from Bydgoszcz. *Prz. Geol.*, 65: 243–250.

Abstract. Laser diffraction particle sizing is increasingly used in grain-size analysis. Commercially available laser analyzers have a number of practical advantages such as detailed particle sizing over a broad size range, built-in ultrasonic dispersing system, and short time of analysis. Grain-size measurements based on laser diffraction analysis (LDA) are characterized by high-repeatability and high accuracy. However, there is no standardized test procedure especially because the research methodology should depend on the type of land.

LDA-based measurements of fine-grained sediments rich in clay minerals can contain untrue information due to high anisotropy of particle shape. This causes the optical particle diameter measured by the laser is much larger than that determined as the equivalent spherical diameter in traditional sedimentation techniques for grain-size analysis. This results even in twice reduction of clay fraction quantity, while the silty particles are overestimated in relation to traditional techniques based on Stoke's law. The aim of this article is to assess the possibilities of using laser diffraction methods for the identification and differentiation of clayey sediments with common origin. The article provides the results of analyses of Neogene clays characterized by significant lithological differences with respect to the participation of clay fraction particles. The research was conducted on clay samples taken in Bydgoszcz. Significant differences in the content of clay fraction particles were found in relation to the applied methods of grain-size analysis. However, as statistical tests showed, results obtained using the LDA method could be useful to characterize lithological variability within the tested soils.

Keywords: clay, particle size analysis, laser diffraction analysis

GeSym 2016

Oznaczenia wielkości cząstek metodą dyfrakcji laserowej (LDA – *Laser Diffraction Analysis*) są coraz częściej wykonywane podczas określania uziarnienia substancji rozdrobnionych. Technika pomiaru wykorzystuje zależność między zachowaniem światła laserowego, przechodzącego przez zawiesinę, od wielkości zawartych w niej cząstek i ziaren. Wiązka światła laserowego ulega zjawiskom dyfrakcji oraz załamania, absorpcji i odbicia, a zarejestrowany przez detektor obraz rozproszonego światła jest przetwarzany, dając w rezultacie obliczeń udział poszczególnych frakcji w próbce. Zakres pomiarowy analizatorów laserowych umożliwia jednocześnie oznaczanie ziaren i cząstek nawet do 2 mm, a czas potrzebny na wykonanie oznaczenia jest bardzo krótki, więc możliwość zastosowania tej techniki stanowi atrakcyjną alternatywę dla tradycyjnych metod sitowo-sedymentacyjnych, stosowanych łącznie dla takiego zakresu uziarnienia.

Badania weryfikujące metodę LDA do zastosowania w gruntoznawstwie są intensywnie prowadzone od kilkadziesiąt lat, a ich rezultaty wskazują kilka zagadnień wymagających pogłębionej analizy. Najistotniejszym jest rozbieżność uzyskiwanych rozkładów uziarnienia gruntu z wynikami badań sitowo-sedymentacyjnych (Konert & Vandenberghe, 1997; Beuselinck i in., 1998; Di Stefano i in., 2010; Frankowski & Smagała, 2000). Największe róż-

nice przy porównywaniu obu metod dotyczą zawartości cząstek najdrobniejszych, o rozmiarach poniżej kilku mikrometrów. Uzasadniane jest to silną anizotropią kształtu minerałów ilastych, stanowiących główny składnik tej frakcji. Rozkład granulometryczny uzyskany metodą LDA jest wyznaczany na podstawie stosunku objętości ziaren i cząstek, których obraz dyfrakcyjny (średnice optyczne) jest rejestrowany i przetwarzany przez urządzenie pomiarowe, przy założeniu kulistości badanych obiektów. Przyjęcie takiego założenia dla minerałów ilastych o niewielkiej grubości w stosunku do powierzchni cząstki, przy losowym ustawieniu badanych cząstek w zawiesinie względem wiązki pomiarowej, może prowadzić do zawyżenia obliczonej objętości cząstek o większych wymiarach przekroju poprzecznego, a w konsekwencji do niedoszacowania udziału cząstek drobniejszych w całości próbki.

Z tego powodu proponuje się stosowanie empirycznych zależności korelacyjnych (Beuselinck i in., 1998; Jonkers i in., 2009; Di Stefano i in., 2010), bądź podniesienie granicznej wielkości frakcji ilowej dla badań LDA z 2 do 5–8 m (Konert & Vandenberghe, 1997; Scott-Jackson & Walkington, 2005), w zależności od rodzaju badanych osadów. Na wyniki laserowych analiz dyfraktometrycznych istotny wpływ wywiera również metodyka przygotowania próbek oraz wykonania oznaczeń (Płoskonka, 2010; Ryżak & Bieganowski, 2011; ISO 13320-1). Istotny jest sposób dyspergowania cząstek w zawiesinie, dla oznaczeń LDA wykonywany zwykle ultradźwiękowo, gdzie natężenie i czas oddziaływania fal na badaną próbkę powinny być dostosowane do rodzaju badanych osadów. W przypadku mine-

¹ Zakład Geotechniki, Wydział Budownictwa Architektury i Inżynierii Środowiska, Uniwersytet Technologiczno-Przyrodniczy im. Jana i Jędrzeja Śniadeckich w Bydgoszczy, Al. prof. S. Kaliskiego 7, 85-796 Bydgoszcz; agora@utp.edu.pl, szymont@utp.edu.pl.

rałów ilastych prawdopodobne jest także wystąpienie zjawisk pęcznienia cząstek (Lapides & Yariv, 2004) oraz ich koagulacji w zawieszynie (Buurman i in., 1997), co uwzględniając różnice preparatyki próbek (zwłaszcza sposobu dyspergowania) w stosunku do metody areometrycznej, może także wpływać na rozbieżności w wynikach.

Oprócz procedury oznaczenia, na uzyskane wyniki rozkładu wielkości cząstek istotny wpływ ma dobór modelu przyjętego do aproksymacji rozproszonego obrazu wiązki laserowej po przejściu przez próbkę. Zastosowanie teorii obliczeniowej powinno być uzależnione od wielkości zawartych w niej cząstek i ziaren. Dla cząstek o rozmiarze 5–6 razy większym od długości fali lasera poprawne jest rozwiązanie z zastosowaniem aproksymacji Fraunhofera, uwzględniającej jedynie występowanie dyfrakcji (ugięcia) światła na krawędziach cząstek i ziaren. W rzeczywistości oprócz dyfrakcji mogą również nastąpić zjawiska takie jak odbicie, załamanie absorpcja i rozpraszanie wiązki światła, których znaczenie wzrasta w przypadku cząstek drobniejszych. Wtedy do obliczeń powinna być zastosowana teoria Mie, która wymaga jednak uwzględnienia parametrów optycznych cząstek takich jak współczynnik załamania światła dla cieczy i współczynnik absorpcji (Konert & Vandenberghe, 1997; Keck & Muller, 2008). Trudność w doborze tych wartości, zwłaszcza współczynników absorpcji światła dla różnych cząstek i ziaren gruntu, może wpływać na uzyskane wyniki. Nie bez znaczenia dla uzyskiwanych rezultatów są także parametry techniczne analizatorów takie jak zakres pomiarowy, a zwłaszcza dolna granica wielkości wykrywanych cząstek i długość fali światła laserowego, różniące się dla urządzeń różnych producentów (Goossens, 2008). Niezależnie od wskazanych trudności metoda LDA jest stosowana z powodzeniem i pozytywnie weryfikowana do badań zmienności litologicznej osadów o różnej genezie (Scott-Jackson & Walkington, 2005; Jonkers i in., 2009).

Celem pracy jest ocena możliwości wykorzystania LDA do identyfikacji i oceny zróżnicowania osadów należących do kompleksu iłów neogeńskich z rejonu Bydgoszczy. Zawartość cząstek frakcji iłowej jest jednym z zasadniczych parametrów determinujących cechy gruntów, a dotychczasowe badania iłów z Bydgoszczy (Gorączko & Kumor, 2011) wykazują, że udział frakcji iłowej jest skorelowany z parametrami takimi jak granice konsystencji czy ciśnienie pęcznienia. Możliwość szybkiego miarodajnego określania składu granulometrycznego metodą LDA dało by więc wymierne korzyści przy ocenie ich plastyczności i ekspansywności. Dla analizowanych gruntów podjęto także próbę opracowania optymalnego sposobu przygotowania próbek i wykonania oznaczeń, umożliwiającej uzyskanie powtarzalnych i jednoznacznych wyników rozkładu wielkości cząstek za pomocą analizatora laserowego. Przeprowadzono również porównanie uzyskanych rezultatów metodą LDA z wynikami badań metodą sedymentacyjną.

MATERIAŁ I METODY BADAWCZE

Badania przeprowadzono dla iłów z terenu Bydgoszczy. Są to osady neogeńskie należące do serii poznańskiej, która na obszarze Bydgoszczy została odsłonięta i częściowo zredukowana. Kompleks cechuje się znaczną zmiennością litologiczną, tworząc warstwy o zróżnicowanej

miąższości (tab. 1). Są to ily montmorillonitowo-illitowe, charakteryzujące się szerokim zakresem plastyczności oraz ekspansywności (tab. 2).

Do badań LDA wybrano cztery rodzaje gruntów o zawartości frakcji iłowej powyżej 50% (próbki o symbolach A, B, C, D), których szczegółową charakterystykę przedstawiono w tabeli 3. Zakres wartości parametrów iłów dobranych do badań reprezentuje typowe warstwy iłów pylastych z Bydgoszczy (tab. 1). Z każdej próbki (A, B, C, D) pobrano i wykonano pomiar LDA dla minimum 10 próbek. Badania zostały przeprowadzone za pomocą urządzenia Fritsch Analysette 22 MicroTec, wyposażonego w laser zielony (o długości fali $\lambda = 532$ nm) oraz laser podczerwony ($\lambda = 940$ nm). Pełen zakres pomiarowy przyrządu wynosi 0,08–2000 μm . Po wykonaniu wstępnej serii badań uziarnienia próbek A, B, C, D w pełnym przedziale wielkości, pomiar zawężono do zakresu 0,08–45 μm (wykorzystując jedynie laser zielony) z uwagi na brak większych cząstek i ziaren w badanych gruntach. Dyspersję agregatów cząstek gruntu przeprowadzano w wodzie wodociągowej za pomocą wbudowanego modułu ultradźwiękowego o maksymalnej mocy 60W i częstotliwości fali 36 kHz. W pierwszej kolejności dokonano oceny wpływu wybranych elementów metodyki oznaczeń na uzyskiwane wyniki rozkładu cząstek dla badanych iłów oraz zawartość frakcji poniżej 2 i 5 μm . Analiza obejmowała:

- sposób przygotowania próbki tzn. czas dyspergowania ultradźwiękowego oraz wpływ dodatku dyspergatora chemicznego w postaci pirofosforanu sodu, o stężeniu 1,5% w badanej zawieszynie;
- wybór teorii obliczeniowej (Fraunhofera, Mie).

WYNIKI BADAŃ

Optymalny czas dyspergowania cząstek dobrano po wykonaniu serii pomiarów dla zawiesin poddanych ciągłemu działaniu ultradźwięków o maksymalnej mocy i analizie uzyskanych rozkładów wielkości cząstek oraz udziału procentowego cząstek frakcji iłowej (<2 μm) (ryc. 1). Najdłuższego czasu dyspergowania wynoszącego łącznie 10 min wymagał ił B. Zaobserwowano, że konieczny czas działania ultradźwięków był krótszy o ok. 3–4 min dla próbek umieszczanych wcześniej, przed rozpoczęciem oznaczenia, w zawieszynie wodnej.

Z uwagi na potencjalne występowanie koagulacji najdrobniejszych cząstek w zawieszynie wykonano oznaczenia z dodatkiem pirofosforanu sodu. Wpływ dysperganta na wyniki wybranych oznaczeń dla próbek ılu A, B, C przedstawiono na rycinach 2–4.

Dodatek pirofosforanu sodu (w ilości ok. 1,5 g/l zawiesiny gruntowej) spowodował początkowo większą dyspersję cząstek w badanych próbkach (ryc. 2–4). We wszystkich przypadkach udział procentowy frakcji iłowej (<2 μm) zwiększył się znacząco (oznaczenie po 2–3 min) w stosunku do maksymalnych wartości oznaczeń przy zastosowaniu dyspergowania wyłącznie ultradźwiękami. Przy dłuższym czasie dyspergowania (5–10 min) zaobserwowano natomiast stopniowy ubytek cząstek drobnych i jednocześnie znaczący wzrost liczby takich o średnicy optycznej w zakresie 10–20 μm , wskazujących na proces koagulacji cząstek w badanych zawiesinach, zachodzący mimo obecności stabilizatora chemicznego.

Tab. 1. Zmienność litologiczna ilów z Bydgoszczy na przykładzie profilu z Fordonu (za: Kumor & Andrzejewski, 1999)
Table 1. Spatial variability of clays from Bydgoszcz. Example of Fordon outcrops (after: Kumor & Andrzejewski, 1999)

Nr warstwy Layer No.	Przełot warstwy [m p.p.t.] Depth of layers [m b.g.l.]	Symbol gruntu Symbol of soil	Dominujące barwy Dominant colour	Wilgotność naturalna Natural water content w_n [%]		Granica plastyczności Plastic limit w_p [%]		Granica płynności Liquid limit w_L [%]		Wskaźnik plastyczności Plasticity index I_p [%]		Stopień plastyczności Liquidity index I_L [-]	
1	1,1–1,3	I	szara / grey	25,2 23,8	26,7	25,4 25,5	25,5	75,8 72,6	79,0	50,4 47,1	53,6	-0,01 -0,04	0,02
2	1,4–1,6	I/G	siwo-czerwono- -wiśniowa / grey and red	27,3 26,5	28,1	32,8 32,9	32,7	85,1 83,2	87,1	52,4 50,3	54,4	-0,10 -0,11	-0,10
3	2,7–3,0	G _{pz} //Pπ//Pd	szara / grey	16,2 15,7	18,6	15,4 -	-	49,0 -	-	33,6 -	-	0,02 -	-
4	3,4–4,0	I+G, G _{pz} , Iπ	szaro-czerwona, szaro-brązowo- -czerwona / grey and red, grey and brown	22,1 21,4	22,8	25,4 23,6	25,1	67,4 62,2	71,0	42,9 37,1	46,3	-0,05 -0,07	-0,02
5	4,2–4,6	Iπ//G//Pπ	szaro-fioletowo- -wiśniowa, szaro-brązowa, szara / grey and violet-cherry, grey and brown, grey	29,2 25,6	32,2	26,5 21,1	36,0	87,5 84,2	93,6	61,0 52,2	66,0	0,00 -0,07	0,11
6	6,0–6,2	Iπ	szaro-brązowa / grey and brown	20,1 19,4	21,2	19,8 -	-	98,8 -	-	79,0 -	-	0,00 -	-
7	5,4–5,2	Iπ	żółto-wiśniowo- -szara / yellow, cherry and grey	23,6 18,8	28,5	28,1 23,5	32,7	81,5 71,0	92,0	53,4 47,5	59,3	-0,08 -0,10	-0,07
8	6,3–6,4	Iπ	czarna / black	39,2 38,5	39,9	45,6 43,8	46,6	120,5 105,0	134,0	74,8 58,6	87,4	-0,07 -0,08	-0,07
9	7,0–7,4	G _{pz} //Gp//Pπ//Pd	szara, żółtoszara, zielono-szara / grey, yellowish grey, green and grey	17,5 16,5	18,4	20,3 18,7	21,6	41,7 35,0	47,4	21,4 13,4	26,8	-0,08 -0,09	-0,08
10	7,9–8,0	Iπ	szarobrązowa / greyish brown	20,2 22,1	19,4	23,8 -	-	78,8 -	-	55,0 -	-	-0,07 -	-
11	8,3–8,7	Iπ	ciemnoszara / dark grey	31,2 31,0	31,3	35,9 33,1	38,1	97,3 93,0	108,0	61,5 59,9	71,4	-0,09 -0,11	-0,07
12	9,0–9,5	Iπ//WB	czarna / black	43,2 41,0	45,4	50,1 -	-	109,8 -	-	59,7 -	-	-0,12 -	-
13	10,4–10,9	Iπ	stalowoszara/ steel grey	28,5 25,6	31,3	30,3 -	-	83,5 -	-	53,2 -	-	-0,03 -	-

symbole gruntów wg PN-86/B-02480: I – il, Iπ – il pylasty, G – glina, Gp – glina piaszczysta, G_{pz} – glina piaszczysta zwięzła, Pπ – piasek pylasty, Pd – piasek drobny, WB – węgiel brunatny

soil symbols according to PN-86/B-02480: I – clay, Iπ – silty clay, G – loam, Gp – sandy loam, G_{pz} – sandy clay loam, Pπ – silty sand, Pd – fine sand, WB – lignite

Tab. 2. Wartości średnie i przedział zmienności parametrów ilów z Bydgoszczy (za: Gorączko & Kumor, 2011)
Table 2. Mean values and range of variability clays from Bydgoszcz (after: Gorączko & Kumor, 2011)

Iły z Bydgoszczy Clays from Bydgoszcz	Zawartość frakcji ilowej Clay fraction f_i [%]	Granica skurczalności Shrinkage limit w_s [%]	Granica plastyczności Plastic limit w_p [%]	Granica płynności Liquid limit w_L [%]	Ciśnienie pęcznienia Swelling pressure p_c [kPa]
Średnia Mean	48,6	10–18,5	28,0	86,0	50–2500
Odchylenie standardowe Standard deviation	10,3		5,8	16	
Zakres wartości Value range	30–84		12,4–50,5	45,6–148,0	
Liczba prób Number of samples	888		1582	1579	

Tab. 3. Parametry ilów wybranych do badań LDA
Table 3. Parameters of clays for LDA measurements

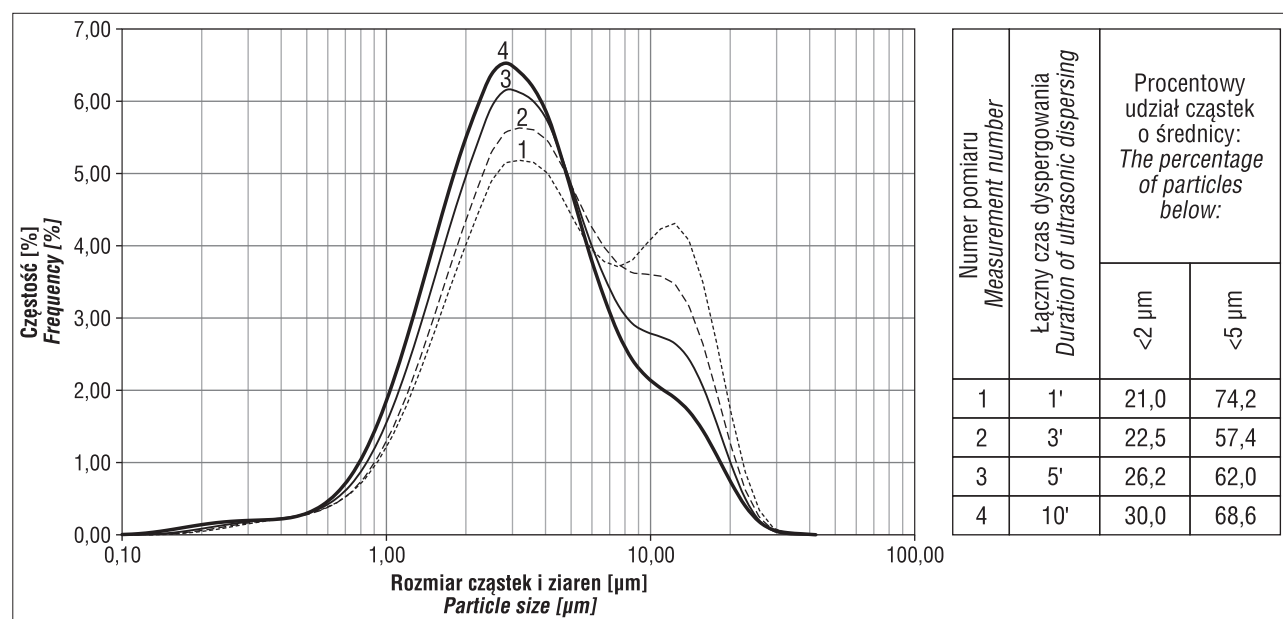
Symbol próby Clay sample symbol	Zawartość frakcji iłowej* Clay fraction* f_i [%]	Granica skurczalności Shrinkage limit w_s [%]	Granica plastyczności Plastic limit w_p [%]	Granica płynności Liquid limit w_L [%]	Ciśnienie pęcznienia** Swelling pressure** p_c [kPa]
A	56,7	12,8	27,8	89,1	405
B	79,6	13,7	37,3	121,7	2150
C	73,6	13,4	31,0	109,6	1232
D	64,4	14,1	32,1	82,2	1966

* procentowa zawartość cząstek o średnicy zastępczej poniżej 2 μm oznaczona metodą areometryczną

** wartości oznaczone dla próbek w stanie powietrzno-suchym

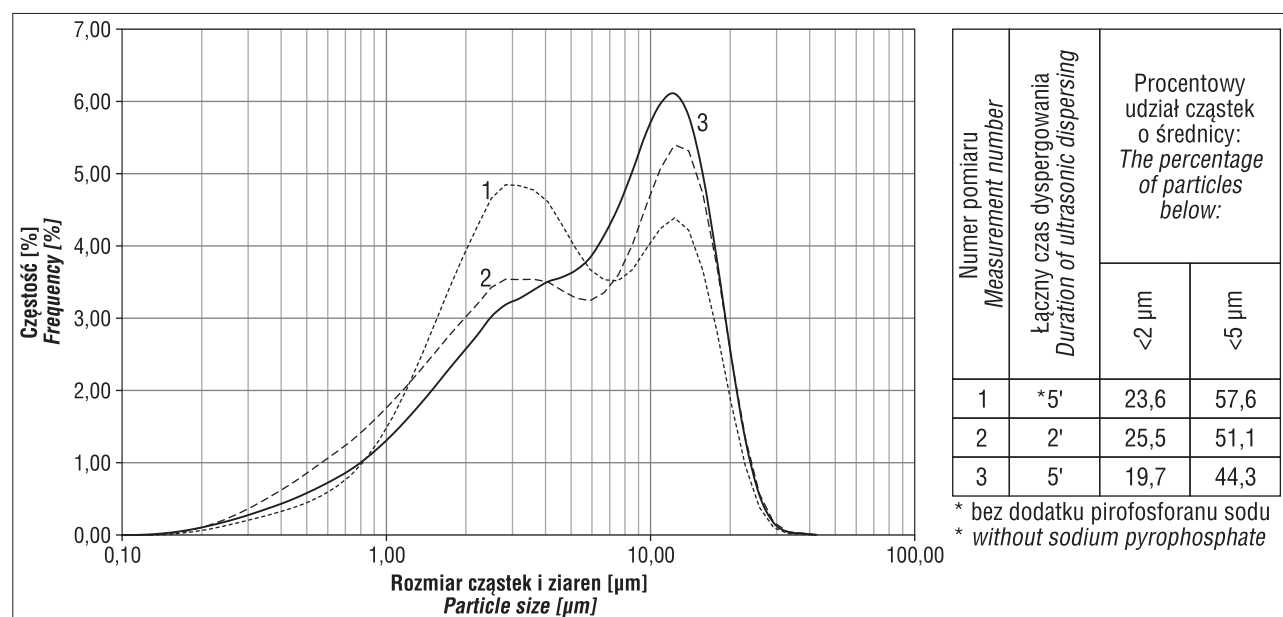
* the percentage of particles with diameter below 2 μm obtained by hydrometric method

** values determined for air-dry samples



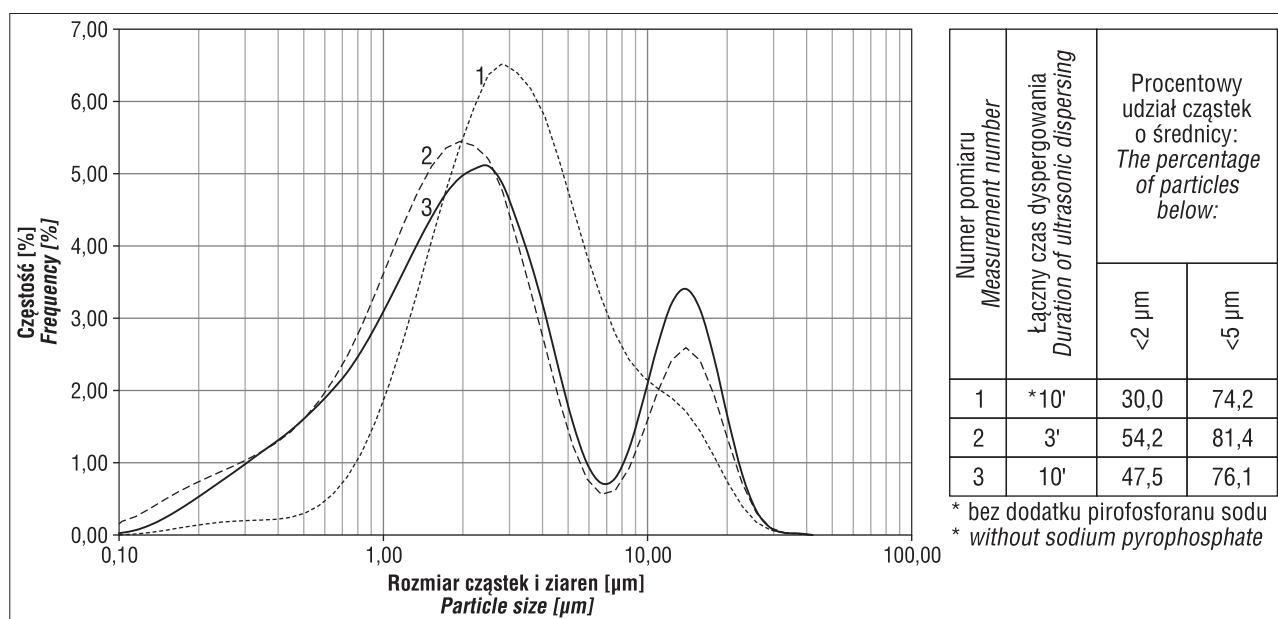
Ryc. 1. Wpływ czasu dyspergowania ultradźwiękowego na rozkład wielkości cząstek na przykładzie łu B

Fig. 1. The effect of the dispersion time on the calculated grain-size distribution for clay B

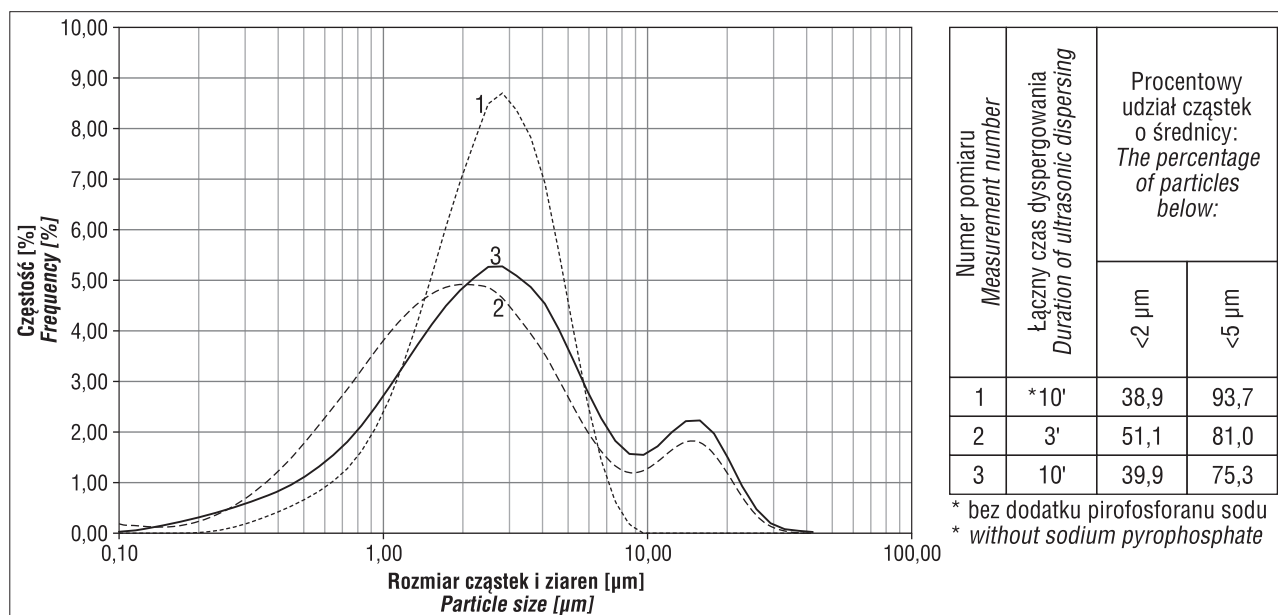


Ryc. 2. Wpływ pirofosforanu sodu na rozkład wielkości cząstek dla próbki łu A

Fig. 2. The effect of sodium pyrophosphate addition on the calculated grain-size distribution for clay A



Ryc. 3. Wpływ pirofosforanu sodu na rozkład wielkości cząstek dla próbki iltu B
Fig. 3. The effect of sodium pyrophosphate addition on the calculated grain-size distribution for clay B



Ryc. 4. Wpływ pirofosforanu sodu na rozkład wielkości cząstek dla próbki iltu C
Fig. 4. The effect of sodium pyrophosphate addition on the calculated grain-size distribution for clay C

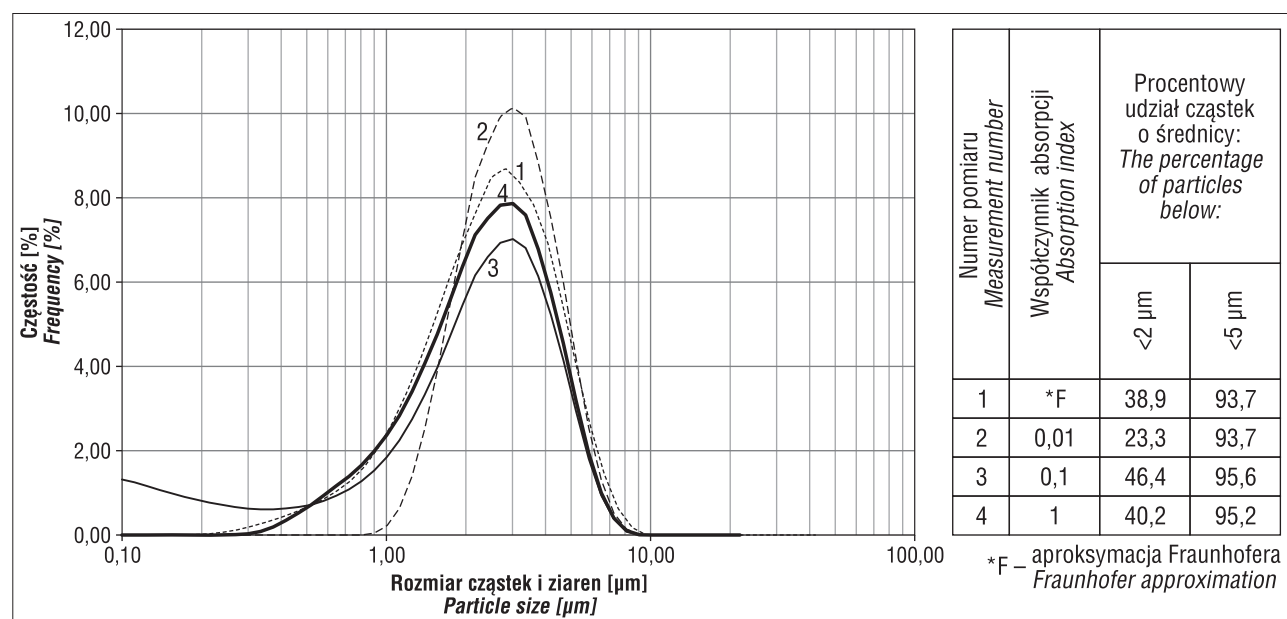
Wpływ teorii obliczeniowej na uzyskane wyniki składu granulometrycznego przedstawiono na przykładzie wybranego oznaczenia dla iltu C. Na rycinie 5 zaprezentowano wyniki rozkładu wielkości cząstek uzyskane za pomocą aproksymacji Fraunhofera oraz aproksymacji Mie dla wybranych wartości współczynnika absorpcji światła w przedziale od 0,01 do 1,0. Współczynnik załamania światła dla cząstek (*refractive index*) przyjęto równy 1,56, natomiast dla wody 1,33. Największe różnice zaznaczają się w zakresie cząstek najdrobniejszych, gdzie dla współczynnika absorpcji wynoszącego 0,1 zawartość cząstek <2 µm jest największa, przy czym na początku wykresu pojawia się trudna do interpretacji nieciągłość rozkładu.

Ostatecznie do opracowania badań składu granulometrycznego iltów z Bydgoszczy została zastosowana teoria

Fraunhofera. Oznaczenia przeprowadzono po dyspergowaniu ultradźwiękowym (10 min) oraz w drugim wariancie – przy jednoczesnym użyciu 1,5% roztworu pirofosforanu sodu.

Wyniki poddano analizie statystycznej. Obejmowała ona wartości średnie określające udział frakcji poniżej 2 i 5 µm w iltach A, B, C, D. Wykonano ocenę odchyłek standardowych (*SD*) i współczynników zmienności (*V_s*). Przeprowadzono także analizę wariancji ANOVA, która rozstrzygnęła o istotności różnic obliczonych wartości średnich (Aczel, 2006; Ostasiewicz. i in., 2001).

Rezultaty oznaczeń dla próbek bez dodatku pirofosforanu sodu przedstawiono w tabeli 4 i 6 oraz na rycinach 6 i 7. Z kolei wyniki dla próbek z dodatkiem pirofosforanu sodu przedstawiono w tabeli 5 i 7 oraz na rycinach 8 i 9.



Ryc. 5. Wpływ wyboru teorii obliczeniowej (Fraunhofera, Mie) na rozkład wielkości cząstek dla iltu C

Fig. 5. The effect of using different calculation formulas (Fraunhofer, Mie) on the grain-size distribution for clay C

Tab. 4. Wartości odchyłeń standardowych i współczynników zmienności dla frakcji <2 µm i <5 µm w badanych próbkach dla oznaczeń bez dodatku pirofosforanu sodu

Table 4. Standard deviation and coefficient of variation analysis of average fraction <2 µm and <5 µm for the tested samples without addition of sodium pyrophosphate

Symbol próby Clay sample symbol	Średnia zawartość frakcji The average content of particles [%]		Odchylenie standardowe Standard deviation SD		Współczynnik zmienności Coefficient of variation V_s [%]	
	<2 µm	<5 µm	<2 µm	<5 µm	<2 µm	<5 µm
A	22,2	52,9	1,86	2,38	8,39	4,51
B	27,3	68,1	2,42	3,54	8,88	5,20
C	34,2	78,3	2,90	3,23	8,48	4,13
D	22,5	55,5	1,01	3,61	4,52	6,52

Tab. 5. Wartości odchyłeń standardowych i współczynników zmienności frakcji <2 µm i <5 µm w badanych próbkach dla oznaczeń z dodatkiem pirofosforanu sodu

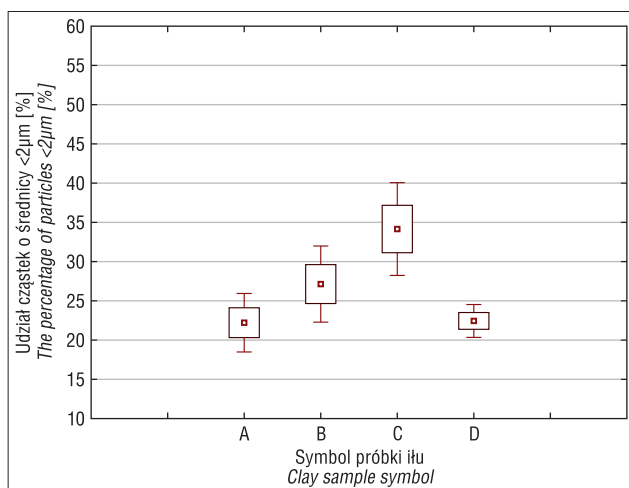
Table 5. Standard deviation and coefficient of variation analysis of average fraction <2 µm and <5 µm for the tested samples with addition of sodium pyrophosphate

Symbol próby Clay sample symbol	Średnia zawartość frakcji The average content of particles [%]		Odchylenie standardowe Standard deviation SD		Współczynnik zmienności Coefficient of variation V_s [%]	
	<2 µm	<5 µm	<2 µm	<5 µm	<2 µm	<5 µm
A	19,6	42,3	2,91	3,65	14,83	8,64
B	44,9	75,8	1,91	2,30	4,26	3,03
C	45,5	78,9	3,15	4,07	6,94	5,15

Tab. 6. Analiza wariancji (ANOVA) wartości średnich zawartości frakcji <2 µm i <5 µm w badanych próbkach dla oznaczeń bez dodatku pirofosforanu sodu

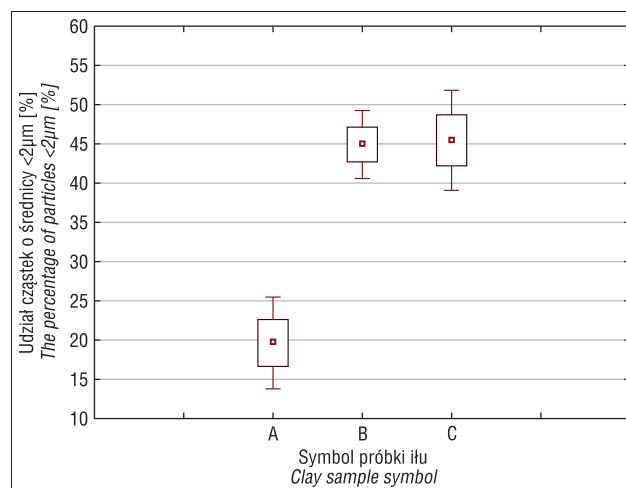
Table 6. ANOVA analysis of average fraction <2 µm and <5 µm for the tested samples without addition of sodium pyrophosphate

Symbol próby Clay sample symbol	Średnia zawartość frakcji The average content of particles [%]		Wariancja Variance SD^2		ANOVA F >test F ANOVA F >test F	
	<2 µm	<5 µm	<2 µm	<5 µm	<2 µm	<5 µm
A	22,2	52,9	3,6	5,9	93 >2,7	223 >2,7
B	27,3	68,1	6,2	13,2		
C	34,2	78,3	9,1	11,3		
D	22,5	55,5	1,1	14,5		



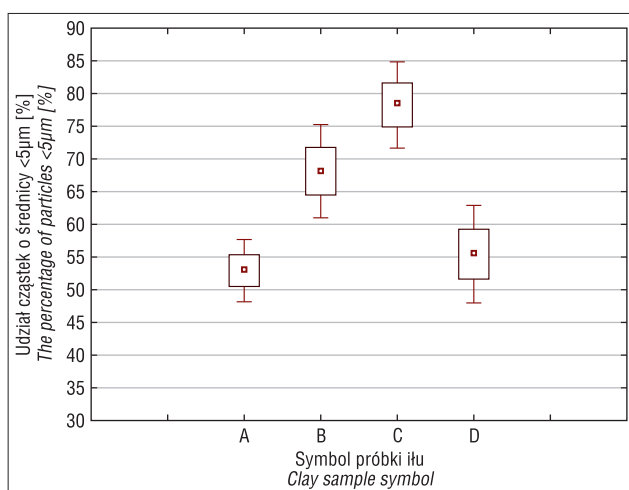
Ryc. 6. Charakterystyka udziału cząstek o średnicach mniejszych niż 2 µm w oznaczeniach bez dodatku pirofosforanu sodu badanych próbek

Fig. 6. Content of particle size below 2 µm for the tested samples without addition of sodium pyrophosphate



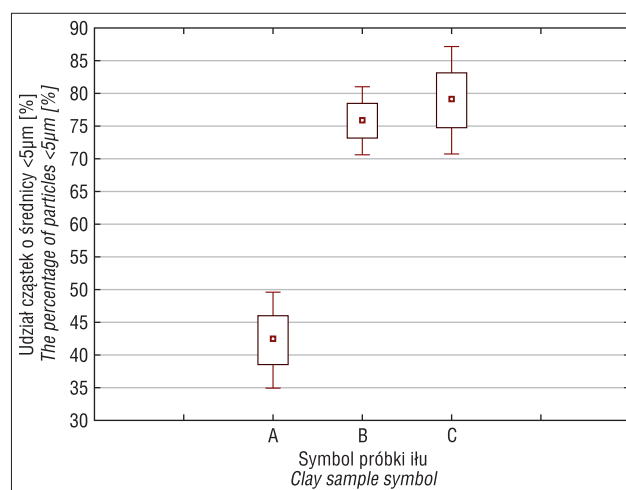
Ryc. 8. Charakterystyka udziału cząstek o średnicach mniejszych niż 2 µm w oznaczeniach z dodatkiem pirofosforanu sodu badanych próbek

Fig. 8. Content of particle size below 2 µm for the tested samples with addition of sodium pyrophosphate



Ryc. 7. Charakterystyka udziału cząstek o średnicach mniejszych niż 5 µm w oznaczeniach bez dodatku pirofosforanu sodu badanych próbek

Fig. 7. Content of particle size below 5 µm for the tested samples without addition of sodium pyrophosphate



Ryc. 9. Charakterystyka udziału cząstek o średnicach mniejszych niż 5 µm w oznaczeniach z dodatkiem pirofosforanu sodu badanych próbek

Fig. 9. Content of particle size below 5 µm for the tested samples with addition of sodium pyrophosphate

Tab. 7. Analiza wariancji (ANOVA) wartości średnich zawartości frakcji <2 µm i <5 µm w badanych próbkach dla oznaczeń z dodatkiem pirofosforanu sodu

Table 7. ANOVA analysis of average fraction <2 µm and <5 µm for the tested samples with addition of sodium pyrophosphate

Symbol próby Clay sample symbol	Średnia zawartość frakcji The average content of particles [%]		Wariancja Variance SD ²		ANOVA F >test F ANOVA F >test F	
	<2 µm	<5 µm	<2 µm	<5 µm	<2 µm	<5 µm
A	19,6	42,3	8,9	14,0	374 >3,2	458 >3,2
B	44,9	75,8	4,9	7,1		
C	45,5	78,9	10,5	17,5		

Wartości współczynnika zmienności średnich zawartości frakcji dla próbkach A, B, C, D bez dodatku pirofosforanu sodu wahają się dla cząstek <2 µm od 4,52 do 8,88%, a dla cząstek <5 µm od 4,13 do 6,52%. Natomiast dla oznaczeń z dodatkiem pirofosforanu sodu wartości współczynnika zmienności wahają się w przypadku cząstek <2 µm od 4,26 do 14,83 %, a dla <5 µm od 3,03 do 8,64 % (iż D nie

był testowany w tym wariancie). Jedynie dla próbki iłu A wartość współczynnika zmienności przekroczyła 10%. Świadczy to o braku istotnego zróżnicowania uzyskanych rezultatów w obrębie poszczególnych próbek iłu.

Analiza wariancji (ANOVA) pokazuje, że otrzymane średnie zawartości rozpatrywanych cząstek frakcji dla próbek iłów A, B, C istotnie się od siebie różnią zarówno w

wariancie bez, jak i z dodatkiem pirofosforanu sodu. Uzyskane wartości parametru F dla wyników oznaczeń iłów A, B i C znacząco przekraczają wartość graniczną test F (tab. 6–7). Ił D został wyłączony z testów ANOVA ponieważ wyniki oznaczeń nie spełniały koniecznego warunku równości wariancji w badanej próbie statystycznej.

WNIOSKI

Wyniki badań składu granulometrycznego iłów z Bydgoszczy analizatorem laserowym wykazują znaczne różnice w porównaniu z wynikami oznaczeń tradycyjną metodą areometryczną. Analiza wykorzystująca dyfrakcję światła (LDA), poprzez pomiar optycznej średnicy cząstek oraz obliczeń zakładających kulistość badanych obiektów, skutkuje zaniżeniem udziału cząstek najdrobniejszych. W badanych iłach z Bydgoszczy wartość procentowego udziału cząstek iłowych i pyłowych dla obu metod jest zbliżona przy założeniu przesunięcia granicy między tymi frakcjami z 2 do 5 μm dla oznaczeń LDA. Natomiast uzyskanie istotnych związków korelacyjnych między zawartością cząstek frakcji $<2 \mu\text{m}$ dla obu metod wymaga przeprowadzenia testów na większej liczbie próbek.

W celu uzyskania powtarzalnych wyników jest konieczne ujednoczenie metodyki oznaczeń LDA. Dotyczy to przede wszystkim przygotowania próbek, co zapewni właściwą dyspersję i stabilność zawiesiny, która ma skłonność do koagulacji. Jak wykazano, właściwie dobrany czas dyspergowania ultradźwiękowego zapewnia powtarzalność otrzymywanych oznaczeń. Dodatek dyspergatora chemicznego w postaci pirofosforanu sodu wpływa na dalszą agregację cząstek, która początkowo przejawia się wzrostem udziału frakcji najdrobniejszych ($<2 \mu\text{m}$). Z kolei po przedłużeniu czasu działania ultradźwięków (do 5–10 min) dla roztworów z dodatkiem pirofosforanu sodu zaobserwowano pojawienie się cząstek o średnicach powyżej 10 μm , co może wskazywać na zachodzącą koagulację. To trudne do interpretacji zjawisko powoduje konieczność dalszej optymalizacji procedury pomiarowej, poprzez zastosowanie na przykład innego rodzaju dyspergatora do badanych iłów z Bydgoszczy. Zasadne jest także przeprowadzenie badań sprawdzających z użyciem do oznaczeń wody destylowanej zamiast wodociągowej.

Teoretycznie modelem właściwym do aproksymacji rozkładu cząstek frakcji ilastej jest teoria Mie, uwzględniająca własności optyczne cząstek i cieczy. W praktyce, z uwagi na trudności w doborze właściwego współczynnika absorpcji dla cząstek o złożonym składzie mineralogicznym, zasadne jest przeprowadzanie analiz granulometrycznych gruntów, także ilastych, przy użyciu aproksymacji Fraunhofera, która nie wymaga deklarowania własności optycznych badanej substancji.

Analiza statystyczna oznaczeń wielkości cząstek dla czterech typów iłów (A, B, C, D) z Bydgoszczy wskazuje na użyteczność metody LDA do oceny zróżnicowania litologicznego tego kompleksu. Uzyskane różnice wartości średnich zawartości frakcji w poszczególnych próbkach są

możliwe do zweryfikowania metodami statystycznymi, np. zastosowanym testem ANOVA.

Autorzy składają serdeczne podziękowania Recenzentom oraz Redaktorowi Naczelnemu Przeglądu Geologicznego za poświęcony czas oraz wszelkie uwagi merytoryczne i redakcyjne, które pozwoliły na udoskonalenie pracy. Badania przeprowadzono z zastosowaniem aparatury zakupionej w wyniku projektu: „Realizacja II etapu Regionalnego Centrum Innowacyjności” współfinansowanego z Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego w ramach Regionalnego Programu Operacyjnego Województwa Kujawsko-Pomorskiego na lata 2007–2013.

LITERATURA

- ACZEL A.D. 2006 – Statystyka w zarządzaniu. Wydaw. Nauk. PWN, Warszawa.
- BEUSELINCK L., GOVERS G., POESEN J., DEGRAER G. & FROYEN L. 1998 – Grain-size analysis by laser diffractometry: comparison with the sieve-pipette method. *Catena*, 32: 193–208.
- BUURMAN P., PAPE TH. & MUGGLER C.C. 1997 – Laser grain-size determination in soil genetic studies. 1. Practical problems. *Soil Sci.*, 162 (3): 211–218.
- DI STEFANO C., FERRO V. & MIRABILE S. 2010 – Comparison between grain-size analyses using laser diffraction and sedimentation methods. *Biosyst. Eng.*, 106: 205–215.
- FRANKOWSKI Z. & SMAGAŁA St. 2000 – Przydatność metody laserowej w badaniach uziarnienia gruntów spoistych, XII Krajowa Konf. Mechaniki Gruntów I Fundamentowania „Problemy geotechniczne obszarów przy morskich, Szczecin–Międzyzdroje: 163–172.
- GOOSSENS D. 2008 – Techniques to measure grain-size distributions of loamy sediments: a comparative study of ten instruments for wet analysis. *Sedimentology*, 55: 65–96.
- GORĄCZKO A. & KUMOR M.K. 2011 – Pęcznienie miopliocenijskich iłów serii poznańskiej z rejonu Bydgoszczy na tle ich litologii. *Biul. Państw. Inst. Geol.*, 446: 305–314.
- ISO 13320-1, 1999. Particle size analysis – Laser diffraction methods, Part 1: General Principles.
- JONKERS L., PRINS M.A., BRUMMER G.J.A., KONERT M. & LOUGHEED B.C. 2009 – Experimental insights into laser diffraction particle sizing of fine-grained sediments for use in palaeoceanography. *Sedimentology*, 56: 2192–2206.
- KECK C.M. & MULLER R.H. 2008 – Size analysis of submicron particles by laser diffractometry – 90% of the published measurements are false. *Int. J. Pharm.*, 355: 150–163.
- KONERT M. & VANDENBERGHE J. 1997 – Comparison of laser grain size analysis with pipette and sieve analysis: a solutions for the underestimation of clay fraction. *Sedimentology*, 44: 523–535.
- KUMOR M.K. & ANDRZEJEWSKI W. 1999 – Geologiczno-inżynierska charakterystyka iłów serii poznańskiej z Bydgoszczy na przykładzie reperowej odkrywki w Fordonie. *Aktualne Problemy Geologiczno-Inżynierskich Badań Podłoża Budowlanego i Zagospodarowania Przestrzeni Terenu*, Warszawa: 83–93.
- LAPIDES I. & YARIV S. 2004 – The effect of ultrasound treatment on the particle-size of Wyoming bentonite in aqueous suspensions. *J. Mater. Sci.*, 39: 5209–5212.
- OSTASIEWICZ S., RUSNAK Z. & SIEDLECKA U. 2001 – Statystyka. Elementy teorii i zadania. Wydawnictwo Akademii Ekonomicznej im. Oskara Langego we Wrocławiu, Wrocław.
- PŁOSKONKA D. 2010 – Różnice w wynikach analiz uziarnienia przeprowadzonych różnymi metodami. *Landform Analysis*, 12: 79–85.
- RYŻAK M. & BIEGANOWSKI A. 2011 – Methodological aspects of determining soil particle-size distribution using the laser diffraction method. *J. Plant. Nutr. Soil Sci.*, 174: 624–633.
- SCOTT-JACKSON J.E. & WALKINGTON H. 2005 – Methodological issues raised by laser particle size analysis of deposits mapped as Clay-with-flints from the Palaeolithic site of Dickett’s Field, Yarnhams Farm, Hampshire, UK. *J. Archaeol. Sci.*, 2: 969–980.

Praca wpłynęła do redakcji 11.05.2016 r.
Akceptowano do druku 27.01.2017 r.