

Valorizacija metoda za određivanje granulometrijskog sastava tla

Gavrić, Martina

Undergraduate thesis / Završni rad

2021

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Mining, Geology and Petroleum Engineering / Sveučilište u Zagrebu, Rudarsko-geološko-naftni fakultet**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:169:108030>

Rights / Prava: [In copyright](#)/[Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2024-07-30**



Repository / Repozitorij:

[Faculty of Mining, Geology and Petroleum Engineering Repository, University of Zagreb](#)



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
RUDARSKO-GEOLOŠKO-NAFTNI FAKULTET

Preddiplomski studij rudarstva

**VALORIZACIJA METODA ZA ODREĐIVANJE GRANULOMETRIJSKOG
SASTAVA TLA**

Završni rad

Martina Gavrić

R4367

Zagreb, 2021.

VALORIZACIJA METODA ZA ODREĐIVANJE GRANULOMETRIJSKOG SASTAVA TLA

Martina Gavrić

Završni rad je izrađen: Sveučilište u Zagrebu
Rudarsko-geološko-naftni fakultet
Zavod za rudarstvo i geotehniku
Pierottijeva 6, 10000 Zagreb

Sažetak

Cilj ovog rada bio je usporedba standardne metode određivanja granulometrijskog sastava tla (GST) postupcima areometriranja i sijanja s metodom laserske difrakcije. Analize su provedene na pet uzoraka te su prikazani temeljni principi mjerenja, postupak ispitivanja i analiza rezultata. Navedene su prednosti i nedostaci, a prema očekivanom uočeno da postoje velike razlike između metoda naročito u njihovoj interpretaciji rezultata. Razlike u interpretaciji otežavaju njihovu izravnu usporedbu pa je ona provedena na temelju pretpostavki. Uočen je trend, prema kojem laserska difrakcija pokazuje veći udio u korist praha a manji udio u korist gline s obzirom na rezultate standardnih postupaka što se pokazalo i u nekoliko drugih studija o sličnoj problematici. Zaključeno je da, s obzirom na nedostatak standardnog postupka za izvedbu analize laserskom difrakcijom, ovisnosti o većem broju čimbenika te otežane usporedivosti rezultata, za sada nije izgledna brza implementacija te metode u standardnoj geotehničkoj praksi.

Ključne riječi: granulometrijski sastav tla, sijanje, areometriranje, laserska difrakcija

Završni rad sadrži: 36 stranica, 5 tablica, 14 slika i 17 referenci

Jezik izvornika: hrvatski

Pohrana rada: Knjižnica Rudarsko-geološko-naftnog fakulteta, Pierottijeva 6, Zagreb

Mentori: Prof. dr. sc. Biljana Kovačević Zelić
Dr. sc. Michaela Hruškova Hasan

Ocjenjivači: Prof. dr. sc. Biljana Kovačević Zelić
Prof. dr. sc. Sibila Borojević Šošćarić
Doc. dr. sc. Dubravko Domitrović

Datum obrane: 17.09. 2021., Rudarsko-geološko-naftni fakultet Sveučilišta u Zagrebu

SADRŽAJ

| | |
|--|----|
| 1. UVOD | 1 |
| 2. TEORIJSKE OSNOVE | 4 |
| 2.1. Podjela tla prema veličini čestica | 4 |
| 2.2. Principi određivanja GST | 5 |
| 2.2.1. Areometriranje | 6 |
| 2.2.2. Laserska difrakcija | 9 |
| 3. MATERIJALI I METODE | 13 |
| 3.1. Uzorci tla | 13 |
| 3.2. Postupak ispitivanja areometriranjem..... | 14 |
| 3.3. Postupak ispitivanja laserskom difrakcijom | 16 |
| 4. REZULTATI | 19 |
| 4.1. Analiza podataka dobivenih areometriranjem | 19 |
| 4.2. Analiza podataka dobivenih laserskom difrakcijom..... | 22 |
| 5. RASPRAVA | 24 |
| 6. ZAKLJUČAK..... | 28 |
| 7. LITERATURA | 29 |

POPIS TABLICA

| | |
|--|----|
| Tablica 2-1 Vrste materijala prema veličini čestica (glavne grupe) | 4 |
| Tablica 3-1 Preporučene vrijednosti zamračenja ovisno o veličini čestica u uzorku | 17 |
| Tablica 4-1 Rezultati postotnih udjela pojedinih frakcija dobivenih standardnom metodom određivanja GST areometriranjem i sijanjem | 21 |
| Tablica 4-2 Rezultati volumnih udjela pojedinih frakcija dobiveni metodom laserske difrakcije u Mastersizer 3000 uređaju. | 23 |
| Tablica 5-1 Usporedba rezultata standardne metode određivanja GST i rezultata laserske difrakcije | 26 |

POPIS SLIKA

| | |
|--|----|
| Slika 2.1 Areometar | 6 |
| Slika 2.2 Shematski prikaz skretanja svjetlosnih zraka ovisno o veličini čestice | 9 |
| Slika 2.3 Difrakcijski uzorci raspršene svjetlosti ovisno o veličini čestice..... | 9 |
| Slika 2.4 Mastersizer 3000 sustav | 10 |
| Slika 2.5 Dijelovi optičke jedinice Mastersizer 3000 uređaja | 11 |
| Slika 2.6 Disperzna jedinica Hydro EV..... | 12 |
| Slika 3.1 Ispitni uzorci..... | 13 |
| Slika 3.2 Ispitni uzorci s dodanom otopinom antikoagulansa..... | 14 |
| Slika 3.3 Ispitivanje u tijeku: menzura s ispitnim uzorcima, kontrolna menzura, termometar | 15 |
| Slika 3.4 Očitavanje gustoće na areometru | 15 |
| Slika 3.5 Korisničko sučelje | 18 |
| Slika 4.1 Kumulativne granulometrijske krivulje ispitnih uzoraka dobivene standardnom metodom određivanja GST areometriranjem i sijanjem..... | 20 |
| Slika 4.2 Izvješće o analizi ispitivanja laserskom difrakcijom..... | 22 |
| Slika 5.1 Kumulativne krivulje ispitnih uzoraka dobivene metodom laserske difrakcije ... | 26 |

POPIS KORIŠTENIH KRATICA I OZNAKA

ASTM – *American Society for Testing and Materials* – Američko društvo za testiranje i materijale

D_t – promjer istaloženog zrna nakon vremena t , mm

g – gravitacijsko ubrzanje, m/s^2 ($g = 9,81 m/s^2$)

GST – granulometrijski sastav tla

H – visina padanja zrna na temelju očitavanja areometra (od površine otopine do težišta areometra), cm

ISO – *International Organization for Standardization* (Međunarodna organizacija za standardizaciju)

m_0 – masa suhog tla korištena za areometriranje, g

m_{200} – masa uzorka koja je prošla kroz sito broj. 200, g

N_{Di} – koeficijent prolaza mase, %

RSD – eng. *Relative Standard Deviation* – relativno standardno odstupanje, %

t – vrijeme, min

USCS – *Unified Soil Classification System* (klasifikacija tla, koja je sastavni dio američkih normi ASTM)

v – brzina padanja čestice, m/s

η – viskoznost vode na određenoj temperaturi, P (Poise, $0,01 P = 0,001 Pa \cdot s$, pri $20^\circ C$)

ρ_H – korigirano očitavanje areometra, g/cm^3

ρ_s – gustoća čestica tla, g/cm^3

ρ_w – gustoća vode, g/cm^3

1. UVOD

Tlo je površinski sloj Zemljine kore, materijal na kojem živimo i s kojim se svakodnevno susrećemo u brojnim djelatnostima. Ono je temelj za poljoprivredu i proizvodnju hrane, koristi se kao materijal u građevinarstvu, a na njemu se izvode i brojni inženjerski zahvati. Svaka djelatnost koja uključuje tlo zahtijeva poznavanje njegovih fizikalno-mehaničkih svojstava. Proučavanjem fizikalno-mehaničkih svojstava tla te njegovog ponašanja u različitim uvjetima bavi se mehanika tla. Ona je zajedno s mehanikom stijena i inženjerskom geologijom, dio tehničke discipline geotehnike koja se bavi projektiranjem i izvođenjem objekata u tlu i stijeni (Kvasnička i Domitrović, 2007). Granulometrijski sastav tla (GST) jedan je od osnovnih opisnih parametara tla. Koristi se u procjeni fizikalno-mehaničkih svojstava, klasifikaciji te u ocjeni njegove pogodnosti za planirane zahvate, bilo kao indikator ili kao stvarna mjera (Mulabdić, 2018). GST rezultat je granulometrijske analize koja se svodi na određivanje veličine (promjera) čestica i njihove raspodjele u ukupnoj količini. Kako odrediti veličinu čestice problem je s kojim se susreće niz znanosti pa ne čudi da postoji preko 400 metoda za njeno određivanje (Loveland i Whalley, 2000). Metode za određivanje GST, ovisno o veličini čestica, mogu se podijeliti na metode koje se koriste za određivanje sastava krupnozrnatih tala s česticama promjera većih od 75 μm (šljunak i pijesak) te sitnozrnatih tala s česticama promjera manjih od 75 μm (prah i glina). Određivanje granulometrijskog sastava šljunka i pijeska najčešće se izvodi sijanjem (mokra ili suha) dok se za prah i glinu koriste metode praćenja taloženja (metoda pipetiranja) ili hidrometrijska analiza (areometriranje). Prema Mulabdiću (2018) sadržaj i raspodjela čestica u sitnozrnatom tlu utvrđuje se na uzorku čije su čestice raspršene u destiliranoj vodi s dodatkom antikoagulansa. Postupak se može obaviti areometriranjem, metodom pipetiranja ili posebnim uređajem – granulometrom (eng. *particle size analyser*) koji koristi optički princip detekcije veličine i količine čestica. U geotehničkoj praksi, standardne metode određivanja GST propisane su normama, a izvode se sijanjem i/ili areometriranjem, ovisno o vrsti tla koje se ispituje. Druge metode poput određivanja granulometrom nisu propisane normom pa je za njih potrebno obaviti dodatna umjeravanja i usporedbe (Mulabdić, 2018). Svaka metoda temelji se na drugačijim principima i izvedbi mjerenja. S obzirom na specifičnosti postavlja se pitanje o postojanju razlika u rezultatima dobivenih različitim metodama.

Cilj ovog rada usporedba je standardne metode određivanja GST postupcima areometriranja i sijanja s metodom laserske difrakcije. U sklopu rada za svaku od metoda prikazat će se temeljni principi mjerenja, postupak analize i interpretacija rezultata na temelju kojih će se raspravljati o prednostima i nedostacima pojedine. Laboratorijske analize provedene su na Rudarsko-geološko-naftnom fakultetu Sveučilišta u Zagrebu. Analizirano je pet uzoraka, standardnom metodom određivanja GST areometriranjem (i sijanjem) u Geomehaničkom laboratoriju, na Odjelu za mehaniku tla, te metodom laserske difrakcije pomoću uređaja Mastersizer 3000 tvrtke Malvern Panalytical u sklopu Laboratorija za analizu geoloških materijala. Metode se razlikuju u principima mjerenja i koriste različite mjerne instrumente pa se između rezultata pojedinih metoda očekuju signifikantne razlike. Razlike u rezultatima dodatno su naglašene zbog različitih fizikalnih principa mjerenja, što može otežati njihovu izravnu usporedbu. Udjeli pojedinih frakcija određeni standardnom metodom iskazuju se na temelju mase, a udjeli određeni laserskom difrakcijom na temelju volumena.

Velik broj istraživanja i radova proveden je s ciljem usporedbe standardnih metoda s metodom laserske difrakcije. Usporedbom laserske difrakcije i areometriranja bavili su se Ryzak i Bieganski (2010), dok su Faé i sur. (2019) s laserskom difrakcijom uspoređivali metodu pipetiranja. Općenito su utvrđene razlike u rezultatima, naročito su zapažene kod frakcije glina. Razlog se tražio u nesferičnom obliku čestica gline, odabranim optičkim svojstvima i sl. Danas se areometriranje i sijanje koriste kao opće prihvaćene standardne metode u geotehničkoj praksi. Unatoč dovoljno točnim rezultatima za daljnje procjene, Faé i sur. (2019) ističu tri glavna nedostatka: (1) postupak je dugotrajan i zamoran, (2) mjerenje iziskuje puno vremena i (3) rezultati ovise o izvedbi postupka analize. Iz navedenih razloga primjena standardnih metoda je ograničena i neefikasna za analizu većeg broja uzoraka u kratkom vremenu. Ograničenja metode areometriranja naročito se očituju kod donje i gornje granice raspona veličina čestica. Krupnije čestice sedimentiraju gotovo trenutno pa nije moguće točno odrediti promjenu gustoće, dok najsitnije frakcije ($< 2 \mu\text{m}$) dugo sedimentiraju (Makó i sur., 2017). Također, interpretacija areometriranja prema Stokesovom zakonu polazi od pretpostavke da su čestice pravilnog oblika sfere. To nije točno za većinu tala čije su čestice uglavnom nepravilnog oblika. Kod glina susrećemo se čak s plosnatim i cjevastim oblicima (Clifton i sur., 1999). Takva pretpostavka dovodi do odstupanja u rezultatima. U znanosti o tlu, često nailazimo na primjenu laserske difrakcije za određivanje GST. Zbog njenih prednosti smatra se da bi mogla postati alternativa standardnoj metodi areometriranja

koja se uz sijanje koristi u geotehničkoj praksi. Prednost laserske difrakcije mogućnost je analize većeg broja uzoraka u kraćem vremenu, manja količina uzorka potrebna za analizu (nekoliko miligrama do nekoliko grama), mjerenje šireg raspona veličina čestica i dr. Ali i laserska difrakcija se susreće s brojnim izazovima. Tlo se sastoji od širokog raspona veličine čestica, što ga čini problematičnim pri određivanju reprezentativnog uzorka za analizu. Prije analize laserskom difrakcijom, sijanjem se uklanjaju krupnije čestice koje ne odgovaraju mjernom rasponu korištenog granulometra (Faé i sur., 2019). Za Mastersizer 3000 to su čestice promjera većeg od 2 mm. Također, količina uzorka koja ulazi u analizu je jako mala. Osim toga poteškoće pri određivanju GST javljaju se zbog nedostataka standardnih operativnih postupaka za analizu tla pa rezultati mogu varirati ovisno o vrsti laserskog difratora, količini i stanju uzorka, teoriji koja se primjenjuje pri mjerenju, definiranim indeksima loma i apsorpcije, pripremi uzorka itd. (Ryzak i Bieganowski, 2011). Navedeno se odražava i na nedostatak izravne usporedivosti rezultata sa standardnim metoda.

2. TEORIJSKE OSNOVE

2.1. Podjela tla prema veličini čestica

Skupina čestica različitih oblika i veličina a ujedno i mineraloškog sastava – tlo, vrlo je heterogen i kompleksan sustav. U prirodnom stanju tlo osim čvrstih čestica sadrži i tekuću te plinovitu fazu smještenu u porama između čestica (najčešće vodu i zrak). Interakcija između faza utječe na ponašanje tla. S gledišta mehanike tla i geotehničkog inženjerstva potrebno je poznavati granulometrijski sastav. Na temelju GST možemo procijeniti njegove fizikalne karakteristike, primjerice: vodopropusnost, stišljivost, kapilarnost, filtarska svojstava, osjetljivost na smrzavanje i nosivost tla, podložnost eroziji, uporabljivost određene mehanizacije itd. (Kvasnička i Domitrović, 2007). Radi jednostavnije usporedbe i ocjene, koje tlo bi bilo povoljnije za određene inženjerske zahvate, razvijeni su sustavi klasifikacije tala. Klasifikacija je postupak kojim se tala svrstavaju u grupe radi međusobnog razlikovanja i isticanja određenih svojstava (Mulabdić, 2018). Najčešća i najvažnija klasifikacija temelji se na granulometrijskom sastavu, odnosno dominantnoj veličini čestice. U nas je uobičajena jedinstvena klasifikacija, koju je razvio Arthur Casagrande, tzv. AC-klasifikacija (Tablica 2-1). Sitnozrnati materijali klasificiraju se još i prema svojstvima plastičnosti (Kvasnička i Domitrović, 2007). Za potrebe ovog rada koristit će se podjela prema normi ISO/DIS 14688.

Tablica 2-1 Vrste materijala prema veličini čestica (glavne grupe)

| Vrsta materijala | Veličina čestica (ISO) |
|------------------|------------------------|
| ŠLJUNAK | 60 - 2 mm |
| PIJESAK | 2 - 0,06 mm |
| PRAH | 0,06 - 0,002 mm |
| GLINA | < 0,002 mm |

2.2. Principi određivanja GST

GST raspodjela je čestica tla po veličini izražena u postotku mase (Kvasnička i Domitrović 2007). U standardnoj geotehničkoj praksi, određuje se dvoma, odvojenim i prilično različitim postupcima mehaničke analize koji obuhvaćaju širok raspon veličine čestica. To su postupci sijanja za krupnozrnata tla i hidrometrijske analize ili areometriranja za sitnozrnata tla. Tlo je u prirodi najčešće mješavina krupnih i sitnih čestica pa se postupci sijanja i areometriranja često kombiniraju. Osim spomenutih, prema Mulabdiću (2018), sadržaj i raspodjela čestica u sitnozrnatim tlima može se utvrditi i pomoću posebnog uređaja – difraktometra koji koristi laserski princip detekcije čestica. Analiza takvog tla provodi se nakon raspršenja čestica u destiliranoj vodi s dodatkom antikoagulansa.

Navedenim postupcima nastoji se grupirati čestice u određene raspone prema veličini zrna, te odrediti udio svakog raspona u ukupnom uzorku. Rezultat GST prikazuje se dijagramom koji povezuje promjer čestica i postotak čestica čiji je promjer manji od promatranog (Mulabdić, 2018). Postotak čestica određuje se mjerenjem određene veličine npr. mase čestica određenog promjera u ukupnom uzorku. Promjer čestica može se odrediti s više različitih metoda, a svaka od njih ima svoje značajke i specifičnosti. U daljnjem tekstu detaljnije će se obraditi teorijske osnove i principi određivanja GST areometriranjem i laserskom difrakcijom kao predmet istraživanja ovog rada.

2.2.1. Areometriranje

Areometriranje je metoda određivanja granulometrijskog sastava za sitnozrnata tla (prah i glinu). Takva tla sadrže čestice promjera manjih od 0,06 mm prema načelima EN ISO 14688-2, odnosno 0,075 mm prema načelima USCS koja je sastavni dio američkih normi ASTM D 2487-11. Areometriranje spada pod tzv. hidrometrijske metode u kojima prema Head-u (2006), poznata masa čestica djelovanjem gravitacijske sile sedimentira. Sedimentacija se odvija u određenom vremenu, a čestice su raspršene u poznatom volumenu destilirane vode s dodatkom antikoagulansa.

Kako čestice promjera manjih od 0,06 mm nisu vidljive prostim okom njihovu veličinu određujemo indirektno mjerenjem gustoće suspenzije u određenim vremenskim intervalima. Gustoću mjerimo uz pomoć areometra (Slika 2.1), posebno oblikovane staklene cijevi s utegom. Uteg se nalazi na donjem kraju gdje je proširenje a na gornjem kraju nalazi se tanka cijev s mjernom ljestvicom za gustoću..



Slika 2.1 Areometar (foto: Gavrić)

Rad areometra temelji se na Arhimedovom zakonu odnosno tome da će tijelo plutati na površini tekućine, ako je njegova gustoća manja od gustoće tekućine. Tako areometar mjeri gustoću otopine na dubini koja odgovara položaju njegovog težišta (prošireni dio).

Princip mjerenja veličine čestica polazi od pretpostavke da sferične čestice različitih veličina pod utjecajem gravitacijske sile imaju različite brzine taloženja. Vrijeme taloženja rasti će sa smanjenjem promjera čestice (Mulabdić, 2018), odnosno najprije će se taložiti čestice većeg promjera, a zatim čestice manjeg promjera. Kako će zbog taloženja s vremenom gustoća otopine pri vrhu menzure opadati, a pri dnu rasti, areometar će se uranjati na sve veću dubinu. Dubina uranjanja areometra obrnuto je proporcionalna gustoći suspenzije. Na temelju podataka o dubini na kojoj se mjeri gustoća, vremenu taloženja, karakteristikama tekućine i gustoći čestica tla, pomoću Stokesovog zakona određuje se ekvivalentni promjer čestica i njihov udio u uzorku (Mulabdić, 2018).

Stokesov zakon podrazumijeva sljedeće pretpostavke (Head, 2006): (1) čestice se talože uz viskozno tečenje u mirnoj tekućini, (2) nema turbulencije, tj. koncentracija čestica je takva da jedna ne utječe na drugu, (3) temperatura tekućine je stalna, (4) čestice su male sfere, (5) brzina taloženja je mala, (6) sve čestice imaju jednaku gustoću i (7) u tekućini je prije taloženja formirana jednolika raspodjela čestica svih veličina. Za takve uvjete, brzina taloženja čestica definirana je sljedećim izrazom:

$$v = \frac{D^2 \cdot g \cdot (\rho_s - \rho_w)}{18 \cdot \eta} \quad (2-1)$$

gdje je:

D – promjer čestice oblika sfere,

g – gravitacijsko ubrzanje,

η – viskoznost vode na određenoj temperaturi,

ρ_s – gustoća čestice,

ρ_w – gustoća vode.

Temeljem Stokesovog zakona (2-1) prema očitaju areometra u proteklom vremenu t na određenoj dubini H promjer čestica tla proračunava se sljedećim izrazom (ASTM D 422 – 63):

$$D_t = \sqrt{\frac{30 \cdot \eta}{980 \cdot (\rho_s - \rho_w)}} \cdot \sqrt{\frac{H}{t}} \quad (2-2)$$

gdje je:

D_t – promjer istaloženog zrna nakon vremena t , mm

η – koeficijent viskoznost vode na određenoj temperaturi, P (0,01 P = 0,001 Pa·s, pri 20°C)

H – udaljenost od površine suspenzije do razine na kojoj se mjeri gustoća (efektivna dubina areometra), cm

t – proteklo vrijeme od početka procesa taloženja, min

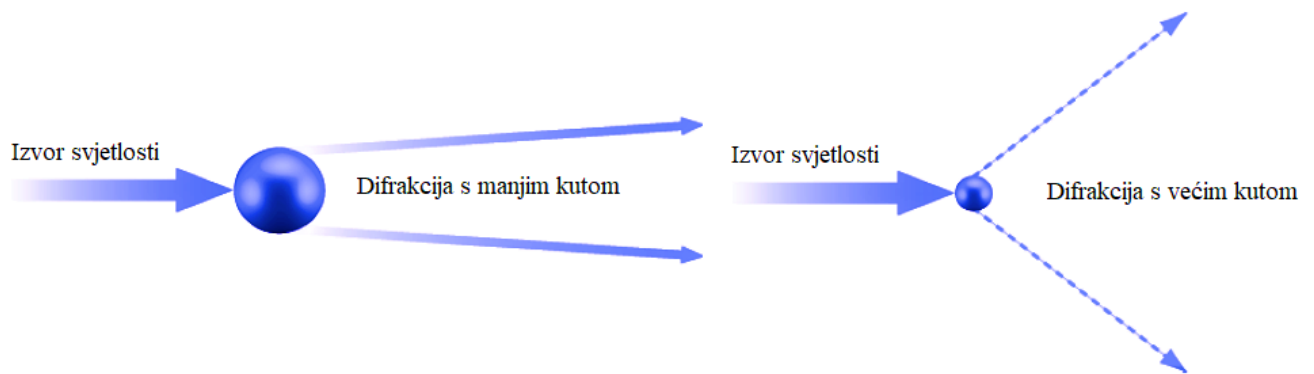
ρ_s – gustoća čvrstih čestica tla, g/cm³

ρ_w – gustoća vode, g/cm³ (1,000 g/cm³)

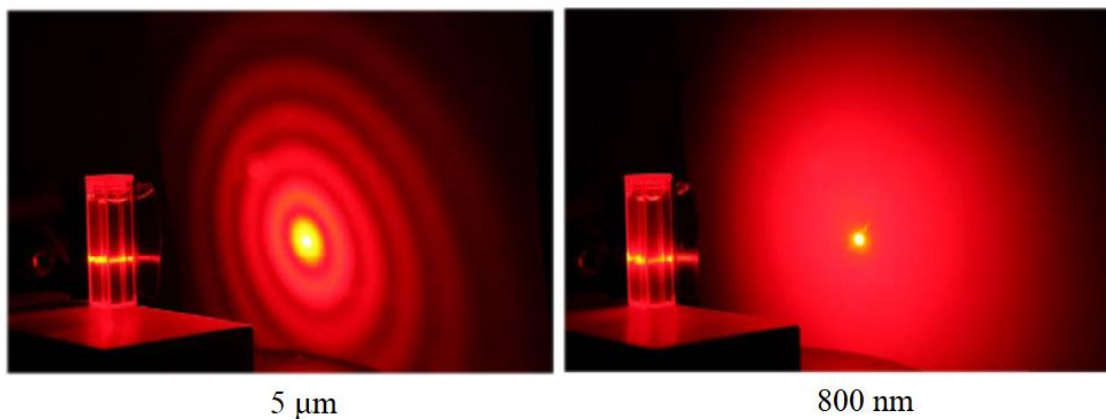
Čestice tla odudaraju od pravilnog oblika sfere i pretežito su nepravilnih oblika pa se promjer 2-2 naziva ekvivalentnim promjerom (Mulabdić, 2018).

2.2.2. Laserska difrakcija

Metoda laserske difrakcije također se primjenjuje za određivanje veličine i raspodjele čestica. Temelji se na činjenici, da čestice, koje se nađu kao prepreka na putu svjetlosnim (laserskim) zrakama izazivaju njeno raspršenje. Specifičan uzorak raspršenja svjetlosti ovisi o veličini čestica, dok promjena u intenzitetu raspršene svjetlosti o količini takvih čestica. Veće čestice uzrokujuće skretanje zraka pod manjim kutom i veći intenzitet raspršene svjetlosti dok će kod manjih čestica skretanje biti pod većim kutom s manjim intenzitetom raspršene svjetlosti (Slika 2.2 i Slika 2.3).

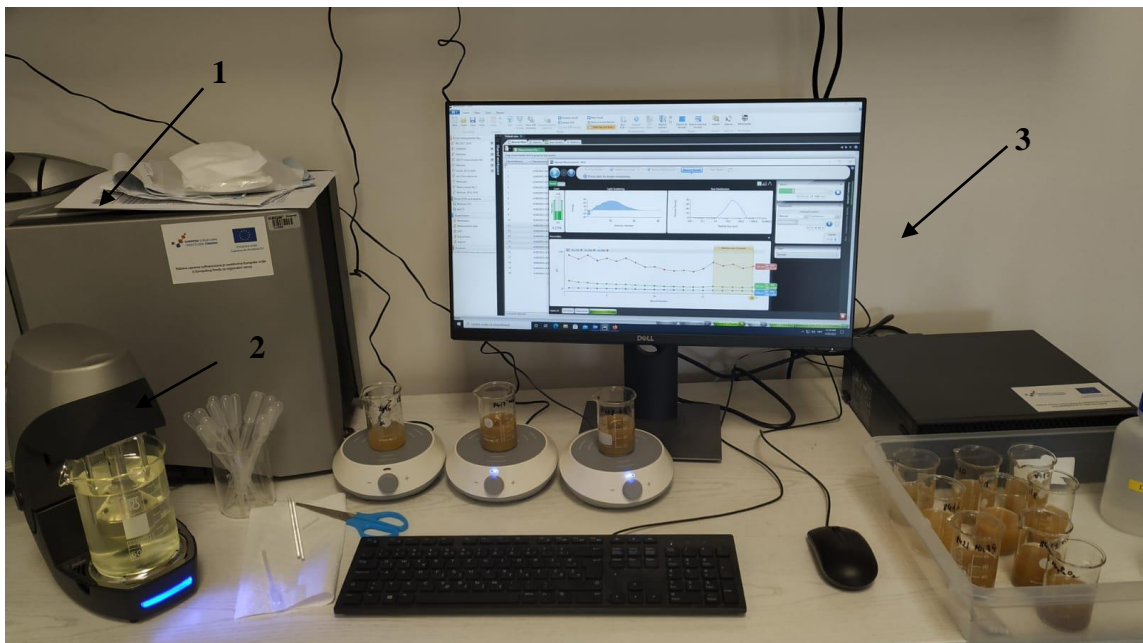


Slika 2.2 Shematski prikaz skretanja svjetlosnih zraka ovisno o veličini čestice (Malvern Instruments Ltd, 2015)



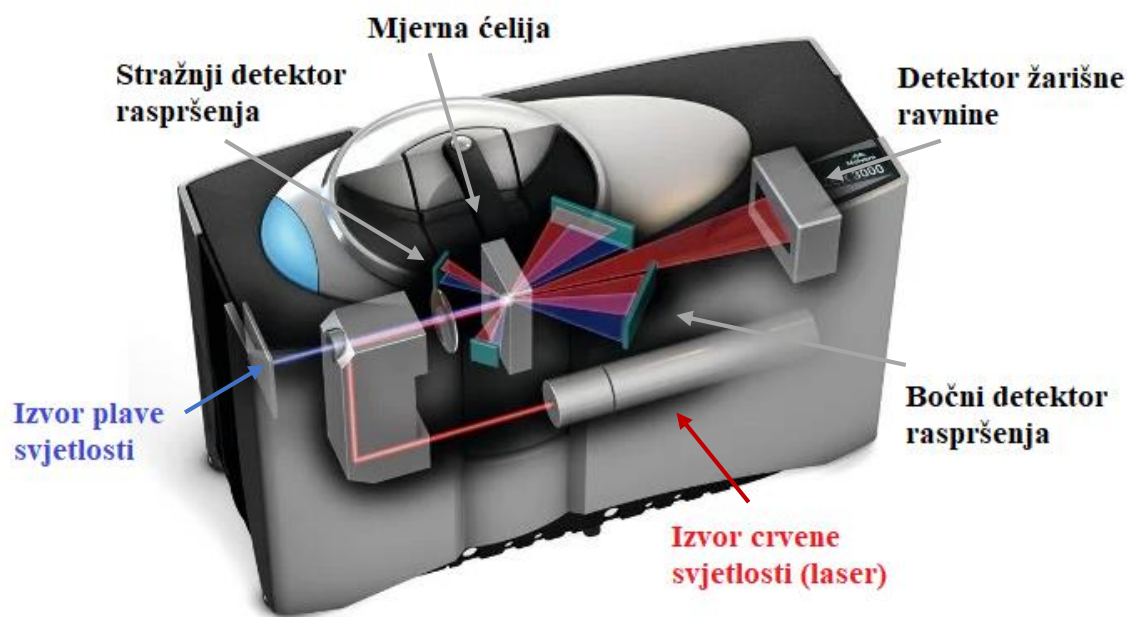
Slika 2.3 Difrakcijski uzorci raspršene svjetlosti ovisno o veličini čestice (Malvern Instruments Ltd, 2015)

Veličina čestice određuje se mjerenjem kuta a količina mjerenjem intenziteta raspršenog svjetla. Uređaj koji omogućuje takvo mjerenje naziva se laserski difraktometar, a u sklopu ovog rada korišten je Mastersizer 3000 Particle Size Analyzer tvrtke Malvern Panalytical. Prema uputama za korištenje (Malvern Instruments Ltd., 2013) glavni dijelovi sustava su kućište s optičkom jedinicom i ćelijom za mjerenje (1), jedinica za disperziju i dodavanje uzorka (2), te računalo s programom za upravljanje i obradu ulaznih/izlaznih podataka (3) kako je prikazano na slici 2.4.



Slika 2.4 Mastersizer 3000 sustav (foto: Gavrić)

Jezgru sustava predstavlja optička jedinica s ćelijom za mjerenje, detektorima te izvorima svjetlosti valne duljine 633 nm crvene boje (laser) i valne duljine 470 nm plave boje (LED). Svjetlost prolazi protočnom mjernom ćelijom konstantne debljine gdje na raspršenim česticama dolazi do difrakcije. Difraktirana svjetlost pada na niz detektora gdje se bilježe podaci o kutu i intenzitetu raspršene svjetlosti i pretvaraju u električni signal (Slika 2.5).



Slika 2.5 Dijelovi optičke jedinice Mastersizer 3000 uređaja (Malvern Panalytical, 2013)

Prilikom interakcije laserskih zraka sa česticom, ovisno o njenim optičkim svojstvima, javlja se niz pojava uključujući difrakciju, apsorpciju, refrakciju i refleksiju. Navedene pojave čine fenomen raspršenja svjetlosti koji ovisi o veličini čestice koja uzrokuje raspršenje i valnoj duljini svjetlosti koja se raspršuje.

Mastersizer 3000 koristi jednu optičku mjernu putanju i dva izvora svjetlosti što ga čini pogodnim za mjerenje šireg raspona veličina čestica (od 10 nm do 2,0 mm). Mjerenje se temelji na Mie-ovoj ili Fraunhofer-ovoj teoriji raspršenja. Laser crvene boje pokriva područje za veće čestice, dok svjetlost plave boje područje za manje čestice. Niz posebno postavljenih detektora omogućuje mjerenje širokog raspona kutova – stražnji i bočni mjere kutove širokog do srednjeg raspona veličina, dok detektor žarišne ravnine omogućuje mjerenja za vrlo male kutove. Prikupljeni podaci o intenzitetu kutnog raspršenja svjetlosti analiziraju se računalnim programom. Laserskom difrakcijom dobivamo podatke o veličini čestica (ekvivalentni promjer) i njihove volumne udjele. Rezultati se mogu vidjeti u neobrađenoj formi podataka, grafički krivuljom raspodjele veličine čestica i dr. ovisno o prikazu koji podesimo.

U sklopu ovog rada korištena je Mie-ova teorija raspršenja. Teorija polazi od pretpostavke, da su čestice oblika kugle te raspršenje svjetlosti opisuje kao funkciju

veličine čestice, valne duljine i indeksa loma čestice i medija u kojoj se čestica nalazi (Postelmans i sur. 2018). Iz tog razloga za točne rezultate nužno je poznavanje optičkih svojstava uzorka i medija u kojem se nalazi, poput indeksa loma i apsorpcijskog koeficijenta. Optički parametri mogu se pronaći u bazi podataka koju program nudi.

Cijelim procesom upravlja se pomoću računala na kojem se u programu podešavaju mjerni parametri i sve ostale funkcije uključujući i samo pokretanje optičke jedinice i jedinice za disperziju. Za potrebe ovog ispitivanja koristila se jedinica za disperziju u tekućini tipa Hydro EV. Hydro EV sastoji se od posebno dizajnirane centrifugalne pumpe-miješalice, koja uz ugrađenu ultrazvučnu sondu omogućuje bolju i bržu disperziju uzorka te cirkulaciju kroz sustav (Slika 2.6).

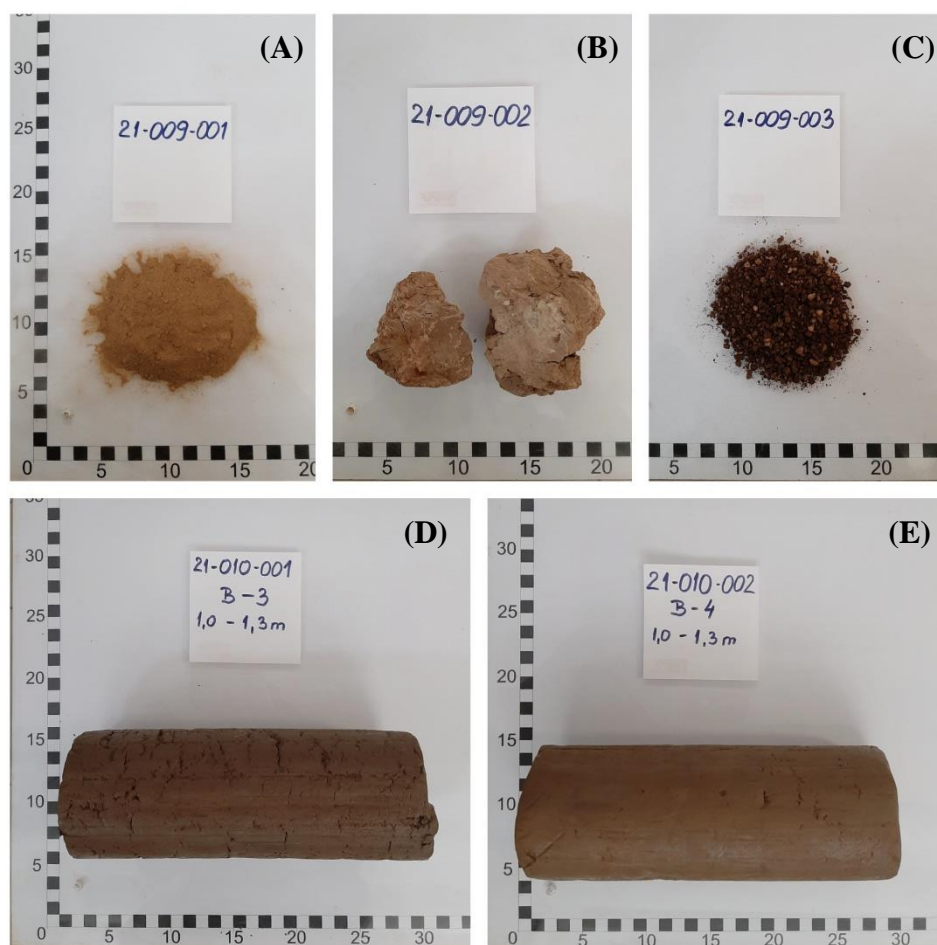


Slika 2.6 Disperzna jedinica Hydro EV (Malvern Mastersizer 3000 Brochure)

3. MATERIJALI I METODE

3.1. Uzorci tla

Analize su provedene na pet uzoraka tala s različitih područja Republike Hrvatske. Uzorci su većinom pokrovni materijali, te tla iz bušotina na dubinama od 1,0 do 1,3 m. (Slika 3.1).



Slika 3.1 Ispitni uzorci (foto: Gavrić)

Za uzorke se pretpostavilo da su: (A) pijesak te (B), (C), (D) i (E) glina. Ispitivanje areometriranjem i sijanjem provedeno je u Geomehaničkom laboratoriju, na Odjelu za mehaniku tla, a ispitivanje metodom laserske difrakcije pomoću uređaja u Laboratoriju za analizu geoloških materijala na Rudarsko-geološko-naftnom fakultetu Sveučilišta u Zagrebu.

3.2. Postupak ispitivanja areometriranjem

Postupak ispitivanja proveden je prema normi ASTM D422 (2007). Od svakog izvornog uzorka izdvojena je i izvagana masa za ispitivanje vlažnosti, te je stavljena na sušenje u sušionik. Ispitni uzorci mase od oko 50 g, izdvajaju se u zasebne posude kojima se dodaje 125 ml prethodno pripremljene otopine antikoagulansa (natrij heksametafosfata) koncentracije 40 g/l. Antikoagulans služi za sprječavanje skupljanja manjih čestica u veće i omogućava bolju disperziju čestica tla u suspenziji. Uzorak se u otopini drži minimalno 16 sati (Slika 3.2).



Slika 3.2 Ispitni uzorci s dodanom otopinom antikoagulansa (foto: Gavrić)

Nakon namakanja uzorci se miješaju električnom miješalicom. Suspenzija se prenese u menzuru volumena 1 l i nadopuni destiliranom vodom do oznake. Paralelno se priprema i kontrolna menzura, također volumena 1 l, koja sadrži 125 ml otopine antikoagulansa i destiliranu vodu nadopunjeno do oznake. Otopina u kontrolnoj menzuri referentna je suspenzija, čija gustoća služi za korekciju gustoća ispitnih suspenzija. Dodatak antikoagulansa utječe na gustoću ispitnih suspenzija – gustoća se povećava pa time i očitavanja. Osim antikoagulansa, na gustoću suspenzije utječe i temperatura. Nakon svakog očitavanja mjeri se i temperatura suspenzije pomoću termometra.

Prije početka mjerenja na menzure s ispitnim uzorcima stavljamo čep, te kružno miješamo sadržaj približno 15 ciklusa. Tako se suspenzija homogenizira i postizemo jednaku gustoću po cijeloj visini menzure. Menzuru zatim stavljamo na horizontalnu podlogu, te započinjemo s mjerenjem vremena. Mjerenje izvodimo, prema ASTM D

422-63 (2007) uranjanjem areometra (151H-62) te očitavamo gustoću nakon 2, 5, 15, 30, 60, 250 minuta, te 24 sata (Slika 3.3).



Slika 3.3 Ispitivanje u tijeku: menzure s ispitnim uzorcima, kontrolna menzura, termometar (foto: Gavrić)

Areometar se pažljivo se i polagano uranja u suspenziju na procijenjenu dubinu očitavanja, kako bi se izbjeglo miješanje koje bi poremetilo slobodno taloženje čestica. Gustoća se očitava nakon što se areometar umirio, pa ga je potrebno uroniti nekoliko sekundi prije propisanog vremena očitavanja. Gustoću očitavamo u g/cm^3 na mjestu kontakta suspenzije i areometra odnosno na vrhu meniskusa (Slika 3.4).



Slika 3.4 Očitavanje gustoće na areometru (foto: Gavrić)

Nakon 24 sata i zadnjeg očitavanja, suspenziju prosijavamo na situ broj 200 (75 μm). Ostatak na situ ispiramo, dok se ne odstrane sitne čestice. Sitne čestice sklone su vezanju za krupnije (Mulabdić, 2018) i mogle bi uzrokovati pogreške u daljnjem postupku analize i interpretaciji mjerenja. Ostatak na situ stavljamo na sušenje ($110 \pm 5^\circ\text{C}$), te pripremamo za daljnju analizu.

Ostatak na situ broj 200 je krupnozrnato tlo (promjera $> 75 \mu\text{m}$), pa njegovu granulometrijsku analizu nakon sušenja provodimo sijananjem. Za sijanje koristimo niz sita standardnih dimenzija, čiji se otvori smanjuju po visini (Kvasnička i Domitrović, 2007). Koristili smo niz sita čiji su otvori bili 4,750; 2,000; 0,850; 0,425; 0,250; 0,106 te 0,075 mm. Svakom ostatku na situ, uključujući i ostatku na dnu odredili smo masu vaganjem.

3.3. Postupak ispitivanja laserskom difrakcijom

Postupak ispitivanja laserskom difrakcijom započinje pripremom uzoraka na gotovo isti način kao u standardnom postupku određivanja GST areometriranjem. Od svakog uzoraka izdvojeno je približno 0,5 g mase, te je dodano 1 ml otopine antikoagulansa (0,1 M natrij pirofosfat, $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$) i 50 ml destilirane vode. Uzorci su ostavljeni na end-over-end tresilici preko noći.

Prije samog početka ispitivanja, slijedeći upute od strane proizvođača, u računalnom programu unijeti su mjerni parametri i informacije o ispitivanom uzorku. Postavke mjerenja uključuju podatke poput oblika čestice (nepravilni), apsorpcijskog koeficijenta, indeksa loma, gustoće materijala i dr. Iz baze podataka odabrani su parametri koji bi prema svojstvima bili najsličniji s mjerenim uzorcima. Za uzorak A (pijesak) odabrani su parametri koji odgovaraju optičkim svojstvima kvarca. Za uzorke B, C, D i E (gline), odabrani su parametri koji odgovaraju optičkim svojstvima gline (iz baze: *china clay*). Kao medij za mjerenje koristiti ćemo destiliranu vodu.

Uređaj prvo provodi pozadinsko mjerenje u trajanju od nekoliko sekundi. Kada je sustav spreman, slijedi dodavanje uzorka. Uzorak dodajemo u jedinicu Hydro EV, ručno uz pomoć Pasteurove pipete s odrezanim vrhom. Količina uzorka, koju je potrebno dodati ovisi o očekivanoj veličini čestice. Dodavanje ispravne količine uzorka ključno je za izvedbu točnog mjerenja, jer dodavanje previše uzorka može uzrokovati višestruko

raspršenje. Kao mjera koncentracije koristi se razina zamračenja (eng. *obscuration*) tj. količina svjetlosti koju čestice blokiraju ili saspršuju. Preporučene vrijednosti zamračenja na temelju veličine čestica prikazane su u tablici 3-1.

Tablica 3-1 Preporučene vrijednosti zamračenja ovisno o veličini čestica u uzorku (Longworth-Cook, 2016)

| Čestice | Zamračenje (eng. <i>obscuration</i>) |
|-----------------------|---------------------------------------|
| Jako sitne | < 5% |
| Sitne | 5-10 % |
| Krupnije | 10-20 % |
| Neujednačene veličine | 10-20% |

Uzorak se dodaje kap po kap uz istovremeno praćene prikaza *obscuration* unutar softwera. Nakon dodane ispravne količine uzorka započinjemo s mjerenjem. Mjerenje jednog ponavljanja traje traje svega nekoliko sekundi (10-20 s). Na svakom uzorku izvedeno je 5 ponavljanja, tako je za jedan uzorak mjerenje trajalo u prosjeku oko 2 minute. Rezultati se prikazuju grafički u obliku dijagrama raspodjele veličine čestica, gdje je na apcisi iskazana veličina čestica odnosno promjer (D , μm) a na ordinati volumni udio čestica (%). Osim rezultata na sučelju se u stvarnom vremenu prikazuje "snaga" lasera s trenutnom razinom zamračenja (eng. *obscuration*) (1), grafikon raspršenja svjetlosti s energijom u odnosu na broj detektora (2), distribucijski dijagram raspodjele veličine s volumnim udjelima (%) u odnosu na veličinu čestice (μm) (3) te je prikazan trend mjerenja s vrijednostima relativnog standardnog odstupanja (RSD) u nizu ponovljenih mjerenja (4) (Slika 3.5).



Slika 3.5 Korisničko sučelje (foto: Gavrić)

Za pojedini uzorak mjerenja su ponavljana dok vrijednost relativne standardne devijacije – RSD (eng. *Relative Standard Deviation*) nije zadovoljila ISO standarde. RSD ukazuje na slaganje između rezultata uzastopnih mjerenja te njegove vrijednosti moraju biti unutar propisanih (3% za D_{v50} i 5% za D_{v10} i D_{v90}). Nakon svakog uzorka potrebno je očistiti sustav. Čišćenje se pokreće unutar računalnog programa. Slijedeći upute na sučelju programa, operater ispiru sustav čistom destiliranom vodom u nekoliko navrata, dok sustav ne pokaže da je spreman za iduće mjerenje.

4. REZULTATI

4.1. Analiza podataka dobivenih areometriranjem

GST dobiven kombiniranom analizom areometriranja i sijanja u mehanici tla uobičajeno se prikazuje pomoću kumulativnih granulometrijskih dijagrama kod kojih se jedni postoci pribrajaju drugima (Kvasnička i Domitrović, 2007). Na apcisi se nalazi promjer čestica (D , mm) u logaritamskom mjerilu, a na ordinati koeficijent prolaza mase (N_{Di} , %) u linearnom mjerilu. Krivulja pokazuje udio mase čestica koje imaju manji promjer od promatranog u ukupnoj masi uzorka (Mulabdić, 2018).

Da bismo odredili promjera čestica sitnozrnatog tla dobivenog aerometriranjem potrebno je odrediti korigirana očitavanja areometra i visinu padanja zrna. Korekcija areometra propisana je normom (ASTM D422-63, 2007), te se u proračun uvodi zbog utjecaja antikoagulansa i visine meniskusa na samo očitavanje (Head, 2006). Za areometar 151H korekcija predstavlja razliku očitavanja gustoće referentne suspenzije i 1,000. Korigirano očitavanje gustoće suspenzije uzorka određuje se kao razlika očitavanja gustoće uzorka i spomenute korekcije. Na temelju korigiranog očitavanja iz tablica s iskustvenim podacima određujemo dubinu na kojoj je mjerena gustoća, te primjenom Stokesovog zakona pomoću izraza 2-2 određujemo ekvivalentne promjere.

Koeficijent prolaza mase određuje se korištenjem izraza:

$$N_{Di} = \frac{1000}{m_0} \cdot \frac{\rho_s}{\rho_s - \rho_w} \cdot (\rho_H - \rho_w) \cdot 100 \% \quad (4-1)$$

Za kombiniranu analizu areometriranjem i sijanjem potrebno je odrediti korigirani postotak prolaza prema izrazu:

$$N_{Di}' = N_{Di} \cdot \frac{m_{200}}{m_0} \quad (4-2)$$

gdje je:

N_{Di} – koeficijent prolaza mase, %

m_0 – masa suhog tla za areometriranje, g

m_{200} – masa uzorka koja je prošla kroz sito broj. 200, g

ρ_s – gustoća čestica tla, g/cm³

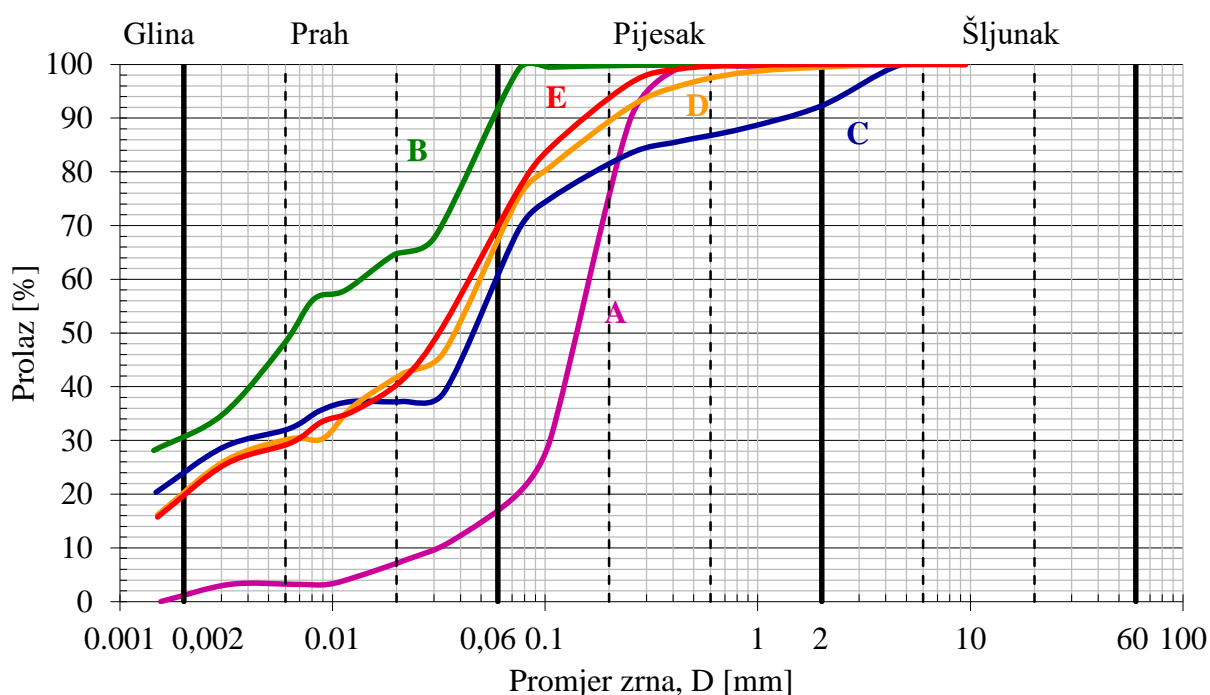
ρ_w – gustoća vode, g/cm³

ρ_H – korigirano očitavanje areometra, g/cm³.

Proračun veličine zrna za krupnozrnata tla dobiven sijanjem svodi se na određivanje veličine razreda odnosno postotaka mase ukupnog uzorka između dva promjera sita (Kvasnička i Domitrović 2007). Postoci se određuju kao omjer mase ostatka tla na situ i ukupne mase suhog uzorka tla, a za crtanje kumulativne krivulje potrebno je odrediti kumulativni postotak prolaza pomoću sljedećeg izraza:

$$N_{Di} = 100 - \sum_1^i N_i \quad (4-3)$$

Rezultati određivanja GST dobiveni areometriranjem i sijanjem dobiveni su za obrađeni su u MS Excel-u. Dobivene kumulativne granulometrijske krivulje prikazane su na slici 4.1.



Slika 4.1 Kumulativne granulometrijske krivulje ispitnih uzoraka dobivene standardnom metodom određivanja GST areometriranjem i sijanjem

Granulometrijske krivulje (Slika 4.1) podudaraju se sa iskustvenim pretpostavkama iz poglavlja 3.1. Četiri od pet uzoraka pokazuje sadržaj čestica veličine gline udjela između 18 i 30%, dok jedan uzorak (A) očekivano pokazuje sadržaj čestica

veličine pijeska u udjelu od približno 80%. Osim grafički rezultati su prikazani u tablici 4-1.

Tablica 4-1 Maseni udjeli pojedinih frakcija dobiveni standardnom metodom određivanja GST areometriranjem i sijanjem

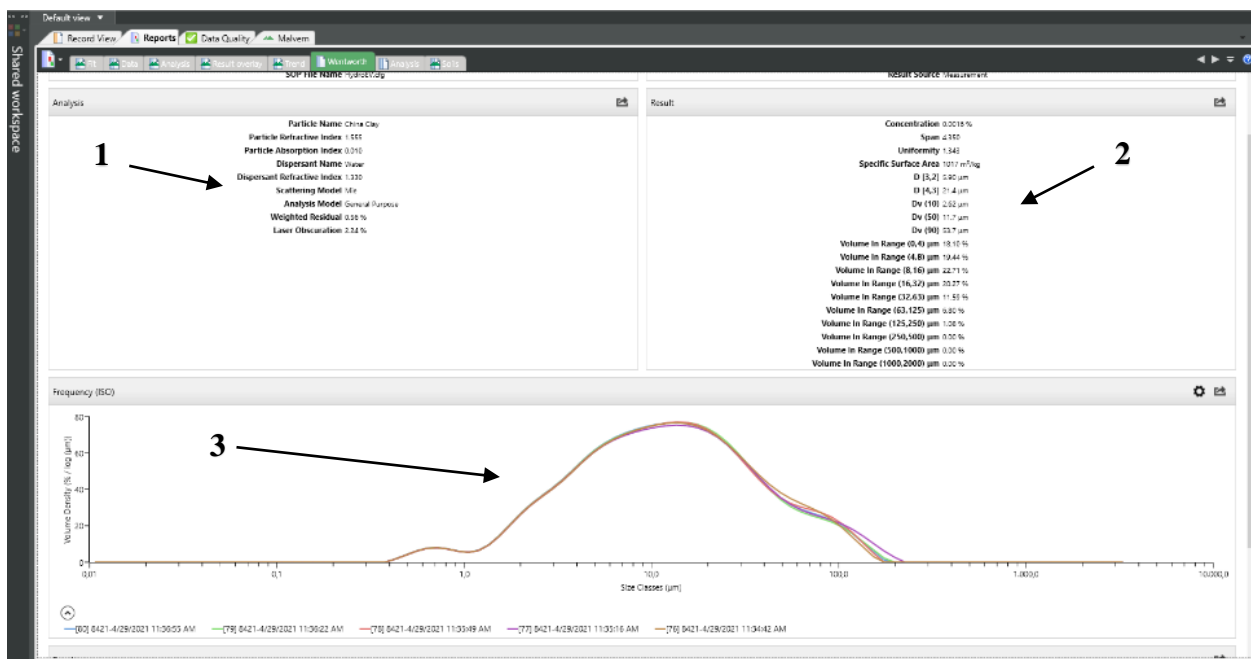
| | UDIO ŠLJUNKA U UZORKU (%) 60 - 20 mm | UDIO PIJESKA U UZORKU (%) 2 - 0,06 mm | UDIO PRAHA U UZORKU (%) 0,06 - 0,002 mm | UDIO GLINE U UZORKU (%) < 0,002 mm |
|----------|--|---|---|--|
| UZORAK A | 0,25 | 79,56 | 19,37 | 0,82 |
| UZORAK B | 0 | 0,96 | 68,58 | 30,46 |
| UZORAK C | 7,67 | 23,15 | 46,10 | 23,07 |
| UZORAK D | 0,49 | 24,25 | 56,01 | 19,25 |
| UZORAK E | 0,03 | 23,26 | 57,97 | 18,75 |

Na temelju rezultata govori se o sadržaju čestica čiji je promjer unutar određenog raspona pa tako za primjerice uzorak A kažemo da u odnosu na ukupnu masu uzorka sadrži 0,25% čestica promjera između 60 i 20 mm, 79,56% čestica promjera između 2 i 0,06 mm, 19,37% čestica promjera između 0,06 i 0,002 mm te 0,82% čestica promjera manjih od 0,002 mm.

4.2. Analiza podataka dobivenih laserskom difrakcijom

Rezultati određivanja GST laserskom difrakcijom uspješno su određeni za četiri od pet uzorka. Uzorak A, za kojeg se pretpostavljalo da je pijesak, prilikom analize pokazivao je prevelika odstupanja te rezultati nisu zadovoljavali RSD prema ISO standardu. RSD veći od dopuštenog u nizu mjerenja prema Malvern Instruments Ltd. (2013) znači da mjerenja nisu stabilna. Odstupanja mogu proizlaziti iz daljnjeg raspada uzorka, pogrešno postavljenih granica razine zamračenja (eng. *obscuration*) ili pogrešno postavljenih parametara indeksa loma i apsorpcije.

Za razliku od standardnih metoda određivanja GST areometriranjem i sijanjem kod laserske difrakcije analiza podataka izvodi se u računalnom programu sa već zadanim formulama i algoritmima. Rezultati ispitivanja za pojedini uzorak mogu se vidjeti na korisničkom sučelju u izvješću o analizi (Slika 4.2).



Slika 4.2. Izvješće o analizi ispitivanja laserskom difrakcijom (foto: Gavrić)

U izvješću se navode informacije o analizi (1) poput optičkih parametara uzorka, primijenjene teorije raspršenja svjetlosti, vrsti otapala i sl. U prozoru "Rezultati" (2) prikazana je koncentracija uzorka, parametri veličine čestica poput karakterističnih promjera zrna i srednje vrijednosti veličine zrna te volumnih udjela unutar određenih

raspona. Rezultati se prikazuju i krivuljom učestalosti ili frekvencijskom krivuljom (3). Na apcisi se nalazi promjer zrna a na ordinati odgovarajući volumni udio.

U tablici 4-2 prikazani su volumni udjela određenih raspona veličine čestica, i veličine čestica sukladno geometriji detektora i optičkoj konfiguraciji uređaja.

Tablica 4-2 Rezultati volumnih udjela pojedinih frakcija dobiveni metodom laserske difrakcije u Mastersizer 3000 uređaju.

| Raspon veličina čestice (mm) | UZORAK B vol. % | UZORAK C vol. % | UZORAK D vol. % | UZORAK E vol. % |
|------------------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| 0 – 0,004 | 24,62 | 24,19 | 17,75 | 17,78 |
| 0,004 – 0,008 | 25,89 | 21,95 | 19,95 | 19,21 |
| 0,008 – 0,016 | 25,54 | 19,92 | 24,15 | 22,64 |
| 0,016 – 0,032 | 15,99 | 16,13 | 22,57 | 20,35 |
| 0,032 – 0,063 | 5,64 | 11,48 | 13,19 | 12,31 |
| 0,063 – 0,125 | 2,21 | 6,10 | 2,39 | 7,00 |
| 0,125 – 0,250 | 0,12 | 0,23 | 0 | 0,71 |
| 0,250 – 0,500 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 0,500 – 1,000 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 1,000 – 2,000 | 0 | 0 | 0 | 0 |

Za interpretaciju rezultata dobivenih laserskom difrakcijom važno je naglasiti da se svi podaci izvode na temelju volumena pa tako za primjerice uzorak B kažemo da volumen svih čestica u kategoriji 0-0,004 mm predstavlja 24,62% ukupnog volumena, u kategoriji 0,004-0,008 mm 25,89% itd.

Kvantitativni i grafički prikaz rezultata laserske difrakcije u geotehničkoj praksi mogao bi poslužiti za dobivanje opće slike o distribuciji veličine čestica. Za konkretnije podatke u svrhu klasifikacije tala prema veličini čestica rezultati bi se trebali dodatno obraditi.

5. RASPRAVA

Nakon provedenih ispitivanja – standardnom metodom za određivanje GST areometriranjem i sijanjem, te metodom laserske difrakcije na uređaju Mastersizer 3000 tvrtke Malvern utvrđeno je da svaka od metoda ima svoje prednosti i nedostatke te da su prilično različite.

Prednost laserske difrakcije nad standardnim metodama određivanja GST svakako je u vremenu trajanja analize. Mjerenje na jednom uzorku laserskim difraktorom Mastersizer 3000 traje svega nekoliko sekundi, dok se zadnje očitavanje areometra izvodi nakon 24 sata, pa je laserska difrakcija efikasnija za analizu većeg broja uzoraka u kraćem vremenu. Također, Mastersizer 3000 s jedinicom Hydro EV, omogućuje ponavljanje mjerenja na istom uzorku zbog čega se statistički, rezultati smatraju preciznijim. Kod areometriranja nije moguće ponoviti mjerenje na istom uzorku, budući da pratimo promjenu gustoće suspenzije u određenom vremenu. Metoda laserske difrakcije zahtijeva relativno malu količinu uzorka (0,5 do nekoliko grama) no u jedinicu za disperziju se dodaje znatno manja količina. To se može smatrati prednošću ali može biti sporno zbog reprezentativnosti uzorka.

Za areometriranje je potrebna relativno velika količina kako bi imali dovoljno čestica i mogli detektirati promjenu gustoće suspenzije (20-50 g). Što se mjernog raspona tiče, areometriranje je ograničeno na raspon veličina čestica praha i gline, jer se veće čestice izrazito brzo talože pa u tako kratkom intervalu nije moguće pratiti promjenu gustoće. Laserska difrakcija ima širi raspon mjerenja – veličine čestica od 10 nm do 2 mm (za Mastersizer 3000). To je čini pogodnom za određivanje veličine najsitnijih čestica (promjera manjih i od 0,002 mm), za što bi kod areometriranja bilo potrebno jako puno vremena. Nedostatak areometriranja jest i ovisnost o laboratorijskoj opremi (Head, 2006) te preciznosti izvođača naročito ako se mjerenja izvode na više uzoraka pa može doći do preklapanja vremena očitavanja.

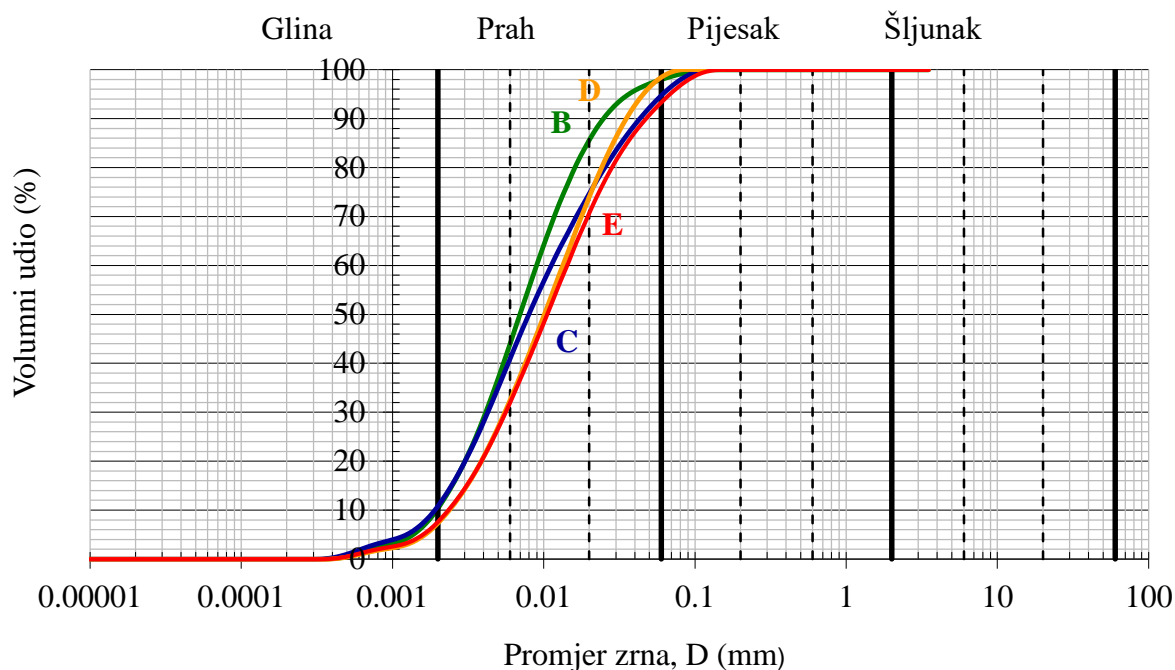
Areometriranje i laserska difrakcija koriste se različitim principima određivanja veličine čestica. Obje metode polaze od pretpostavke da su čestice oblika kugle, no mjere različita svojstva tih čestica. Areometriranjem dobivamo ekvivalentni promjer čestice koji odgovara promjeru kugle koja ima istu brzinu taloženja kao i čestica prema Stokesovom zakonu (2-1). Laserskom difrakcijom dobivamo ekvivalentni promjer koji odgovara

promjeru kugle s istim optičkim svojstvima i koja proizvodi karakterističan uzorak raspršenja svjetlosti (Merkus, 2009).

Određivanje GST različitim metodama rezultira i različitim interpretacijama rezultata. Rezultati areometriranja iskazani su masenim udjelima i uobičajeno se prikazuju kumulativnim krivuljama, dok su rezultati laserske difrakcije iskazani u volumnim udjelima i prikazuju se krivuljom učestalosti. Prema dosadašnjim studijama navedeno kako se odnosi između raspodjele veličine čestica dobivene laserskom difrakcijom i standardnim metodama teško mogu uskladiti. Metode laserske difrakcije ovise o vrsti instrumenta i postavkama proizvođača, količini uzorka i načinu pripreme, teoriji koja se primjenjuje kod mjerenja, definiranim indeksima loma i koeficijentu apsorpcije te brojnim drugim čimbenicima (Ryzak i Bieganski, 2011).

Prema Rawleu (1993) raspodjela veličine čestica prema volumenu jednaka je raspodjeli veličine čestica prema masi ako je gustoća konstantna. Vodeći se pretpostavkom da sve čestice tla imaju jednaku gustoću ($\rho_s = 2,80 \text{ g/cm}^3$), u sklopu ovog rada rezultati laserske difrakcije uspoređeni su s rezultatima standardne metode određivanja GST.

Iz neobrađene forme podataka određene su kumulativne krivulje (Slika 5.1). Podaci su dobiveni zbrajanjem volumnih udjela odgovarajuće klase sa svakim prethodnim volumnim udjelom (analogno areometriranju). Pomoću krivulja određeni su udjeli čestica veličine pijeska, praha i gline. Čestice veličine šljunka nisu bile relevantne za ovu usporedbu jer njihov raspon veličine prelazi granice određivanja Mastersizer 3000 uređajem. Kumulativne krivulje prikazane su na slici 5.1 za sve uzorke, osim uzorka A koji nije zadovoljio ISO standard tijekom mjerenja.



Slika 5.1 Kumulativne krivulje ispitnih uzoraka dobivene metodom laserske difrakcije

Udjeli pijeska, praha i gline određeni metodom laserske difrakcije prikazani su u tablici 5-1 usporedno s rezultatima standardne metode iz tablice 4-1.

Tablica 5-1 Usporedba rezultata standardne metode određivanja GST i rezultata laserske difrakcije

| | UDIO PIJESKA, % 2 - 0,06 mm | UDIO PRAHA, % 0,06 - 0,002 mm | UDIO GLINE, % < 0,002 mm |
|---------------------|--------------------------------|----------------------------------|-----------------------------|
| UZORAK B | | | |
| Standardna metoda | 0,96 | 68,58 | 30,46 |
| Laserska difrakcija | 1,08 | 88,5 | 10,39 |
| UZORAK C | | | |
| Standardna metoda | 23,15 | 46,1 | 23,07 |
| Laserska difrakcija | 2,71 | 86,43 | 10,87 |
| UZORAK D | | | |
| Standardna metoda | 24,25 | 56,01 | 19,25 |
| Laserska difrakcija | 0,23 | 92,38 | 7,39 |
| UZORAK E | | | |
| Standardna metoda | 23,26 | 57,97 | 18,75 |
| Laserska difrakcija | 3,88 | 88,43 | 7,66 |

Rezultati su značajno različiti, za čestice veličine praha metoda laserske difrakcije pokazala veće udjele, a za čestice veličine gline manje udjele u odnosu na

rezultate dobivene standardnim metodama za sva četiri uzorka. U rasponu čestica veličine pijeska za tri od četiri uzorka metoda laserske difrakcije pokazala su manje udjele a za jedan (uzorak B) nešto veći udio. Sličan trend uočili su Makó i sur. (2017) koji su pokušali razviti funkcije za pretvorbu podataka dobivenih laserskom difrakcijom u podatke dobivene metode pipetiranja. Laserska difrakcija u tom slučaju pokazala je veće udjele za čestice veličine praha, te manje udjele za čestice veličine gline. Razlozi takvog trenda mogući su zbog oblika čestica gline, koje ako se nađu u određenom položaju prilikom prolaska laserske zrake mogu djelovati veće nego što ustvari jesu pa će se proračunate vrijednosti pripisati većim frakcijama tj. prahu.

Provedena usporedba rezultata temelji se na pretpostavkama da su čestice pravilnih oblika kugle te da imaju jednake gustoće. Niti jedna od pretpostavki nije točna. Tla se sastoje od čestica različitih veličina, oblika i različitog mineraloškog sastava (tako i gustoća). Stoga rezultate i usporedbu treba interpretirati s oprezom. Također, treba imati na umu da su rezultati iskazani u volumnim i masenim udjelima. Za ozbiljniju usporedbu rezultata nužno je dobro poznavanje jedne i druge metode, analiza bi trebala uključivati veći broj uzoraka i pomnu statističku analizu.

Sličnom problematikom, bavili su se Ryzak i Bieganowski (2010). Zaključili su kako se koleracija između rezultata može poboljšati usporedbom za jednu vrstu tla uz razradu odgovarajućih jednadžbi za transformaciju rezultata laserske difrakcije u rezultate standardne metode. Mogućnost uporabe laserske difrakcije u geotehničke svrhe proučavale su i Sedlačkova i Ševelova (2021). Prezentirani rezultati pokazali su velike razlike. Zaključile su da se u analizu podataka treba uzeti u obzir i priprema uzoraka.

6. ZAKLJUČAK

Podatke o GST koriste brojne struke. S njima se susrećemo u agronomiji, građevinarstvu, geologiji a nezaobilazani su i u geotehničkoj praksi. Svaka struka analizu GST provodi u različite svrhe pa se koriste različitim metodama njegova određivanja.

U geotehničkoj praksi, određivanje GST provodi se sijanjem i areometriranjem te njihovom kombinacijom ovisno o uzorku tla. Sijanjem određujemo veličinu i udio čestica krupnozrnatog tla, dok areometriranjem sitnozrnatog tla. Areometriranje se temelji na pretpostavci da su čestice male kuglice te da imaju jednaku gustoću. To je pogrešno, ali smatra se dovoljno točnim za daljnje procjene. Rezultati standardne metode prikazuju se kumulativnom granulometrijskom krivuljom iz koje se izravno mogu očitati maseni udjeli pojedinih frakcija. Klasifikacija tala koja se koristi u geotehničkoj praksi počiva na podacima o granulometrijskom sastavu tla te granicama plastičnosti i tečenja (Mulabdić, 2018).

Laserska difrakcija moderna je metoda određivanja veličine i raspodjele veličine čestica. Često je susrećemo u znanosti o tlu. Izvedba analize prilično je jednostavna i brza, ne zahtjeva veliku količinu uzorka, rezultati se automatski bilježe, obrađuju i spremaju na računalo a najčešće se prikazuju krivuljom učestalosti (frekvencijskom krivuljom). Primjena laserske difrakcije za određivanje GST ograničena najviše zbog nedostatka standardnih postupaka koji bi obuhvatili sve značajke i parametre o kojima ovisi. Također, metoda je pogodnija za određivanje veličine i raspodjele sitnijih čestica te homogenih i jednoliko graduiranim materijala. Tlo, u prirodi, najčešće je mješavina čestica različitih veličina i različitog mineraloškog sastava, stoga metoda laserske difrakcije nije u potpunosti prikladna za njegovu analizu. Metoda zahtijeva i poznavanje optičkih parametara uzorka što je za tlo teško odrediti. Parametri se mogu postaviti samo za jednu vrstu materijala, pa je mjerenje ispravno za dio čestica čija optička svojstva odgovaraju zadanim.

Usporedba standardne metode određivanja GST i metode laserske difrakcije, koje se temelje na potpuno drugačijim principima i mjernim instrumentima, pokazala se interesantnom za daljnju analizu. Unatoč svim prednostima laserske difrakcije nad standardnim metodama, njena primjena u standardnoj geotehničkoj praksi za sad je ipak vrlo ograničena.

7. LITERATURA

CLIFTON, J., MCDONALD, P., PLATER, A., OLDFIELD, F., 1999. An investigation into the efficiency of particle size separation using Stokes' law. *Earth Surface Processes & Landforms*, 24, str. 725–730.

FAÉ, G. S., MONTES, F., BAZILEVSKAYA, E., ANÓ, R. M., KEMANIAN, A. R., 2019. Making Soil Particle Size Analysis by Laser Diffraction Compatible with Standard Soil Texture Determination Methods. *Soil Science Society of America Journal*, 83, str. 1244-1252.

HEAD, K. H., 2006. Manual of Soil Laboratory testing: Vol. 1: Soil Classification and Compaction Tests. 3. izd. Scotland, UK: Whittles Publishing.

KVASNIČKA P., DOMITROVIĆ D., 2007. Mehanika tla: interna skripta. Zagreb: Rudarsko-gološko-naftni fakultet Sveučilišta u Zagrebu

LONGWORTH-COOK, S., 2016. Laser Diffraction: My top Q&A. URL:<https://www.materials-talks.com/blog/2016/08/09/laser-diffraction-my-top-questions-answered/> (28.04.2021.)

LOVELAND, P. G., WHALLEY W. R., 2000. Particle size analysis. Iz knjige: SMITH K. A., MULLINS C. E. (eds). Soil and Environmental Analysis. 2. izd. Poglavlje 7. New York: Marcel Dekker, Inc.

MAKO, A., TÓTH, G., WEYNANTS, M., RAJKAI, K., HERMANN, T., TÓTH, B., 2017. Pedotransfer functions for converting laser diffraction particle-size data to conventional values. *European Journal of Soil Science*, 68, str. 769-782.

MALVERN INSTRUMENTS LTD., 2013. Mastersizer 3000 User Manual, MANO474 Issue 2.1, Malvern, UK: Malvern Instruments Ltd.

MALVERN INSTRUMENTS LTD., 2015, Mastersizer S, Mastersizer 2000 and Mastersizer 3000: Method transfer – how to get the same results on all three systems. URL:https://www.sysmex.nl/fileadmin/media/f102/MLS/Academy_docs/5_Laser_diffraction_MSS_MS2000_MS3000.pdf (08.05.2021.)

MALVERN MASTERSIZER 3000 BROCHURE,

URL:https://www.sysmex.nl/fileadmin/media/f102/MLS/Brochure/Malvern_Mastersizer_3000_Brochure.pdf (02.09.2021.)

MALVERN PANALYTICAL, 2013., Comparing the Mastersizer 2000 and Mastersizer 3000 – Top 10 Questions Answered.

URL:<https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=9934> (24.08.2021.)

MERKUS, H. G., 2009. Particle Size Measurements: Fundamentals, Practice, Quality. Basel: Springer Science + Business Media B. V.

MULABDIĆ, M., 2018. Ispitivanje tla u geomehaničkom laboratoriju. Osijek: Građevinski i arhitektonski fakultet Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku

POSTELMANS, A., SERNOTUS, B., SAEYS, W., 2018. Estimation of particle size distributions from bulk scattering spectra: sensitivity to distribution type and spectral noise. *Optics Express*, 26, Issue 12, str. 15015-15038.

RAWEL, A., 1993. *Basic Principles of Particle Size Analysis*. Znanstveni članak. Malvern, Worcestershire (UK): Malvern Instruments Ltd.

RYZAK, M., BIEGANOWSKI, A., 2010. Determination of particle size distribution of soil using laser diffraction – Comparison with areometric method. *International Agrophysics*, 24, str. 177–181.

SEDLÁČKOVÁ, K., ŠEVELOVÁ, L., 2021. Comparison of laser diffraction method and hydrometre method for soil particle size distribution analysis. *Acta Horticulturae et Regiotecturae*, URL: <https://www.sciendo.com/article/10.2478/ahr-2021-0023> (08.09.2021.)



KLASA: 602-04/21-01/108
URBROJ: 251-70-11-21-2
U Zagrebu, 13.09.2021.

Martina Gavrić, studentica

RJEŠENJE O ODOBRENJU TEME

Na temelju vašeg zahtjeva primljenog pod KLASOM 602-04/21-01/108, URBROJ: 251-70-11-21-1 od 13.04.2021. priopćujemo vam temu završnog rada koja glasi:

VALORIZACIJA METODA ZA ODREĐIVANJE GRANULOMETRIJSKOG SASTAVA TLA

Za voditeljicu ovog završnog rada imenuje se u smislu Pravilnika o izradi i ocjeni završnog rada Prof.dr.sc. Biljana Kovačević Zelić nastavnik Rudarsko-geološko-naftnog-fakulteta Sveučilišta u Zagrebu i suvoditeljicu Dr. sc. Michaela Hruškova Hasan.

Voditelj

(potpis)

Prof.dr.sc. Biljana Kovačević
Zelić

(titula, ime i prezime)

Suvoditeljica

(potpis)

Dr. sc. Michaela Hruškova
Hasan

(titula, ime i prezime)

Predsjednik povjerenstva za
završne i diplomske ispite:

(potpis)

Doc.dr.sc. Dubravko
Domitrović

(titula, ime i prezime)

Prodekan za nastavu i studente:

(potpis)

Izv.prof.dr.sc. Dalibor
Kuhinek

(titula, ime i prezime)