

*Krzysztof Papuga, Jarosław Kaszubkiewicz, Witold Wilczewski, Michał Staś, Jerzy Belowski,
Dorota Kawałko, Przemysław Woźniczka*

Oznaczanie składu granulometrycznego metodą dynamometryczną – porównanie z metodą pipetową i areometryczną

Grain size analysis by dynamometric method – comparison with the pipette and hydrometer method

Słowa kluczowe: skład granulometryczny, metoda dynamometryczna, metoda pipetowa, prędkość opadania ziaren (grain size composition, dynamometric method, pipette method, settling velocity).

Streszczenie

Celem przedstawianej pracy było porównanie wyników składu granulometrycznego zmierzonego za pomocą innowacyjnej metody dynamometrycznej, opracowanej przez autorów, z wynikami uzyskanymi w metodzie areometrycznej i traktowanej jako referencyjna, metodzie pipetowej. Określono również powtarzalność wyników uzyskiwanych w metodzie dynamometrycznej. Mierzono zawartość trzech frakcji o wymiarach $<0,002$ mm; $0,002 - 0,063$ mm i $0,063 - 2,0$ mm. Wyniki porównywano z zastosowaniem regresji liniowej, a przy analizie powtarzalności dodatkowo za pomocą RMA (reduced major axis). Stwierdzono, że proponowana metoda dynamometryczna charakteryzuje się dobrą powtarzalnością wyników i brakiem błędów systematycznych przy porównaniu z metodą pipetową. Wartość RMSE (root mean square error) przy odniesieniu do metody pipetowej obliczona dla 3 frakcji rozpatrywanych łącznie wynosiła 4,9096 i była mniejsza od analogicznej obliczonej dla metody areometrycznej, dla której wyniosła 5,4577. Wartości współczynników determinacji przy porównaniu metod dynamometrycznej i pipetowej mieszczą się, dla różnych frakcji, w granicach $0,9681 - 0,9951$. Stwierdzono, że nieco większe różnice wyników w relacji do metody pipetowej występują przy pomiarze frakcji $<0,002$ mm i $0,002 - 0,063$ mm, a mniejsze dla frakcji $0,063 - 2,0$ mm. Podobnie większe różnice pomiędzy powtórzeniami w metodzie dynamometrycznej zaobserwowano dla frakcji $<0,002$ mm, a mniejsze dla frakcji $0,063 - 2,0$ mm. Przedyskutowano możliwe źródła błędów w metodzie dynamometrycznej i określono ewentualne sposoby ich redukcji.

Wstęp

Skład granulometryczny i gruntów jest ich podstawową właściwością wykorzystywaną do predykcji innych cech fizycznych (Trzecki 1974, 1976, Gimenez et al. 2001, Walczak et al. 2006, Lamorski et al. 2014, Brogowski, Kwasowski 2015). Oznaczany jest najczęściej metodami sitowo-sedymentacyjnymi. Metody te rozwijane są od kilkadziesiąt lat (Bouyoucos 1927, Köhn 1928, Casagrande 1934) i obecnie umożliwiają osiąganie wyników o satysfakcjonującej powtarzalności i rozdzielczości (Rząsa, Owczarzak 2013). W zakresie wymiarów poniżej 0,1 mm wykorzystują one różnice w prędkości opadania, w zawiesinie wodnej, ziaren glebowych o różnych średnicach zastępczych (Gee and Bauder 1986).

Zróżnicowana prędkość opadania ziaren skutkuje mierzalnymi zmianami gęstości zawiesiny zarówno w aspekcie czasowym jak i odległości od powierzchni zawiesiny. Pomiar gęstości wykonywane są obecnie w różny sposób. Stosowane jest pobieranie zawiesiny i jej odparowywanie (Indorante et al. 1990, Gee and Or 2002), pomiar za pomocą hydrometru (Komornicki i Jakubiec 1978,

Ryżak et al. 2009), pomiar pochłaniania promieniowania rentgenowskiego (Buchan et al. 1993), a nawet pomiar ciśnienia zawiesiny na określonej głębokości (Zhang and Tumay 1995, Durner et al. 2017) czy też różnicy ciśnień hydraulicznych zawiesiny i płynu kontrolnego (Kovács et al. 2004).

Ze względu na znaczną prędkość opadania ziaren o średnicach większych niż 0,1 mm, uniemożliwiająca pobranie próbki zawiesiny czy też pomiar jej gęstości za pomocą hydrometru, w określonym czasie, analiza sedymentacyjna uzupełniana jest w zakresie średnic 0,1 – 2,0 mm analizą sitową. Do określania składu granulometrycznego gleby wykorzystywane są zatem dwa odrębne zjawiska fizyczne: (sedymentacja i przesiewanie na sucho i mokro). Zbiór frakcji oznaczanych metodą sitową definiowany jest przez ilość i rozmiary oczek wykorzystywanych sit.

Ostatnio zaproponowano nową metodę (Kaszubkiewicz et al. 2017) oznaczania gęstości zawiesiny, a tym samym składu granulometrycznego gleby, opartą o pomiar, zmieniającego się w czasie, ciężaru pozornego pływaka zanurzonego w zawieszynie. Pomiar ciężaru pozornego wykonywany jest przy użyciu czułego dynamometru wykorzystującego efekt piezoelektryczny. Zmiana położenia punktu zaczepienia pływaka przy takim pomiarze jest na poziomie ułamków milimetra. Pomiar gęstości zawiesiny za pomocą pływaka można zatem wykonywać na wybranej głębokości z częstotliwością dochodzącą nawet do 0,1 s. W dalszej części pracy wspomnianą metodę będziemy określać ją jako **metodę dynamometryczną**.

Zastosowanie nowej metody pomiarowej w oczywisty sposób rodzi problem porównywalności rezultatów z uzyskiwanymi dotychczas, wielkości błędów przypadkowych i systematycznych oraz powtarzalności wyników badań. Pierwsze testy metody wykazały jej satysfakcjonującą zgodność z wynikami uzyskiwanymi w metodzie pipetowej oraz poprawność wyników dla sztucznie spreparowanych mieszanin glebowych.

Celem niniejszego opracowania jest dokonanie podobnej oceny zgodności wyników metody dynamometrycznej z metodą areometryczną i pipetową, dla szerszego materiału eksperymentalnego obejmującego gleby należące do różnych grup granulometrycznych i reprezentującego gleby o różnym pochodzeniu i pochodzącego z różnych poziomów genetycznych gleb.

Materiał i metodyka badań

Do badań i oceny wyników wybrano gleby pochodzące z 42 poziomów genetycznych gleb o zróżnicowanej budowie i genezie. Ponadto dla lepszej reprezentacji utworów o ciężkim i bardzo ciężkim składzie granulometrycznym pobrano do badań próbki z pokładów iłów i glin ilastych zlokalizowanych w miejscowościach Dobra (lokalizacja pokładu) oraz Kupno (lokalizacja pokładu).

Sumarycznie pod względem składu granulometrycznego (zmierzonego metodą areometryczną) wymienione próbki należały do następujących grup granulometrycznych wg. PTG 2008 (**Klasyfikacja Uziarnienia ... 2008**): piaski luźne – 11; piaski słabo gliniaste – 5, piaski gliniaste – 4, gliny piaszczyste – 5, gliny zwykłe – 5, gliny ilaste – 5, gliny pylasto ilaste – 1, pyły gliniaste – 2, pyły ilaste – 10, iły zwykłe – 6, iły ciężkie – 4. Według kategorii agronomicznych opartych o zawartość frakcji <0,02 mm (Jadczyzyn et al. 2016) gleby to zaliczono do grupy bardzo lekkich – 16 próbek, lekkich – 6 próbek, średnich – 8 próbek i ciężkich 29 próbek.

Badane utwory charakteryzowały się wartościami mediany średnic (d_{50}) w granicach od <0,002 mm do 0,298 mm. Średnia wartość mediany obliczona dla utworów dla których można było odczytać wartość d_{50} (48 próbek) wynosiła xxx, a odchylenie standardowe wynosiło yyy. Dla 11 próbek wartość d_{50} była poniżej 0,002 mm co uniemożliwiało jej obliczenie (zrezygnowano z postępowaniem się metodą ekstrapolacji jako mało wiarygodną).

Badane próbki zawierały poniżej 1% CaCO₃ (oznaczanego metodą Scheiblera i poniżej 1% węgla utleniającego (oznaczanego metodą Tiurina). Próbki o ciężkim składzie granulometrycznym były całkowicie pozbawione materii organicznej ze względu na pochodzenie z pokładów zlokalizowanych na głębokości <2 m, natomiast próbki o lżejszym składzie granulometrycznym pochodzące z poziomów powierzchniowych (akumulacyjnych) zawierały jego niewielkie ilości.

We wszystkich próbkach oznaczono skład granulometryczny metodą areometryczną Casagrande'a w modyfikacji Pruszyńskiego (**wg normy PN - ISO 11277, 2005**), metodą pipetową wg. Köhna (**Gee and Boudier 1986**) oraz metodą dynamometryczną. W przypadku metody pipetowej i areometrycznej posłużono się metodyką opisaną w pracy **Ryżak et al. (2009)**. Metoda dynamometryczna opisana została w pracy **Kaszubkiewicz et al. (2017)**. Polega ona na określeniu zmian gęstości zawiesiny na głębokości z w czasie t poprzez pomiar ciężaru pozornego zanurzonego w niej pływaka. Ze zmian gęstości można obliczać zawartość poszczególnych frakcji gleby za pomocą równania **Stokesa (1850)**. W stosunku do metody opisanej w powyżej cytowanej pracy, zastosowano następujące modyfikacje: zmieniono kształt pływaka i jednocześnie zwiększono jego objętość do 41,48 cm³ i ciężar (w powietrzu) do 49,26 G, do zawieszenia pływaka zamiast żyłki zastosowano cienki metalowy drucik o małej rozciągliwości, wprowadzono ciągły pomiar temperatury. Dokonano również zmian w oprogramowaniu uwzględniających czas upływający od zakończenia mieszania do naciśnięcia automatycznego włącznika pomiaru oraz zmieniono sposób obliczania średniej z kilku wyników dla krótkich czasów pomiaru.

Dla części próbek (23) pomiary metodą dynamometryczną wykonano ponownie w odstępie 24 godzin celem określenia powtarzalności. W metodzie dynamometrycznej oznaczano zawartość frakcji: <0,002; 0,002 – 0,004; 0,004 – 0,006; 0,006 – 0,008; 0,008 – 0,016; 0,016 – 0,02; 0,02 – 0,032; 0,032 – 0,05; 0,05 – 0,063; 0,063 – 0,1 mm. Uzupełniająco metodą sitową oznaczano zawartości frakcji: 0,1 – 0,25; 0,25 – 0,5; 0,5 – 1,0 i 1,0 – 2,0 mm. Poprzez odpowiednie sumowanie obliczano zawartość frakcji <0,002; 0,002 – 0,063; i 0,063 – 2,0 mm używanych do porównań trzech metod.

Metodą areometryczną oznaczano standardowy zestaw frakcji < 0,002 mm; 0,002-0,006; 0,006 – 0,02; 0,02 – 0,05; 0,05 – 0,1 mm oraz sitowo frakcje 0,1 – 0,25; 0,25 – 0,5; 0,5 – 1,0 i 1,0 – 2,0 mm.

Zawartość frakcji cząstek o wymiarach poniżej 0,063 mm obliczono metodą interpolacji posługując się jako modelem rozkładu cząstek, renormalizowaną funkcją logarytmiczno normalną (**Buchan 1989; Buchan et al. 1993, Esmaelnejad et al. 2016**). Następnie poprzez sumowanie obliczano zawartość frakcji <0,002; 0,002 – 0,063; i 0,063 – 2,0 mm.

Metodą pipetową oznaczano zawartość frakcji <0,002; 0,002 – 0,063; i 0,063 – 2,0 mm.

Wyniki badań i dyskusja

Zgodność z metodą pipetową

Metoda pipetowa uznawana jest za referencyjną przy oznaczaniu składu granulometrycznego. Jest ona zasadniczo używana do walidacji innych metod (**Orzechowski et al. 2014**). Uzyskane przy jej zastosowaniu wyniki charakteryzują się wysoką powtarzalnością i odtwarzalnością. Wykorzystuje ona prosty i zrozumiały model matematyczny zjawiska sedymentacji (**Stokes 1850, Dietrich 1982**). Jej mankamenty to oczywiście znaczna pracochłonność i czasochłonność. W przedstawianej pracy również potraktowano ją jako metodę odniesienia.

Za pomocą metody pipetowej oznaczano bezpośrednio zawartość frakcji <0,002; 0,002 – 0,063; i 0,063 – 2,0 mm. Oznaczenia wykonano dla 59 próbek uzyskując łącznie 177 pomiarów. Zawiesiny dla pomiarów metodą dynamometryczną i pipetową były przygotowywane odrębnie. Wyniki

porównania dla metody pipetowej i dynamometrycznej przedstawiono na rys. 1 w formie par punktów x-y (na osi x wynik pomiaru metodą pipetową na osi y wynik pomiaru metodą dynamometryczną), wraz z linią trendu dla zależności $y=y(x)$ oraz w formie histogramu i wykresu słupkowego rozkładu różnic (wartości bezwzględnych) wyników. Wybrane parametry statystyczne zestawiono w tabeli nr 1.

Linie trendu dla zależności pomiędzy wynikami obu metod tylko nieznacznie odbiegały od prostej $y=x$. Równanie linii trendu dla wszystkich frakcji łącznie ma postać $y=0,9684x-1,0535$, a współczynnik korelacji wynosi 0,9831. Podobnie kształtują się wyniki dla poszczególnych 3 frakcji, analizowane oddzielnie. Współczynniki nachylenia linii trendu, dla 3 badanych frakcji mieszczą się w granicach 0,9625 – 1,0217 i są istotne na poziomie $p<10^{-6}$. Pierwiastek błędu średniokwadratowego był największy dla frakcji 0,002-0,063 i wynosił 5,4107, a najniższy dla frakcji 0,063 – 2,0 mm – 3,7275. Dla 25% pomiarów bezwzględna różnica pomiędzy wynikami uzyskanymi obydwojema metodami (wszystkie frakcje oceniane łącznie) była mniejsza od 1,36%, dla 50% wyników nie przekraczała 3,03%, a dla 75% pomiarów była mniejsza niż 5,29%. W 5% pomiarów stwierdzono różnice większe niż 10,50%.

Obserwowany układ wyników wskazuje na brak większych błędów systematycznych w metodzie dynamometrycznej i występowanie pewnych błędów o charakterze przypadkowym, wymagających wyeliminowania czy też przynajmniej redukcji w toku dalszego rozwoju metody. Ewentualne przyczyny istnienia takich błędów zostaną omówione w dalszej części pracy.

Tabela 1.

Porównanie wyników uzyskanych przy zastosowaniu metody pipetowej i dynamometrycznej

frakcja mm	liczba próbek	równanie regresji	wsp. korelacji	błąd standardowy wsp. nachylenia	pierwiastek błędu średniokwadratowego	błąd standardowy regresji	wartość krytyczna *
0,063 - 2,0	59	$y=0,9625x+0,2739$	0,9951	0,0127	3,7275	3,2931	-0,2846
0,002 - 0,063	59	$y=0,9992x-0,5335$	0,9681	0,0343	5,4107	5,4750	0,5340
<0,002	59	$y=1,0217x-1,4148$	0,9699	0,0340	5,3985	5,1183	-1,3848
razem 3 frakcje	177	$y=0,9684x-1,0535$	0,9831	0,0136	4,9096	4,8634	-1,0879

* wartość x (zawartość frakcji w metodzie pipetowej) dla której $y=0$

Dla **metody areometrycznej** ocenianej w analogicznym układzie, z przyjęciem wyników metody pipetowej jako referencyjnej, otrzymano następujące rezultaty. Równanie linii trendu dla wszystkich frakcji łącznie ma postać $y=0,9685x-1,0489$, a współczynnik korelacji wynosi 0,9791 (tabela 2, rys. 1 a-c). Współczynniki nachylenia linii trendu, dla 3 badanych frakcji są bardziej zróżnicowane niż dla metody dynamometrycznej, mieszczą się w granicach 0,8959 – 1,0483 i są istotne na poziomie $p<10^{-6}$. Pierwiastek błędu średniokwadratowego był największy dla frakcji 0,002-0,063 i wynosił 5,9668, a najniższy dla frakcji 0,063 – 2,0 mm – 3,4,4060.

Przebieg linii trendu oraz układ wartości krytycznych wskazują na systematyczne zaniżanie wyników zawartości frakcji <0,002 we wszystkich próbkach o około 3 – 4%, w relacji do metody pipetowej oraz zawyżanie zawartości frakcji 0,002 – 0,063 mm w utworach lekkich i zawartości frakcji 0,063 – 2,0 mm we wszystkich badanych próbkach (tabela 2), (rys. 2).

Dla 25% pomiarów bezwzględna różnica pomiędzy wynikami uzyskanymi obydwojema metodami (wszystkie frakcje oceniane łącznie) była mniejsza od 1,64%, dla 50% wyników nie przekraczała 3,41%, a dla 75% pomiarów była mniejsza niż 6,02%. W 5% pomiarów stwierdzono różnice większe niż 10,28%.

Obie oceniane metody, wykazały zgodność z wynikami metody pipetowej na podobnym poziomie, współczynniki determinacji różnią się minimalnie podobnie jak błędy średnie kwadratowe.

Prezentowana metoda dynamometryczna nie wykazuje systematycznych odchyżeń, a błędy mają charakter przypadkowy. Metoda areometryczna natomiast, oprócz błędów przypadkowych, wykazuje także błąd systematyczny i w odniesieniu do metody pipetowej, zaniża zawartość frakcji ilu jednocześnie zawyżając zawartość frakcji piaszczystych. Do podobnych konkluzji doszli **Warzyński et al. (2018)**.

Tabela 2

Porównanie wyników uzyskanych przy zastosowaniu metody areometrycznej i pipetowej

frakcja mm	liczba próbek N	równanie regresji RE	wsp. korelacji CC	błąd standardowy wsp. nachylenia	pierwiastek błędu średnio-kwadratowego RMSE	błąd standardowy regresji SE	wartość krytyczna CV
0,063 - 2,0	59	$y=0,9204x+5,4505$	0,9957	0,0113	4,4060	2,9203	-5,9222
0,002 - 0,063	59	$y=0,8959x+4,2248$	0,9588	0,0352	5,9668	5,6116	-4,7159
<0,002	59	$y=1,0483x-3,8113$	0,9704	0,0345	5,8603	5,2002	3,6355
razem 3 frakcje	177	$y=0,9685x+1,0489$	0,9791	0,0152	5,4577	5,4228	-1,0829

* wartość x (zawartość frakcji w metodzie pipetowej) dla której y =0

Powtarzalność wyników badań uzyskanych metodą dynamometryczną.

Powtarzalność wyników uzyskiwanych w metodzie dynamometrycznej oceniano dla tych samych frakcji co opisane powyżej. Powtórny pomiar wykonywano po upływie 24 godzin od poprzedniego, w tej samej zawieszynie po ewentualnym uzupełnieniu niewielkich ubytków wody związanych z parowaniem. Pomiaru dla poszczególnych frakcji wykonywano na tych samych głębokościach i po tych samych czasach. Ewentualne niewielkie różnice warunków eksperymentu związane były ze zmianami temperatury w laboratorium. W takim układzie wpływ na wyniki mogły mieć czynniki przypadkowe takie jak: drgania podłoża przenoszące się na aparat, zmiany temperatury w trakcie pomiaru, niestabilność elementów elektronicznego układu pomiarowego (dryf zera) i inne trudne do określenia. Jedynym czynnikiem systematycznym mogącym mieć wpływ na wyniki byłby ewentualny rozpad agregatów postępujący w trakcie okresu pomiędzy pierwszym i drugim pomiarem. Badania powtórzono dla 23 próbek, łącznie analizowano 69 frakcji granulometrycznych. Wyniki przedstawiono na rys. 3 a-d w formie par punktów x-y (odpowiednio pierwszy i drugi pomiar) wraz z linią trendu dla zależności $y=y(x)$. Parametry statystyczne zestawiono w tabeli 3. Jak widać linie trendu dla zależności między pomiarami dla frakcji 0,002 – 0,063 mm, 0,063 – 2,00 i dla wszystkich frakcji łącznie praktycznie nie odbiegają od prostej $y=x$. Jedyną linią trendu dla porównania dwóch pomiarów zawartości frakcji <0,002 mm wyraźnie odchyła się od prostej $y=x$. Współczynniki nachylenia linii trendu są istotne na poziomie $p<10^{-6}$. Wartość współczynnika korelacji dla 3 frakcji łącznie wynosi 0,9947. Dla 25% wyników różnica pomiędzy pierwszym i drugim pomiarem była mniejsza od 0,43%, a dla 50% wyników była mniejsza niż 0,84% i dla 75% była mniejsza niż 2,40%. W 5% pomiarów stwierdzono różnice większe niż 5,88%. Analiza powtórzonych wykresów uziarnienia (nie zamieszczonych w pracy) pozwoliła stwierdzić, że różnice pomiędzy pomiarami mają dwójaki charakter. W pierwszym przypadku pojedynczy punkt na krzywej uziarnienia, w jednym z powtórzeń wyraźnie odstaje od drugiego powtórzenia i dodatkowo od trendu dla całej krzywej, w drugim mamy do czynienia z bardziej systematycznym odchyleniem się przebiegu obu krzywych, na pewnym odcinku. Uzyskanie jeszcze lepszej powtarzalności pomiarów poprzez eliminację błędów przypadkowych, byłoby

najprawdopodobniej możliwe po poprawieniu izolacji układu od drgań podłoża oraz poprzez stabilizację temperatury w pomieszczeniu laboratorium.

Tabela 3.

Porównanie powtórzeń w metodzie dynamometrycznej

frakcja mm	liczba próbek	równanie regresji	wsp. korelacji	błąd stand. wsp. nachylenia	pierwiastek błędu średnio-kwadratowego RMSE	błąd stand. regresji	wartość krytyczna
0,063 - 2,0	23	$y=0,9968x-0,8456$	0,9996	0,0061	0,9043	0,9395	-0,0848
0,002 - 0,063	23	$y=1,0476x-0,9302$	0,9927	0,0279	3,3731	3,1323	0,8879
<0,002	23	$y=0,8507x+1,6751$	0,9693	0,0471	3,3019	2,6956	-1,9691
razem 3 frakcje	69	$y=1,0131x-0,4356$	0,9947	0,0128	2,7747	2,7944	0,4299

* wartość x (zawartość frakcji zmierzona w metodzie pipetowej) dla której $y = 0$

Standardowa analiza regresji, którą zastosowano powyżej oparta jest na założeniu, że zmienna niezależna (zawartość frakcji oznaczona metodą pipetową) jest mierzona bez błędu. Zmienna zależna jest obciążona błędem pomiarowym.

W sytuacji gdy obie zmienne x i y są obciążone błędami pomiarowymi sugerowane jest zastosowanie zamiast zwykłej regresji analizy Reduced Main Axis (**Smith R.J. 2009, Harper 2014**). Prosta regresji wyznaczana jest w niej tak, że suma pól trójkątów prostokątnych powstałych pomiędzy punktami pomiarowymi, a prostą jest najmniejsza. Przy zastosowaniu tego modelu regresji otrzymano równania zestawione w tabeli 4.

Tabela 4

Równania regresji otrzymane metodą RMA

frakcja	0,063 - 2,0	0,002 - 0,063	<0,002	razem 3 frakcje
równanie	$y=0,9972x+0,0689$	$y=1,0554-1,2579$	$y=0,8776x+1,1851$	$y=1,0220x-0,0083$

Jak widać stosując analizę wyników za pomocą obu metod otrzymano prawie identyczne równania regresji.

Wpływ naważki i głębokości wykonywania pomiarów

W rzeczywistych warunkach w trakcie sedymentacji zawiesiny każda cząstka doświadcza innego oporu płynu, ze względu na zmienne układy cząstek sąsiednich, pojawiające się lokalne gradienty ciśnienia, wiry wywołane przez większe ziarna szybko opadające, przeciwprąd wody i efekty ścian. (**Ham & Homsy 1988, Syvitsky 1991, Nguyen and Laad 2005**).

Zmienny opór płynu związany z obecnością innych cząstek i wywoływany przez nie ruchem wody, powoduje, że prędkość opadania zależy od koncentracji i składu zawiesiny. Rzeczywista prędkość opadania ω jest zatem różna od obliczonej z równania Stokesa ω_0 , a różnica jest tym większa im większa jest koncentracja zawiesiny. W literaturze można znaleźć wiele równań opisujących zależność pomiędzy ω_0 i ω z uwzględnieniem koncentracji zawiesiny oraz wielkości i kształtu sedymentujących cząstek (**van Rijn 1989, Cheng 1997, Ahrens 2000**). Najczęściej używanym równaniem wiążącym obie prędkości jest empiryczna formuła Richardson – Zaki (**Richardson & Zaki, 1954**):

$$\omega = \omega_0(1 - c)^m$$

Gdzie c jest objętościową koncentracją zawiesiny, a m jest parametrem określanym eksperymentalnie. Formuła R-Z znajduje zastosowanie dla zawiesin o koncentracji objętościowej $0,05 < c < 0,5$. Dla zawiesin rozcieńczonych $c < 0,05$ **Bachelor (Bachelor 1982, Bachelor and Wen 1982)** wprowadził zmodyfikowaną formułę:

$$\omega = \omega_0(1 - nc)$$

gdzie wartość parametru n wynosi od 5,5 do 6,5 (**Silva et al. 2015**).

Można się zatem spodziewać, że wyniki uzyskiwane w metodach sedymentacyjnych, gdzie stosowane objętościowe koncentracje zawiesiny są na poziomie 0,01 – 0,03, w pewnym stopniu, będą zależą od zastosowanej naważki określającej koncentrację zawiesiny i tym samym rzeczywistą prędkość opadania ziaren. Odchylenie prędkości rzeczywistej od obliczonej z równania Stokesa będzie większe w glebach ciężkich ze względu na większą koncentrację frakcji pozostających długo w zawieszynie. Przykładowo dla gleby ilastej zawierające 50% frakcji ilastej przy naważce 60 g i wartości parametru $n = 5,5$ stosunek ω/ω_0 wynosi 0,94.

Zjawisko ma nader skomplikowany charakter bowiem prędkość opadania ziaren zależy od ich koncentracji, a ta od składu granulometrycznego, który dopiero ma być zmierzony. Oczywistym rozwiązaniem problemu byłoby zmniejszenie naważki i tym samym koncentracji zawiesiny c ale wymagałoby to pomiaru mniejszych niż obecnie zmian gęstości. Spowodowałoby to wzrost znaczenia błędów przypadkowych.

Autorzy podjęli próbę wstępnej oceny tego zjawiska pod kątem jego wpływu na wyniki uzyskiwane w proponowanej metodzie pomiarowej. Zmierzono za pomocą metody dynamometrycznej zawartość wybranych frakcji ($\phi < 0,05$ i $\phi < 0,015$ mm) na kilku głębokościach, na kilku różnych głębokościach (po czasach obliczonych w oparciu o równanie N-S).

Jak można odczytać z rys. 3 i jak pokazano w pracy **Kaszubkiewicz et al. (2017)** wyniki pomiarów tej samej frakcji w analizowanej metodzie dynamometrycznej, mogą w zależności od głębokości pomiaru różnić się o 2 – 4% , a w zależności od naważki różnić się o 1 do 6%. Większe różnice pomiędzy naważkami obserwowano dla większych głębokości pomiarów.

Przy pomiarach na dużych głębokościach ziarna dłużej opadają do miejsca pomiaru gęstości i efekt spowolnienia opadania w relacji do równania N-S ma większy wpływ na wyznaczanie czasu niż dla małych głębokości. Przyjęte czasy pomiaru są zbyt krótkie (ziarna opadają wolniej niż to wynika z równania Stokesa) i w rezultacie zmierzona gęstość jest większa niż ta która byłaby po stosownym czasie i uzyskany wynik zawyża zawartość danej frakcji. Ta różnica jest większa dla frakcji grubszych niż dla drobnych gdzie przy tej samej naważce mamy mniejszą koncentrację zawiesiny bowiem ziarna większe wcześniej już opadły. Ewentualnym rozwiązaniem problemu może być zmniejszenie naważki oraz jej zróżnicowanie w oparciu o wstępną organoleptyczną ocenę. Dzięki temu można będzie osiągnąć jednolite warunki sedymentacji dla różnych próbek.

Dokładne podejście do określania czasów opadania cząstek wymagałoby również oznaczenia gęstości właściwej fazy stałej gleby. Można przyjąć, że przy niskich zawartościach materii organicznej jej wpływ na gęstość jest niewielki (**Blake and Hartge, 1986**). Wpływ zróżnicowanej gęstości minerałów i zatem zróżnicowanej gęstości frakcji wchodzących w skład pojedynczej gleby (**Mocek et al. 2009**) nie jest uwzględniany w żadnej z dostępnych metod.

Nie należy natomiast spodziewać się efektów związanych z fazą ruchu cząstek kiedy rozpędzają się one po zamieszaniu do osiągnięcia końcowej prędkości opadania. Według **Gee et al. (2002)** czas

potrzebny aby cząstka o średnicy 5 μm osiągnęła 99% prędkości stałej wynosi 0,017 ms, a dla cząstki 1000 μm ten sam czas to 1000 ms.

Znaczący wpływ na prędkość opadania ziaren ma natomiast odchylenie ich kształtu od sferycznego. W literaturze przedmiotu można znaleźć wiele równań empirycznych umożliwiających obliczanie prędkości opadania rzeczywistych ziaren glebowych (**Gibbs et al. 1971**, **Ahrens 2000**, **Jimenez and Madsen 2003**). Wykorzystywane są różne indeksy opisujące kształt ziaren takie jak indeks Coreya (**Jimenez and Madsen 2003**) czy indeks Janke (**Janke 1966**) przy czym każde odchylenie kształtu skutkuje spadkiem prędkości opadania w relacji do ziarna sferycznego o tej samej objętości co badane. Mniej istotna okazuje się natomiast gładkość powierzchni (roundness) ziaren (**Baba and Komar 1981**). Prosty rozwiązaniem tego problemu wydaje się być zastosowanie konceptu średnicy zastępczej jako średnicy sfery opadającej z prędkością równą prędkości opadania ziarna o rzeczywistym kształcie. Jest to jednak rozwiązanie, które ma swój istotny udział w pojawiających się rozbieżnościach pomiędzy metodami sedymentacyjnymi i optycznymi (**Polakowski et al. 2014**).

Podsumowanie

Spośród szerokiego spektrum metod analizy składu granulometrycznego żadna nie może być uznawana za idealną (**Goossens 2008**), a ich ocena zależy od zastosowanych kryteriów.

Zaproponowana przez **Kaszubkiewicz et al. (2017)** metoda oznaczania składu granulometrycznego gleb w zakresie średnic 0,1 – 0,002 mm wykazuje satysfakcjonującą zgodność rezultatów z wynikami metody pipetowej traktowanej jako referencyjna, a także metody areometrycznej. Nie ma potrzeby wprowadzania kalibracji metody dynamometrycznej dla uzyskania zbieżności wyników z pipetową.

Stwierdzone różnice wyników w stosunku do referencyjnej, mają charakter przypadkowy natomiast nie zaobserwowano różnic o charakterze systematycznym. Takie różnice zaobserwowano natomiast dla metody areometrycznej, która w relacji do referencyjnej zaniża zawartość frakcji iłu a dla gleb lekkich zawyża zawartość frakcji 0,002 – 0,063 mm.

Metoda dynamometryczna wykazuje dobrą powtarzalność wyników przy czym nieco większe ich rozproszenie stwierdzono dla frakcji ilastych, a mniejsze dla frakcji pyłowej (0,002 – 0,063 mm).

Kolejne udoskonalenia metody zarówno w zakresie jej aspektów fizycznych jak i zastosowania udoskonalonych algorytmów obliczeniowych powinny doprowadzić do dalszej poprawy zgodności z referencyjną oraz powtarzalności wyników.

W celu ograniczenia efektów wzajemnego oddziaływania sedymentujących cząstek na wyniki analizy zasadne jest ujednoczenie koncentracji zawiesin dla gleb o różnej zawartości frakcji drobnych. W tym celu autorzy metody zamierzają wprowadzić zróżnicowanie naważki w zależności od stopnia ciężkości gleby.

Aktualne zalety rozwijanej metody to: oprócz zgodności wyników z metodą referencyjną, bezpośredni zapis rezultatów w formie cyfrowej, możliwość analizowania wielu frakcji o dowolnie wybranych zakresach średnic oraz skrócenie czasu analizy w stosunku do innych metod sedymentacyjnych.

Literatura

1. **Ahrens, J. P.:**2000 The fall-velocity equation. J. Waterw., Port, Coastal, Ocean Eng., 126(2), 99–102.

2. **Baba J., Komar P.D.:** 1981 Settling velocity of irregular grains at low Reynolds numbers. *Journal of Sedimentary Petrology*, vol. 51(1), 121-128.
3. **Batchelor G.K.,** 1982 Sedimentation in a Dilute Polydisperse System of Interacting Spheres. Part 1. General Theory, *Journal of Fluid Mechanics*, 119, 379–408.
4. **Batchelor G.K., Wen C.S.,** 1982 Sedimentation in a Dilute Polydisperse System of Interacting Spheres. Part 2. Numerical Results, *Journal of Fluid Mechanics*, 124 495– 582
5. **Blake G.R., Hartge K.H.:** 1986 Particle density in Methods of soil analysis. Ed. Klute A. SSSA inc Madison, Wisconsin
6. **Bouyoucos G.J.:** 1927 The hydrometer as a new method for the mechanical composition of soils. *Soil Sci.*, 23.
7. **Brogowski Z., Kwasowski W.:** 2015 An attempt of using soil grain size in calculating the capacity of water unavailable to plants. *Soil Science Annual*, vol. 66(1), 21 – 28.
8. **Buchan G.D., Grewal K.S., Robson A.B.:** 1993 Improved models of particle-size distribution: an illustration of model comparison techniques. *Soil Sci Soc Am J* 57:901–908.
9. **Buchan G.D.:** (1989) Applicability of the simple lognormal model to particle-size distribution in soils. *Soil Sci* 147:155–161.
10. **Buchan, G.D., Grewal K.S., Claydon, J.J., McPherson, R.J.:** 1993 A comparison of Sedigraph and pipette methods for soil particle-size analysis. *Australian Journal of Soil Research*, 31(4) 407 – 417.
11. **Casagrande A.:** Die Areometr Methode zur Bestimmung der Kornverteilung von Böden, Berlin, 1934.
12. **Cheng N. S.:** (1997). "A simplified settling velocity formula for sediment particle." *Journal of Hydraulic Engineering*, ASCE, 123(2), 149-152.
13. **Dietrich W., 1982.** Settling velocity of natural particles. *Water Res. Res.*, 18(6), 1615-1626.
14. **Durner, W., S. C. Iden S.C., von Unold G.:** (2017), The integral suspension pressure method (ISP) for precise particle-size analysis by gravitational sedimentation, *Water Resour. Res.*, 53, 33–48.
15. **Esmaeelnejad L., Siavashi F., Seyedmohammadi J., Shabanpour M.:** 2016 The best mathematical models describing particle size distribution of soils *Model. Earth Syst. Environ.* 2:166
16. **Gee, G. W., Or D.:** (2002), Particle-size analysis, in *Methods of Soil Analysis. Part 4. Physical and Mineralogical Methods*, edited by J. H. Dane and G. C. Topp, 4th Ed., SSSA Book Series No. 5, pp. 255–293, American Society of Agronomy Soil Science Society of America
17. **Gee, G.W., Bauder, J.W.:** 1986. Particle-size analysis. In: Klute, A. Ed. , *Methods of Soil Analysis: Part 1. Physical and Mineralogical Methods*, 2nd edn., Agronomy, 9. Soil Science Society of America, Madison, USA, pp. 383–411.
18. **Gibbs R.J., Matthews M.D., Link D.A.:** The relationship between sphere size and settling velocity *Journal of Sedimentary Research* (1971) 41 (1): 7-18.
19. **Gimenez D., Rawls W.J., Pachepsky Y., Watt J.P.C.:** 2001 Prediction of a pore distribution factor from soil textural and mechanical parameters. *Soil Sci* 166:79–88.
20. **Goossens D.:** 2008 Techniques to measure grain-size distributions of loamy sediments: a comparative study of ten instruments for wet analysis, *Sedimentology*, 55(1): 65–96.
21. **Ham J. M., Homsy G. M.:** 1988 Hindered settling and hydrodynamic dispersion in quiescent sedimenting suspensions. *Intl J. Multiphase Flow* 14, 533.
22. **Harper W.V.** 2014 Reduced major axis regression: teaching alternatives to least squares ICOTS9 Contributed Paper.

23. **Indorante, S. J., Follmer, L. R., Hammer, R. D., Koenig, P. G.** 1990 Particle-size analysis by a modified pipette procedure. *Soil Science Society of America Journal* Vol.54 No.2 pp.560-563.
24. **Jadczyzyn J., Niedźwiecki J, Debaene G.:** 2016 Analysis of agronomic categories in different soil texture classification systems *Polish Journal of Soil Science* Vol. XLIX/1, 61-72.
25. **Janke N.C.:** 1966, Effect of shape upon the settling velocity of regular convex geometric particles: *Jour. Sed. Petrology*, i. 36, p. 310-376
26. **Jimenez J.A., Madsen O.S.:** 2003 A Simple Formula to Estimate Settling Velocity of Natural Sediments. *Journal of waterway, port, coastal and ocean engineering* 129(2), 70-78
27. **Kaszubkiewicz J., Wilczewski W., Nowak T., J, Woźniczka P., Faliński K., Belowski J., Kawałko D.:** 2017 Determination of soil grain size composition by measuring apparent weight of float submerged in suspension *International Agrophysics* 31(1), 61-72.
28. **Klasyfikacja uziarnienia gleb i utworów mineralnych** - PTG 2008. *Roczniki Gleboznawcze - Soil Science Annual* 60(2): 5-16 (in Polish).
29. **Köhn M.:** 1928 *Beitrage zur Theorie und Praxis der mechanischen Bodenanalyse. Landw. Jahrbuch.*, 67.
30. **Komornicki T. and Jakubiec J.,** 1978. Remarks on the areometric method for soil mechanical analysis as modified by M. Prószyński. Part 5: A comparison of several granulometric methods. *Acta Agraria et Silvestria. Series Agraria*, 1, 83-95.
31. **Kovács B., Czinkota I., Tolner L., and Czinkota G.,** 2004. The determination of particle size distribution (PSD) of clayey and silty formations using the hydrostatic method. *Acta mineralogica-petrographica*, 45, 29-34.
32. **Lamorski K., Bieganowski A., Ryżak M., Sochan A., Sławiński C., Stelmach W.:** 2014 Assessment of the usefulness of particle size distribution measured by laser diffraction for soil water retention modelling *Journal of Plant Nutrition and Soil Science* vol. 177(5), 803 – 8013.
33. **Mocek A., Owczarzak W, Tabaczyński R.:** 2009. Uziarnienie oraz skład mineralogiczny frakcji ilastej czarnych ziem Gniewskich. *Roczniki Gleboznawcze- Soil Science Annual* 60(3): 123-132.
34. **Nguyen N-Q. Ladd A.J.C.:** 2005 Sedimentation of hard-sphere suspensions at low Reynolds number *J. Fluid Mech.* (2005), vol. 525, pp. 73–104.
35. **Orzechowski M., Smólczyński S., Długosz J., and Poźniak P.:** 2014. Measurements of texture of soils formed from glaciolimnic sediments by areometric method, pipette method and laser diffraction method. *Soil Sci. Annual*, 65(2), 72-79.
36. **PN - ISO 11277:2005** wersja polska Jakość gleby -- Oznaczanie składu granulometrycznego w mineralnym materiale glebowym -- Metoda sitowa i sedymentacyjna
37. **Polakowski C., Sochan A., Bieganowski A., Ryżak M., Földényi R, Tóth J.:** 2014 Influence of the sand particle shape on particle size distribution measured by laser diffraction method *Int. Agrophys.*, 28, 195-200
38. **Richardson J. F., Zaki W. N.:** 1954 Sedimentation and fluidisation. Part 1. *Trans. Inst. Chem. Eng.* 32:35-53.
39. **Ryżak M., Bartmiński P., Bieganowski A.,** 2009, Metody wyznaczania rozkładu granulometrycznego gleb mineralnych *Acta Agrophysica* 175, str 84.
40. **Rzasa S., Owczarzak W.,** 2013. Methods for the granulometric analysis of soil for science and practice. *Polish J. Soil Sci.*, 46(1), 1-50.
41. **Silva R., Garcia F., Faia P., Rasteiro M.:** 2015 Settling Suspension Flow Modelling: A review. *KONA Powder and Particle Journal* 32, 41-56.

42. **Smith R.J.:** American Journal of Physical Anthropology. 2009 Use and misuse of the reduced major axis for line-fitting. 140(3):476-86.
43. **Stokes, G. G.:** (1850), On the effect of the internal friction of fluids on the motion of pendulums, Trans Cambridge Philos. Soc., 9, 8–106.
44. **Syvitski J. P. M.:** 1991 Principles methods and application of particle size analysis. Cambridge University Press, Cambridge 1991
45. **Trzecki S.** 1976. Possibility of determination of the moisture of permanent wilting of plants on the basis of maximal higroscopicity and content of clayey particles in mineral soils . Roczniki Gleboznawcze – Soil Science Annual, 27(4): 11– 18. (in Polish)
46. **Trzecki S.:** 1974. Determination of water capacity of soils on the basis of their mechanical composition. Roczniki Gleboznawcze – Soil Science Annual, 25(suppl.): 33–44.
47. **Van Rijn, L. C.:** (1989). “Handbook: Sediment transport by currents and waves.” Report H461, Delft Hydraulics, Netherlands.
48. **Walczak R.T., Moreno F., Sławiński C., Fernandez E., Arrue J.L.:** 2006 Modeling of soil water retention curve using soil solid phase parameters. Journal of Hydrology, Vol 329(3-4), 527-533.
49. **Warzyński H., Sosnowska A., Harasimiuk A.:** 2018 Wpływ zróżnicowanej zawartości materii organicznej i węglanów na wyniki oznaczania składu granulometrycznego metodą areometryczną Casagrande'a w modyfikacji Prószyńskiego. Soil Science Annuals (in Press).
50. **Zhang Z., Tumay M.T.:** 1995 Granulometric evaluation of particle size using suspension pressure during sedimentation, Geotech. Test. J., 18(1), 121–129.