

# Új eljárás finomszemcsés laza képződmények szemcseeloszlásának meghatározására az ASTA mérőeszközzel

Kovács Balázs [1] - Szacsuri Gábor [2] - Czanik Péter [3]

1 - Szegedi Tudományegyetem, Ásványtani, Geokémiai és Kőzettani Tsz. 6722 Szeged, Egyetem u. 2-6.

2 - Miskolci Egyetem, Hidrogeológiai-Mérnökgeológiai Tsz., 3515 Miskolc-Egyetemváros

3 - Szent István Egyetem, Talajtani és Agrokémiai Tsz, 2100 Gödöllő, Páter K. u. 1.

## BEVEZETÉS

A földtani képződmények, mezőgazdasági talajok egyik legjellemzőbb paramétere a szemcseméret eloszlás. A mezőgazdasági talajok fizikai, kémiai, vízgazdálkodási, végső soron a tápanyag-gazdálkodási tulajdonságai jelelősen mértékben függnek az iszap és agyagmértékű frakció szemcseméret eloszlásától. A geotechnikában a szemcseeloszlás meghatározására 0,1 mm feletti részecskeméret esetén a közet száraz vagy nedves szitálását alkalmazzák, míg a képződmény viselkedését alapvetően meghatározó finom frakció szemcseeloszlási görbének felvételére a nagy munkaerő-igényes és közepes mérési pontosságú hidrométeres (areométeres), illetve a Köhn-pipettás módszer terjedt el.

Alapvető probléma a szemcseeloszlás meghatározásánál, hogy bár sok szakterület (mezőgazdaság, talajtan, hidrogeológia, geotechnika, stb.) használja a szemcse-eloszlást a laza közetek jellemzésére, mégis egymástól eltérő szemcseméret-határokat (szemcseméret intervallumokat) használnak a képződmények elkülönítésére.

Az 1. ábra néhány országban a talajtanban alkalmazott szemcseméret határokat mutatja be. Mind a talajtanban, mind a geotechnikában szokás a szemcse-eloszlási görbe alapján további talajfizikai jellemzőket becsülni, pl. szivárgási tényező meghatározása Zamarin-módszerrel, egyenlőtenségi egyútható meghatározása, a talajtanban pedotranszfer-függvényekkel talajok vízgazdálkodási jellemzőinek számítása.

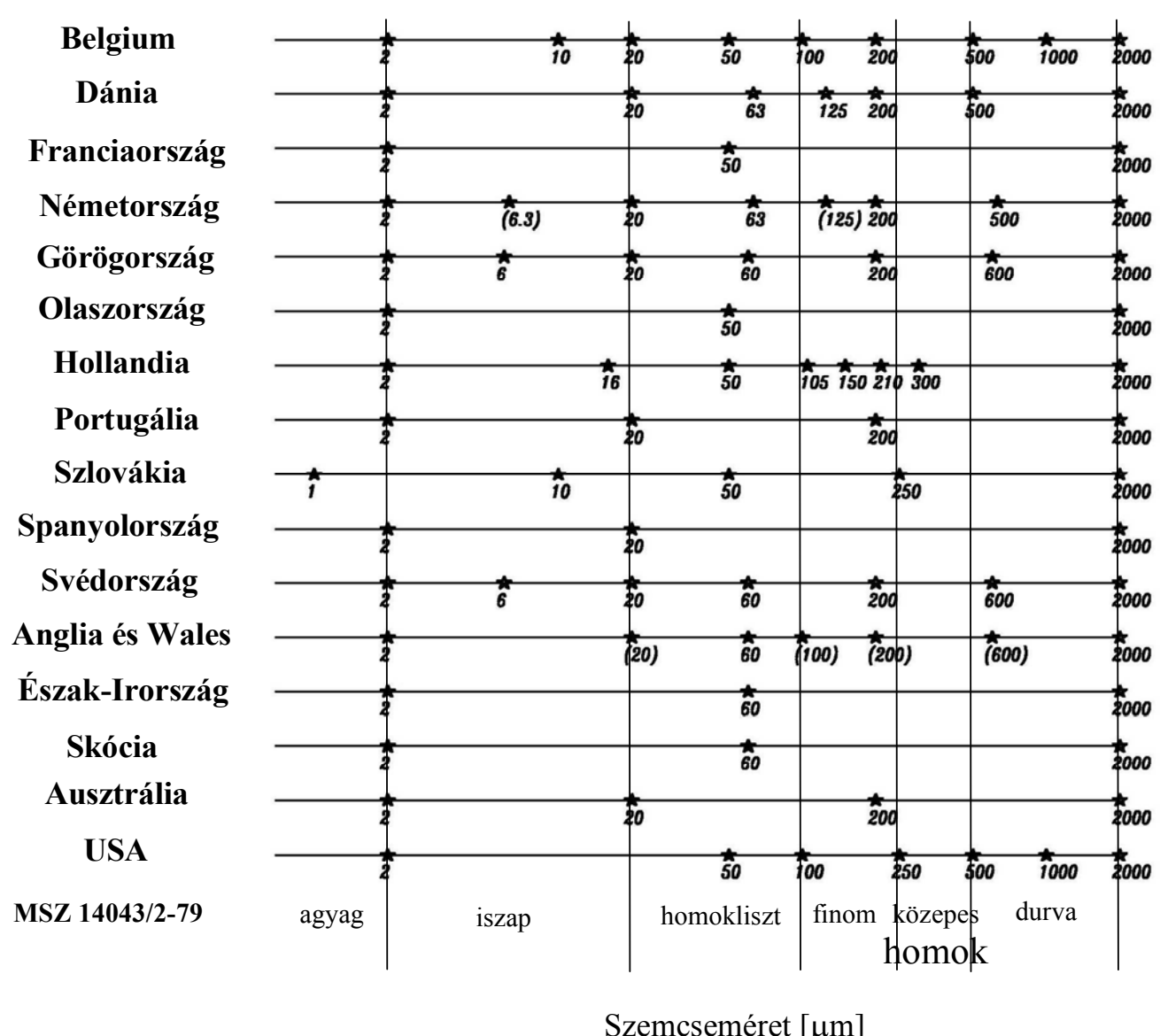
Ezeket a számításokat a szemcseeloszlási görbe 2 vagy több pontja alapján határozzuk meg és általánosságban igaz, hogy a pontok darabszámának növelésével a számítás pontossága is egy határig növelhető.

A felsoroltak miatt célszerűnek látszott egy olyan berendezésnek a kifejlesztése, amellyel a mérés automati-zálható, tetszőleges számú minta tetszőleges gyakorisággal történő mérése végezhető egyben, a méréssel párhuzamosan a teljes mérési dokumentáció elkészíthető, és amely alkalmas származtatott mennyiségek meghatározására a szemcseeloszlási görbe alapján.

A geotechnikai gyakorlatban alkalmazott szemcseeloszlási vizsgálatokat (hagyományos és Pappfalvi-féle areométer, Köhn-pipettás vizsgálat) Kézi (1964) foglalta össze, ugyanakkor az MSZ 18288/2-84 szabványban az Atterberg-féle iszapolás, az Andraesen-pipettás, szedimentációs mérleges, továbbá a szívócsöves meghatározás is szerepel, mely módszereket a mai napig alkalmazzák.

A korábban említett egyéb, pl. lézeres és röntgensugárral történő szemcseméret eloszlás meghatározás problémája, hogy ezekkel a drága műszerekkel csak 1-1 minta vizsgálata végezhető egyidejűleg, továbbá igen nagy hátránya, hogy a mérés alapelve eltér a szabványosított ülepedéses vizsgálatoktól. Amennyiben a mérés alapelve eltérő, akkor a két elven mért eredmények összevetésére igen korlátozott, gyakorlatilag nem megoldható. Mivel a gyakorlatban a finom szemcsefrakció szemcseméret-eloszlásának szabványos mérése a korábbiakban ülepedéses elven alapult, ezért a komparatív, új megoldásnak is ülepítéses vizsgálatnak kell lennie.

A felsorolt megfontolások vezettek a számítógép vezérelt ASTA berendezés kifejlesztéséhez, mely jelenleg a prototípus előkészületi fázisban van és mellyel a korábbi mérések további a gyakorlatban jelentős hátrányai (pl. az üvegeszközök pl. Pappfalvi-féle areométer) törékensége) is kiküszöbölhető.



1. ábra: A mezőgazdasági talajosztályozáshoz használt szemcseméret határok a világ néhány országában, illetve a talajmechanikában szabványos talajosztályozás összehasonlítása

## AZ ALKALMAZOTT MÉRÉS ALAPELVE

A talajtani gyakorlatban ritkábban, azonban a geológiai vizsgálatok során széleskörűen elterjedt szemcseméret eloszlás vizsgálati módszer a hidrométeres eljárás. Ebben az esetben egy üsöt (areométer) helyezünk a megfelelően előkészített talajszuszpenzióba, melynek bemelegítése a szuszpenzió átlagos sűrűségétől függ.

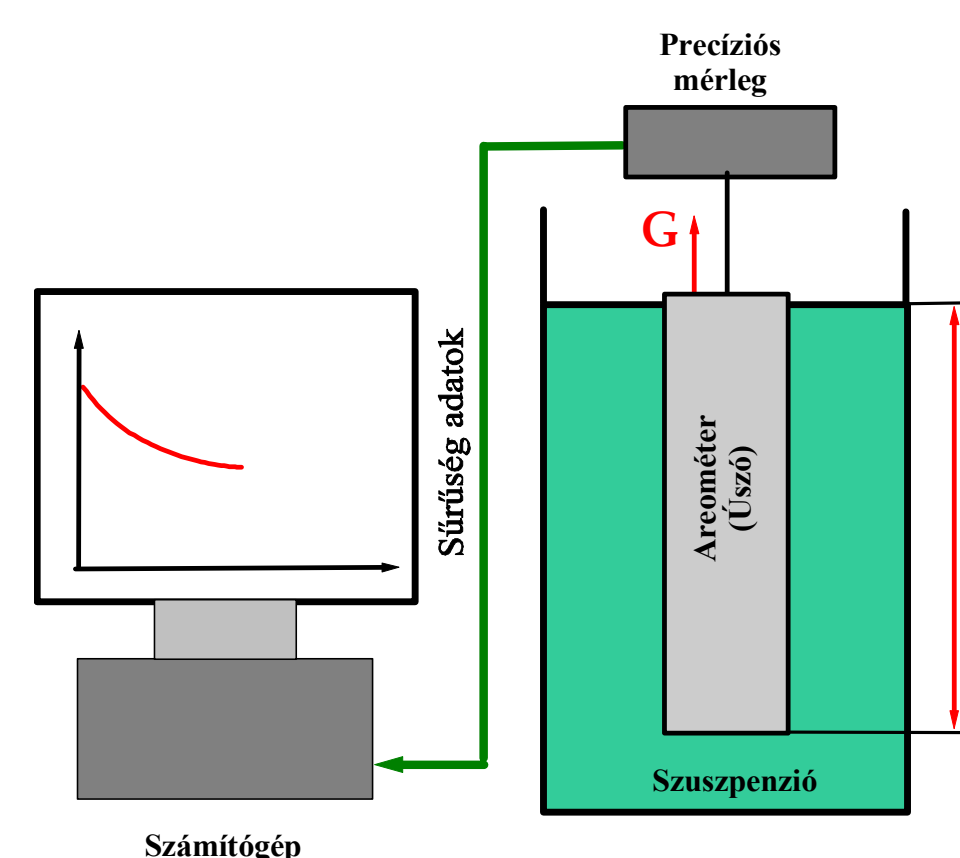
A szuszpenzió sűrűségét a folyadékfázis és a benne található lebegő anyag tömegösszegének teljes térfogattal képzett hányadosaként számítjuk. A szuszpenzió aktuális sűrűségét az ülepedés során egy mélységtartományban mérjük, ha az ülepedő szilárd szemcsék a mért tartományt a mérés során elhagyják (kiülepednek), a vizsgált térszében a sűrűség csökken, ezáltal az ülepedés sebessége egyszerű sűrűség méréssel követhetővé válik. A hidrométeres eljárás esetében nincs mintavétel, csupán az üsű (areométer) szintjét kell leolvasni, nincs elvi akadálya a tetszőleges sűrűségű mintavételnek, mely lehetővé teszi, hogy ne csak egyes előre meghatározott szemcseméret frakciók esetében szerezzünk adatokat az ülepedés előrehaladtáról, hanem gyakorlatilag folyamatosan, illetve tetszőleges sűrűségben olvassuk le a szuszpenzió sűrűségét. A leolvasás sűrűsége ennél a módszernél tulajdonképpen a felhasználástól függ, vagyis akár különböző finomságú görbék is kaphatók az alkalmazási igényeknek megfelelően.

A klasszikus hidrométeres eljárás esetében az areométer elviekénti szárán levő beosztás adott időszakokban történő leolvasásával határozzuk meg az egyes frakciókhoz tartozó sűrűség, és ezen keresztül a nem kiülepedett („lebegő”) anyag mennyiség értékeit. A Pappfalvi-féle areométer annyiban egyszerűsíti a mérést, hogy az eszköz leolvasásával azonnal a lebegő szemcsék tömegét kapjuk meg, 100 g bemért anyag, 20°C hőmérséklet és 2680 kg/m<sup>3</sup> átlagos szemcse-sűrűség esetén. Mivel a mérést kezdetben sűrű időközönként kell elvégezni, továbbá az üvegeszközön jelentős a meniszkus okozta hiba, a hosszú mérés alatt jellemző a hőmérséklet változása, ezért a fázisok mérését számos hiba terheli, melyek egy részét igen nehéz korrigálni.

Az areométer szintjének érzékelése a technika jelenlegi szintjén, könnyen automatizálható. Megfelelő érzékenységi, számítógéppel összekötött digitális mérleggel bármikor megoldható a felhajtórő változás érzékelése és a számítógép merevlemezén történő tárolása, melyből az üsű (hidrométer) bemelegítési szintje azonnal számítható (2. ábra).

Ez a megoldás a módszer laboratóriumi kipróbálására, a módszer fejlesztésére kiválóan alkalmas, azonban a nagy pontosságú mérleg borsos ára és kényessége miatt nagyszámú minta vizsgálatára alkalmatlan. Egy 10 mérőhelyes berendezés több millió forintos költséget jelentene, ami a megoldást teljesen gazdaságtalanná teszi, ezért nem is terjedt el a gyakorlatban.

Annak érdekében, hogy a kifejlesztett módszer a lehető legnagyobb mértékben kompatibilis legyen az eddigi vizsgálati eljárásokkal, az azonos fizikai elv korlátait is magával kell hordoznia, vagyis a lassú ülepedés miatt egy mérés ideje fizikai törvények által meghatározott, melyen változtatni csak a gravitációs tér vagy az ülepető erő növelésével lehetne, amely elvileg ugyan nem kizárt (pl. centrifuga alkalmazása), de jelentős költségekkel jár.



2. ábra A mérés egy lehetséges megoldása (Nemes et. al. 2002)

## A HIDROSZTATIKUS ELVEN MŰKÖDŐ ASTA BERENDEZÉSNÉL ALKALMAZOTT MÉRÉSI ELV

Az ASTA készülék (8. ábra) a mérés során két csövön keresztül érintkezik a talajszuszpenzióval. Az egyik cső a mérendő szuszpenzió aktuális felszínének szintjét közvetíti a jeladóhoz, míg a másik a mérendő szuszpenzió és a tiszta oldat sűrűségének különbségétől függő szintet méri. Ezt úgy érjük el, hogy a másik csövet a talajszuszpenzió készítéséhez felhasznált tiszta oldattal, vagy vízzel töltjük meg. Ha a két csövön található folyadékoszlop egymással egyensúlyban van, akkor a folyadékszint-különbség a két cső között:

$$\Delta h = h_2 - h_1 = h_1 \frac{\rho_2}{\rho_1} - h_1 = h_1 \left( \frac{\rho_1}{\rho_2} - 1 \right)$$

ahol

$h_1$  a folyadékoszlop magassága a szuszpenzióban [m]

$h_2$  a tiszta folyadékoszlop magassága [m]

$\rho_1$  a szuszpenzió kezdeti sűrűsége [kg·m<sup>-3</sup>]

$\rho_2$  a tiszta folyadék sűrűsége [kg·m<sup>-3</sup>]

## AZ AUTOMATIKUS SZEMCSEMÉRET-ELOSZLÁS MEGHATÁROZÁSI VIZSGÁLAT MEGVALÓSÍTÁSÁNAK MŰSZAKI LEHETŐSÉGEI

Nagyszámú minta rutinvizsgálatára több (5-10 db) párhuzamos mérőcella alkalmazását feltételezi, melyek lehetnek azonos számítógéphez kötve. Ilyen feltételek mellett célszerű a mérőegységeket a lehető legegyszerűbb és legolcsóbb és lehetőség szerint könnyen kezelhető, (rázásra, leejtésre nem érzékeny, nem törékeny, stb.) módon összeállítani. Olyan egyszerűen megvalósítható megoldásokat kerestünk, melyek igen kis elmozdulást és/vagy erőváltozást képesek érzékelni kellő sebességgel, a mérőrendszer nagyon kis zavarása nélkül, és a kapott jeleket digitális formában valamilyen átviteli vonalon a számítógéphez képesek továbbítani.

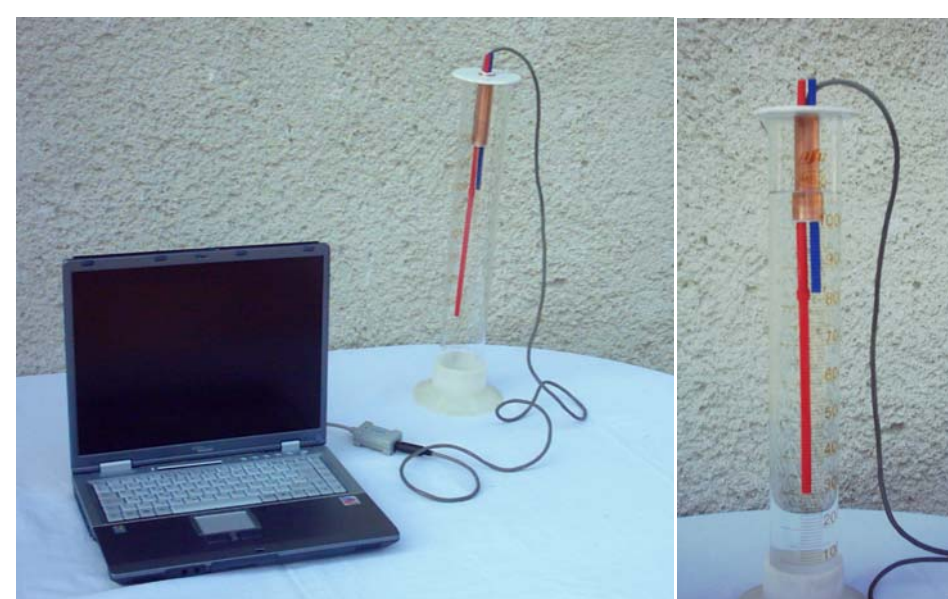
Lehetséges megoldásként a következők jönnek számításba:

- Nyúlásmérő bélyegek – megfelelő megoldás, azonban az áruk a vezérlő elektronikával együtt igen magas a megfelelő precíziós kialakításban;
- Diódasoros optikai szenzorok – közepesen magas áron képesek megvalósítani a mérést az üsű mozgásának akadályozása nélkül, azonban az óhatatlanul felfreccsenő talajszuszpenzió lehetetlenné teheti a mérést;
- Michelson interferométer – egyáltalán nem zavarja az üsű mozgását, azonban drágább a mérlegnél is és érzékeny a talajszuszpenzióval szennyezésre;
- Lineáris elmozdulás érzékelők (LVDT) – megfelelő az áruk, azonban a kereskedelemben kapható celláknak túl nagy a sűrűdése, így jelentősen meghamisítják az üsű elmozdulását;
- Nyomásmérő integrált áramkörök – ideális megoldást jelentenek, mivel mozgó alkatrészek nélkül tehetnének megvalósíthatóvá a mérést, azonban a kereskedelmi forgalomban kapható alkatrészek érzékenysége nem megfelelő a feladathoz;
- Induktív érzékelők – ezek elég olcsón előállíthatók, nem lineárisak, azonban kalibrálhatók;
- Kapacitív érzékelők – ezekkel a vízszintet lehet nagyon pontosan érzékelni, megfelelő konstrukció esetén alkalmas a feladatra.

Az érzékelési pontok között eltelő időnek kizárólag az érzékelés és az átviteli vonalak sebessége, illetve a merevlemez tároló kapacitása szab határt, emiatt a mintavételi gyakoriság néhány kipróbált összeállításnál akár néhány századmásodperc is lehetett.

## AZ ASTA BERENDEZÉS BEMUTATÁSA ÉS A MÉRÉS KIÉRTÉKELÉSE

Az ASTA készülék a mérés során két csövön keresztül érintkezik a talajszuszpenzióval. Az egyik cső a mérendő szuszpenzió nyomását közvetíti a jeladóhoz, míg a másik csövet a talajszuszpenzió készítéséhez felhasznált tiszta oldattal vagy vízzel töltjük meg. A két csövön kialakuló folyadékszint között a tapasztalat szerint a mérés elején 3-5 mm szintkülönbség van, amely a mérés végére teljesen kiegyenlítődik. A berendezés használata során bármilyen a mérési eredményeket meg nem hamisító vegyszert (víz, nátrium-karbonát oldat, lítium-karbonát oldat, nátrium-pirofoszfát, stb.) alkalmazhatunk a szemcsék diszpergálására, mert a referencia tisztaoldat és a szuszpenzió között szintkülönbségeket mérjük (5. ábra).

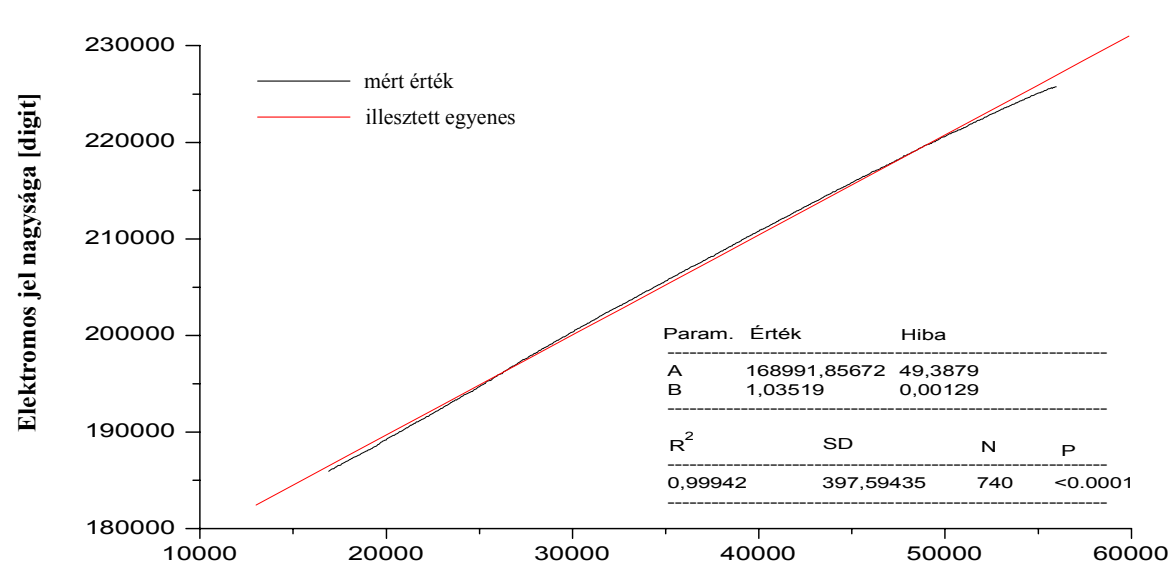


4. ábra: Az ASTA készülék prototípusa

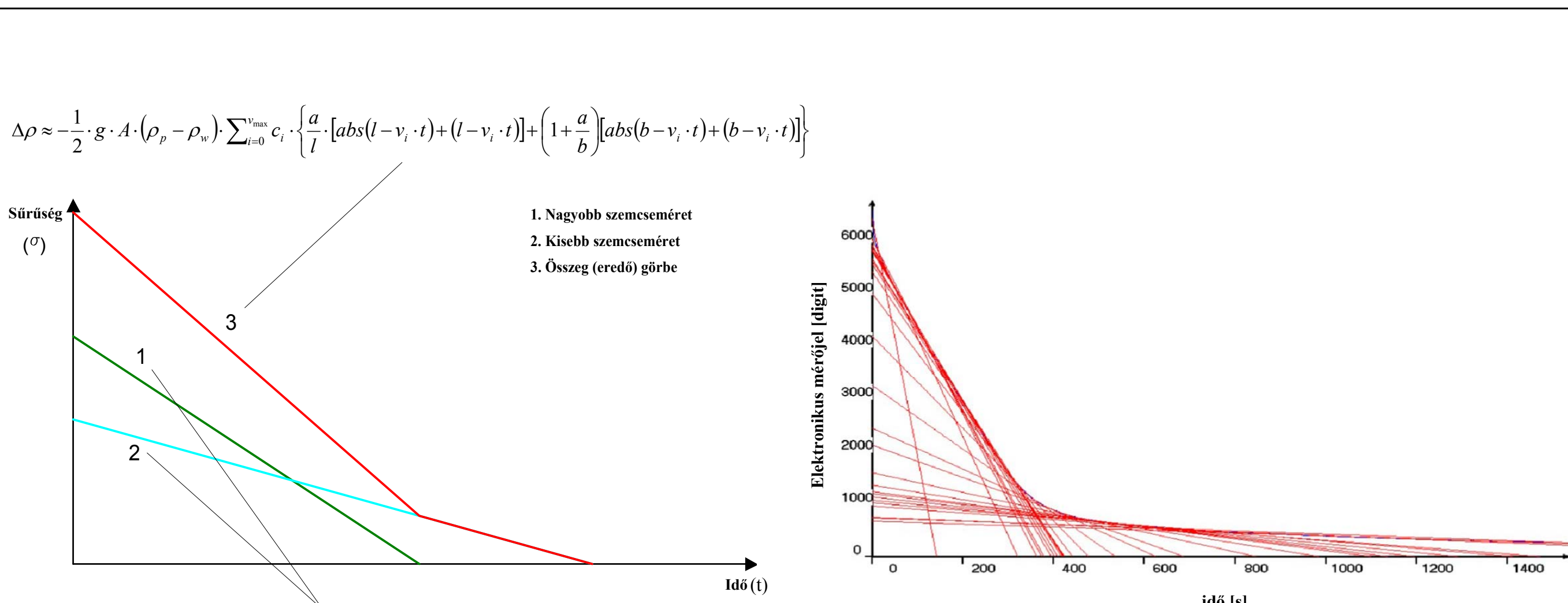
A feladat ennek a maximálisan 3-5 mm szintkülönbségnek az érzékelése és mérése egy érzékeny elektronikus mérőfejjel. Az ASTA berendezés kapacitív mérőfejjel készült, mellyel elvileg 1-2 µm, gyakorlatilag 10 µm folyadékszint-különbségek érzékelhetők. Mivel mindkét cső azonos kialakítású és anyagú, ezért a szintkülönbségek tekintetében a meniszkus problémája nem jelentkezik.

A mérőfej érzékenységét és linearitását laboratóriumban vizsgáltuk (6. ábra). A kalibrációs görbén jól látszik, hogy a mérőfej által adott elektromos jel gyakorlatilag lineárisnak tekinthető.

A mérőfejjel a folyadékszint-különbség csökkenését, azaz a sűrűség csökkenését észleljük. A sűrűségváltozásból a szemcseméret eloszlás meghatározásának megértéséhez először vizsgálunk egy mono-, majd egy bidiszperz rendszert, mely egy nagyobb, illetve egy kisebb szemcseméretű halmaz vizes szuszpenziója.



6. ábra: A mérőfej által adott jel linearitása



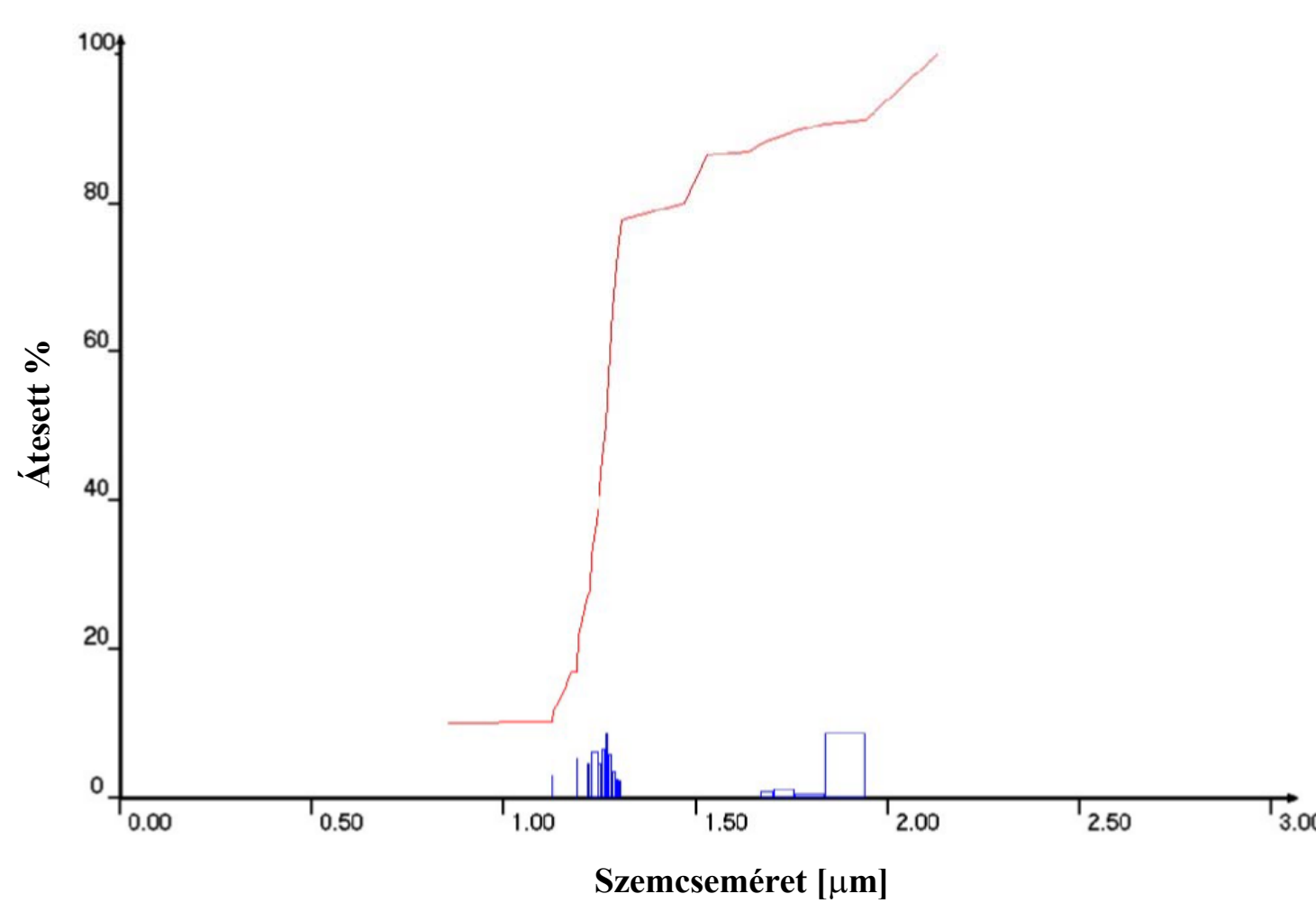
8. ábra: Mért elektronikus jel-idő függvény felbontása érintőseggel

7. ábra: Mono- és bidiszperz rendszerek sűrűség-idő karakterisztikája

Mivel a teljes rendszert nagyszámú monodiszperz rendszer együtteseként kezelhetjük, ezért a mérés során kapott sűrűség-idő függvényt véges, de tetszőleges pontozó húzott érintővel „szemcseméret”-tartományokra bonthatjuk (8. ábra). Az érintők töréspontjai az ordinátával arányos az adott részecske mennyiségével a szuszpenzióban, míg abszcissa mentén az érintőseggel töréspontjai között mért távolság adja meg az adott szemcseméret referencia pont alá süllyedéséhez szükséges maximális időt, vagyis a süllyedési sebességet, amiből a folyadék sűrűsége és viszkozitása ismeretében a szemcse átlagos mérete visszszámítható:

$$r[\mu m] = 10^6 \cdot \sqrt{\frac{9 \cdot \eta [Pa \cdot s] \cdot h [m]}{2 \cdot g \left[ \frac{m}{s^2} \right] \cdot (\rho - \rho_{viz}) \left[ \frac{kg}{m^3} \right] \cdot t [sec]}}$$

A szemcseméret tartományokhoz tartozó ordináta-metszetek alapján meghatározott anyagmennyiségeket ezek után normalizáljuk, így megkapjuk a hagyományos szemcseeloszlási görbét (9. ábra).



9. ábra: Egy talajpor ASTA berendezéssel meghatározott szemcseeloszlása

Amennyiben az ülepedés sebessége állandó, ami a Stokes törvényből következik, akkor monodiszperz rendszer esetén a sűrűség változása lineáris, mindaddig, amíg a legutolsó, a mérés kezdetén legmagasabb helyzetben található részecske le nem süllyed a referencia-pont alá. Ezután a sűrűség konstans, megegyezik a tiszta folyadék sűrűségével (7. ábra, 1. görbe). Amennyiben a monodiszperz rendszert a kisebb szemcsékből állítottuk elő, akkor a sűrűség-idő függvény hasonló, csak lassabban következik be a folyadék kitisztulása, illetve a konstans sűrűség kialakulása (7. ábra, 2. görbe). Bidiszperz rendszerben a két folyamat együtt zajlik le, aminek következtében a két sűrűség-idő függvény eredőjét kapjuk eredményként (7. ábra, 3. görbe). Mivel a talajszuszpenzió egy polidiszperz rendszer, a mért sűrűségcsökkenést, mint véges, de nagyszámú monodiszperz rendszer együtteseként kezelhetjük, azaz végesen sok darabszámú lineáris sűrűség-változási függvény összegeként értelmezhetjük. Az elmélet addig igaz, amíg a szemcsék egymás mozgását nem akadályozzák, azaz a szuszpenzió kellően híg, amit a szabványos mérési eljárás biztosít.

A fejlesztést az Országos Tudományos Kutatási Alap T 32506 és T 037667 témaszámokon folyó kutatásai támogatják.