

## Talajminták lézeres szemcseanalízisének módszertani tapasztalatai

<sup>1</sup>MAKÓ András, <sup>1,2</sup>VARGA Tamás, <sup>1,3</sup>HERNÁDI Hilda,  
<sup>4</sup>LABANCZ Viktória, <sup>1</sup>BARNA Gyöngyi

<sup>1</sup>Magyar Tudományos Akadémia, Agrártudományi Kutatóközpont, Talajtani és Agro-  
kémiai Intézet, Budapest

<sup>2</sup>Pécsi Tudományegyetem, Természettudományi Kar, Földrajzi Intézet, Természet- és  
Környezetföldrajzi Tanszék, Pécs

<sup>3</sup>Pannon Egyetem, Georgikon Kar, Növénytermesztéstani és Talajtani Tanszék,  
Keszthely

<sup>4</sup>Szent István Egyetem, Mezőgazdaság-és Környezettudományi Kar,  
Környezettudományi Intézet, Talajtani és Agrokémiai Tanszék, Gödöllő

### *A talajok mechanikai összetételének vizsgálata*

A talaj szilárd fázisa általában különböző méretű és alakú szerkezeti elemekből (aggregátumokból) áll. A szerkezeti elemeket ugyancsak változatos méretű és formájú, a talajképző közettől „átörökölt” vagy a talajképződés során helyben képződött ásványszemcsék, más néven elemi részecskék építik fel. Az elemi részecskéket az aggregátumokban élő és elhalt szerves anyagok és egyéb kolloid méretű ragasztóanyagok tartják össze. Az elemi részecskék méret szerinti százalékos megoszlását nevezzük a talajok *mechanikai összetételének* (a továbbiakban MÖ). A talajok MÖ vizsgálati eredményei széles körben felhasználhatók. A talajosztályozási, vagy a geomorfológiai kutatások (üledék-képződési és hordalékszállítási folyamatok értelmezése) során sokszor elengedhetetlen az egyes genetikai szintekben, illetve rétegekben a MÖ ismerete (pl. TÓTH et al., 2009; KURÁŽ et al., 2012). A szilárd fázist alkotó elemi részecskék mérete a talajok több tulajdonságát befolyásolja; elsősorban meghatározza a talajok fajlagos felületét, és ezen keresztül a határfelületeken lejátszódó legfontosabb talajfizikai és -kémiai jelenségeket (pl. kapillaritás, ion- és molekula-adszorpció). A MÖ hatással van a talajok pórusméret-eloszlására, víztartó- és vízvezető-képességére (WÖSTEN et al., 2001; HAJNOS et al., 2006; TÓTH et al., 2015), a nem vizes fázisú folyadékokra (Nonaqueous Phase Liquids: NAPLs) vonatkozó folyadéktartó és folyadékvezető képességére (BUDHU et al., 1991; WEAVER et al., 1994). Befolyásolja továbbá a talajok légáteresztő képességét (HAMAMOTO et al., 2009), hővezető képességét (USOWICZ et al., 2008), reológiai tulajdonságait (CZIBULYA et al., 2010; SHEIN et al., 2011) és szorpciós tulajdonságait (TOMBÁ CZ, 2002; ERTL I et al., 2004). A talajok mikrobiális aktivitása (BRZEZIŃSKA et al., 2012) vagy a talajok szerkezetessége (BALASHOV et al., 2010) szintén függ a MÖ-től. A MÖ adatokból számíthatók egyéb talajjellemzők, mint pl. a talajok fraktáldimenziója is (BIEGANOWSKI et al., 2013).

A fentiek miatt a talajok MÖ vizsgálati eredményeit a hidrológiában, illetve a talajfizikában gyakran felhasználják becslő eljárásokban, bemenő (input) paraméterként. Így a MÖ az egyik legfontosabb talajjellemző a vízvisszatartó-, illetve vízvezető-képességet becslő ún. „pedotranszfer függvényekben” (pl. RAJKAI, 1988; BOUMA, 1989; RAJKAI et al., 1996). A talajokat szennyező apoláros szerves folyadékok (pl. kőolajszármazékok) önálló fázisú vagy a szennyező komponensek többfázisú terjedésének modellezésekor a talaj szervesfolyadék-visszatartó és szervesfolyadék-vezető képességét is sok esetben a MÖ adatok, vagy a fizikai féleség kategóriák alapján becslik a kárelhárítással foglalkozó szakemberek (DRAGUN, 1998).

A MÖ vizsgálatok során alkalmazott mérettartományokat a gyakorlati tapasztalatok alapján alakították ki, mégis országonként, sőt szakterületenként eltérő határértékeket használnak az egyes frakciók elkülönítésére. A szakterületenként kialakított és elfogadott mérési módszerek is különbözőek lehetnek. A különböző módszerekkel kapott eredmények eltérhetnek egymástól, attól függően, hogy pl. milyen előkészítési módot és/vagy a frakciók elkülönítéséhez milyen mérőeszközt alkalmazunk. Mivel a talajok mechanikai összetételének meghatározása – a fentiek alapján – több tudományterület egyik leggyakrabban elvégzett rutin vizsgálata, egyre inkább szükségessé válik olyan mérési módszerek szabványosítása, amely az egyes szakterületek számára elfogadható, a mérések egyszerűen elvégezhetőek és minél inkább automatizálhatóak. Fontos feladat lenne továbbá a már meglévő, a különféle szemcseméret-osztályozási rendszerek, mérési módszerek stb. alapján meghatározott mechanikai összetétel adatok egységes adatbázisba szervezése és összehasonlíthatóságuk megteremtése (NEMES et al., 1999).

A MÖ vizsgálata során a mérés legfontosabb szakaszai: a talajaggregátumok roncsolása elemi alkotóelemekké, az elemi szemcsék tartós diszpergálása és a diszpergált részek méret szerinti elkülönítése.

A talajok aggregáltsága miatt a mechanikai összetétel mérésénél általában kulcsfontosságú a minták előkészítése (roncsolása és diszpergálása). A talajok kötőanyagként általában szerves anyagokat, vasoxidokat és karbonátokat tartalmaznak. A kémiai előkezelés különböző szakaszainak célja részben az, hogy ezeket a ragasztóanyagokat eltávolítsuk (GEE & BAUDER, 1986). Ugyanakkor a tapasztalat azt mutatja, hogy a kémiai előkezeléssel bizonyos talajásványokat is elroncsolhatunk, illetve kioldhatunk a talajból (MAKÓ et al., 2002; BALÁZS et al., 2011; GOOSSENS et al., 2014; SCHULTE et al., 2016). A kémiai előkezelések során további cél az – aggregátumokból felszabadított – elemi részecskék diszpergálása a negatív töltésű adszorpciós helyek nagy elektronegativitású kationokkal (alkálifém kationok, általában  $\text{Na}^+$  vagy  $\text{Li}^+$ ) történő telítésével. Az adszorbeált alkálifém ionok nagy hidrátburkuk segítségével megakadályozzák a részecskék újbóli összetapadását.

A kémiai diszpergáláson túl a mechanikai diszpergálás (a talajsuszpenzió különböző ideig történő rázatása vagy keverése különböző típusú eszközökkel) a leggyakrabban alkalmazott rutin módszer a laboratóriumokban. Az ultrahangos diszpergálás a lézerdiffrakciós méréseknél általánosan elterjedt, míg az ülepítési módszerek esetében többnyire csak módszertani kutatások során találkozunk vele (GENRICH & BREMNER, 1972). A MÖ vizsgálatok során egyértelműen jelezni kell,

hogy mely módszerrel, mely vizsgálati szabvány alkalmazásával, milyen előkészítések mellett végeztük a méréseket, hiszen a tapasztalatok azt mutatják, hogy azonos mérési módszer alkalmazása mellett is eltérő eredményeket kapunk, ha különböző előkészítési módokat alkalmazunk (McKEAUGE, 1978). (A legszélesebb körben használt ISO 11277: 2009(E) nemzetközi szabvány esetében pl. a szerves anyagok roncsolása, valamint a gipsz és az oldható sók eltávolítása kötelezően előírt előkészítő lépés, azonban a karbonátok és a vas-oxidok eltávolítása opcionális lehetőség, a laborvezető helyi döntésétől függ.)

A MÖ vizsgálatok során a homok szemcseméret-tartományba eső részecskéket általában szitálással választják el egymástól. A homokfrakciónál kisebb méretű részecskék mennyiségét leggyakrabban ülepitéses eljárásokkal határozzuk meg (GEE & BAUDER, 1986). Az ülepitéses módszereket – megfigyelések alapján – már az 1700-as évek elejétől használták a különböző méretű talajrészecskék elválasztására (MILLER et al., 1988), míg a Stokes-törvény alkalmazása a 1904-től ismert (HALL, 1904). Az ülepitéses módszerek elméleti alapjául szolgáló Stokes-törvény a gömbszerűnek feltételezett talajszemcsék ún. „ekvivalens átmérője” alapján számítja az ülepedési sebességet (VÁRALLYAY, 1993). A módszerek alkalmazása során ez hibák forrása lehet, hiszen az elemi részecskék többnyire szabálytalan alakúak (az agyag mérettartomány felé haladva egyre inkább lemezes vagy csöves formájúak) (CLIFTON et al., 1999). A különböző alakú, de azonos ekvivalens átmérőjűnek tekintett szemcsék ülepedési sebessége nem állandó, bár a módszer annak tekinti. Befolyásolhatja az ülepedési sebességet a szemcsék eltérő sűrűsége is (MATTHEWS, 1991). E módszerek további hátránya, hogy relatív nagy mintatömeget igényelnek (20–40 g), időigényesek (különösen a 2  $\mu\text{m}$ -nél kisebb méretű frakció esetében) és a legtöbb esetben korlátozott felbontásban képesek megadni az egyes mérettartományokba eső anyagmennyiségeket. Mindezekon túl az 1  $\mu\text{m}$ -nél kisebb méretű részecskék mennyisége a csökkenő részecskemérettel arányosan növekvő bizonytalansággal mérhető az ülepedési sebességet befolyásoló Brown-féle mozgás következtében (LOVELAND & WHALLEY, 2001). A talaj MÖ vizsgálatok céljára leginkább két – a Stokes-törvényen alapuló – vizsgálati módszer terjedt el. A pipettás módszerrel az ülepedő szuszpenzió tömegszázalékos koncentrációját, a hidrométeres módszerrel a sűrűségét határozzuk meg. A vizsgálati módszereket szakterületenként különféle nemzeti és nemzetközi szabványok rögzítik (pl. MSZ-08 0205-78; ALLEN, 1990; LU et al., 2000; VAN REEUWIJK, 2002; ISO 11277:2009(E)). A pipettás és hidrométeres módszerrel mért eredmények azonos előkészítési módot alkalmazva közel hasonlóak (LIU et al., 1966; GOOSSENS, 2008). Bár a hidrométeres módszerek a pipettás mérésekhez képest már lényegesen egyszerűbbek, azért még mindig idő- és munkaigényesek. Az ülepitéses módszerek további hátránya, hogy a legtöbb esetben a részecskeméret-eloszlás („szemeloszlás”) görbének csupán néhány (általában az egyes frakciók mérethatárainak megfelelő) pontját határozzák meg. Az ülepitésen alapuló további – a talajok MÖ-ének meghatározására kevésbé elterjedt – mérési eljárás az Atterberg-féle iszapolás (DI GLÉRIA et al., 1957), a centrifugálás módszer (JACKSON, 1958) vagy a fotoszedimentációs módszer (BUAH-BASSUAH et al., 1998).

Újra és újra felmevetődik a különböző ipari alapanyagok szemcseeloszlás meghatározására használt műszeres mérési módszerek (optikai vagy scanning elektron mikroszkópok, röntgensugár gyengítéses módszer, az ún. Coulter részecskeszámláló módszer vagy a fényszórás fotometria vizsgálatok) talajtani alkalmazhatóságának lehetősége. Ezek közül az eljárások közül a lézerdiffrakción alapuló módszertant az 1970-es években fejlesztették ki (ALLEN, 1990; MA et al., 2000) és jó eredménnyel adaptálták különböző üledékek vizsgálatára (KONERT & VANDENBERGHE, 1997; KENKILÁ, 2005; RAMASWAMI & RAO, 2006).

Egyre több esetben felmerül a kérdés, hogy mely mérési, illetve előkészítési módszer tekinthető jónak, elfogadhatónak. A kérdés megválaszolásához hozzásegíthet bennünket, ha a mechanikai összetétel mérési eredményeket összevetjük olyan egyéb, azonos mintaállományon meghatározott talajfizikai paraméterekkel, melyek kapcsolata egyébként a MŰ eredményekkel (pl. az agyagtartalom százalékos mennyiségével) tudományosan igazolt. Ilyen talajparaméterek lehetnek pl. a talaj fajlagos felülete, adszorpciós képessége, képlékenységi mutatói stb. (MAKÓ et al., 2002; MAKÓ & HERNÁDI, 2010).

#### *A talajok mechanikai összetételének meghatározása lézerdiffrakciós módszerrel*

Az optikai mérési módszerek elterjedése áttörést jelentett számos tudományterületen. A lézeres eszközökön alapuló mérések pontossága forradalmasította a mérési módszereket, új irányvonalakat jelölt ki mind a módszertani szemléletben, mind a műszergyártásban. Sokoldalúságának köszönhetően a lézer alkalmas többek között távolság és sebesség mérésére, ellipszometriai vizsgálatok elvégzésére, valamint a fény szóródásán alapuló aeroszol vagy hidroszol koncentráció mérésére. Sokoldalú alkalmazhatósága miatt a talajtani anyagvizsgálatban is egyre nagyobb szerepet kap (GEE & BAUDER, 1986).

A lézerdiffrakciós módszert (LDM) egyre többen alkalmazzák a talaj MŰ-ének meghatározására (MCCAVE et al., 1986; BUURMAN et al., 1997; BEUSELINCK et al., 1998; PYE & BLOTT, 2004; BLOTT & PYE, 2006; RYZAK & BIEGANOWSKI, 2011; SOCHAN et al., 2012; FENTON et al., 2015; SERBAN et al., 2015; YANG et al., 2015). Az LDM elméleti alapja az, hogy a készülékbe adagolt, megfelelő koncentrációjú talajszuszpenziót monokromatikus lézersugárnyaláb világítja át és a részecskék által többféle szögben szórt fényt egy több elemből álló detektor érzékeli (BÜRKHOLZ & POLKE, 1984). A detektorok által rögzített diffrakciós kép-adatokat a választott optikai modell (ld. később) segítségével transzformálják, a teljes térfogat részeit diszkrét számú méretosztályba sorolják, majd az eredményt térfogati részecskeméret-eloszlásként adják meg (DE BOER et al., 1987; ALLEN, 1990). Gömbszerű és egyforma sűrűségű elemi részecskéket feltételezve a mért térfogatarányos szemcseméret-eloszlás megegyezik a tömegarányossal (BIEGANOWSKI et al., 2012).

A módszer előnye a gyorsasága (max. 3–10 perc/minta) mellett, hogy a mérési eredményt egy folytonos függvényként adja meg, így az eredmények könnyebben összevethetők különböző szemcseméret osztályozási rendszerek és mérési módszerek MŰ adataival. Emellett az eredmények jól reprodukálhatók (a különböző egyéb mérési módszerekhez képest legalább egy nagyságrenddel pontosabbak)

(ROBERSON & WELTJE, 2014; WANG et al., 2015). Az újabb lézerdiffrakciós elvű készülékek már a talajvizsgálatoknál megkívánt széles (tized mikrontól néhány milliméterig terjedő mérettartományban) képesek mérni. Az LDM mérések legfőbb hátránya (a műszerek viszonylagos drágasága mellett), hogy – többek között a talajfizikai mérésekre vonatkozó szabványosított módszer hiánya miatt – nem áll rendelkezésünkre kellő mennyiségű tapasztalat a különböző hagyományos mérési módszerekkel kapott eredményekkel való összehasonlíthatóságról, átszámíthatóságról (RYŽAK & BIEGANOWSKI, 2011). A viszonylag kis vizsgálandó mintamennyiség (0,3–0,5 g) sok esetben előnyös lehet (ritka, kis mennyiségben begyűjthető mintáknál). Hátránya viszont, hogy a kis bemért mintamennyiségek miatt felmerülhet a vizsgált részminták reprezentativitásának kérdése. MILLER és SCHAEZL (2012) arról számoltak be, hogy a mintegy 1500 talajminta vizsgálata során a minták 11,5 %-ának megváltozott a fizikai félesége a második részmintából történt mérések eredményei alapján.

Tanulmányunk összeállítása során legfőbb célkitűzésünk az volt, hogy áttekintsük azokat a LDM MÖ vizsgálatokkal foglalkozó – talajtani vonatkozású – közleményeket, melyek módszertani leírásokat, illetve javaslatokat tartalmaznak (*1. táblázat*). Ezek segíthetnek eligazodni az LDM MÖ mérések szerteágazó módszerei közt és – reményeink szerint – támpontot nyújthatnak egy majdani egységes vizsgálati módszertan kialakításához. Áttekintjük az alkalmazott fontosabb előkészítési eljárásokat, műszerbeállításokat, a hagyományos MÖ mérési módszerek eredményeivel történő megfeleltetés lehetőségeit. Végezetül rövid áttekintést adunk az LDM MÖ mérési módszer aggregátum-stabilitás vizsgálatokra történő alkalmazási lehetőségeiről is.

#### *A lézerdiffrakciós mérések eredményeit befolyásoló tényezők*

A szakirodalmi közlések szerint számos tényező befolyásolhatja a LDM MÖ mérések eredményeit.

A LDM nem képes különbséget tenni az elemi részecskéken és a talajaggregátumokon bekövetkező fényelhajlás között, ezért – hasonlóan az üleptézés vizsgálatokhoz – döntő, hogy az elemi részecskék a mérés előtt dezaggregált, diszpergált állapotban legyenek. Emiatt a mérési eredmények alakulása nagymértékben függ az **előkészítési módszer** megválasztásától: a minták dezaggregálására és diszpergálására alkalmazott kémiai előkezelések (aggregátumokat összetartó ragasztóanyagok roncsolása, diszpergálószer használata) alkalmazásától, a mechanikai diszpergálás intenzitásának és idejének beállításától (ARRIAGA et al., 2006; BIEGANOWSKI et al., 2010; RYŽAK & BIEGANOWSKI, 2010; 2011; VDOVIĆ et al., 2010; SOCHAN et al., 2012; 2014; SERBAN et al., 2015). A kémiai előkezelések során (pl. humuszroncsolás, vas-oxidok eltávolítása) megváltozhat a szuszpenzió színe, ami szintén befolyásolhatja a mérési eredményeket (ESHEL et al., 2004).

*Ia. táblázat*

Talajtani vonatkozású lézerdiffrakciós mechanikai összetétel vizsgálatok a szakirodalomban  
– készülék típusonként és előkészítő egységenként rendszerezve

(1) Készülék típusa	(2) Előkészítő egység	(3) Vizsgált minta típusa (mintaszám)	(4) Irodalom	(5) Irodalom kódja
B.-Coulter LS100 & Malvern 2600	-	svájci folyami és tavi üledékek	LOIZEAU et al., 1994.	<b>1</b>
	-	belga agyagbemosódásos talajok, kvarcminták (107)	BEUSELINCK et al., 1998.	<b>2</b>
B.-Coulter LS120	-	spanyol talajművelési kísérletek talajai (32)	PAZ-FERREIRO et al., 2010.	<b>3</b>
B.-Coulter LS130	Soniprep 150	Közép-angliai vízgyűjtő talajai (51)	WALLING et al., 2000.	<b>4</b>
B.-Coulter LS200	-	belga különböző textúrájú talajok (104)	VANDECASTEELE & DE VOS, 2001.	<b>5</b>
B.-Coulter LS230	-	brazil Oxisol talajok	BUURMAN et al., 1997.	<b>6</b>
	-	holland tengeri, fluviális és eolikus üledékek (138)	BUURMAN et al., 2001.	<b>7</b>
	-	USA agyagos márgás üledékek (42)	ESHEL et al., 2004.	<b>8</b>
	-	USA különböző fel- és altalajok (43)	ZOBECK, 2004.	<b>9</b>
	nedves előkészítő	USA természetes és mesterséges talajok (18)	ARRIAGA et al., 2006.	<b>10</b>
	-	spanyol talajok (5)	GUZMÁN et al., 2010.	<b>11</b>
B.-Coulter LS-13 320	-	kínai talajok (43)	WANG et al., 2013.	<b>12</b>
	-	kínai talajok (1013)	WANG et al., 2015.	<b>13</b>
	-	német és kínai talajok	SCHULTE et al., 2016.	<b>14</b>
Micro Trac	-	USA talajok és üledékek (10)	COOPER et al., 1984.	<b>15</b>
MicroTrac S3500	-	indiai különböző talajok (50)	JENA et al., 2013.	<b>16</b>

A talajok LDM MÖ mérésére különféle eszközöket vehetünk igénybe (*Ia - 1c. táblázat*). A mérőműszerek detektorainak eltérő száma miatt változhat a MÖ mérések mérethatára és a szemeloszlási görbék mért pontjainak sűrűsége (BUURMAN et al., 1997; GOOSSENS, 2008).

Néhány tanulmányban a talajmintákat előzőleg 105 °C-on kiszárították a MÖ mérések előtt (pl. BITTELI et al., 1999; FERRO & MIRABILE, 2009; VDOVIĆ et al., 2010); a legtöbb esetben légszáraz mintákat vizsgáltak (pl. RYŽAK & BIEGANOWSKI, 2011; GOOSSENS et al., 2014; MAKÓ et al., 2014). Míg az ülepítéssel MÖ talajvizsgálati módszerek esetében szabványok írják elő az előkészítés módját (ld. fentebb), a lézerdiffrakciós MÖ vizsgálatok esetében mindeztidáig nem alkottak egységes talaj-előkészítési szabványokat.

*Ib. táblázat*

Talajtani vonatkozású lézerdiffrakciós mechanikai összetétel vizsgálatok a szakirodalomban  
– készülék típusonként és előkészítő egységenként rendszerezve

(1) Készülék típusa	(2) Előkészítő egység	(3) Vizsgált minta típusa (mintaszám)	(4) Irodalom	(5) Irodalom kódja
Fritsch Analysette 22	-	kvarc modellanyag (4) és holland talajok (158)	KONERT & VANDENBERGHE, 1997.	17
	-	orosz csernozjom talajok (10)	SHEIN et al., 2006.	18
	-	orosz szology, csernozjom, podzol talajok és talajkeverékek	FEDOTOV et al., 2007.	19
	-	olasz talajok, A szint (40)	ANTINORO et al., 2012.	20
	-	magyar változatos textúrájú és struktúrájú talajok (8)	CENTERI et al., 2015.	21
Fritsch Analysette 22 Compact	-	jellegzetes magyar és európai feltalajok (170)	HERNÁDI et al., 2008.	22
Fritsch Analysette 22 ECO	-	olasz különböző textúrájú talajok (30)	FERRO & MIRABILE, 2009.	23
	-	olasz talajok (228)	DI STEFANO, 2010.	24
	-	olasz talajok (747)	DI STEFANO, 2011.	25
Fritsch Analysette 22 MicroTec	-	magyar különböző alapkőzetten kialakult talajok (17)	MADARÁSZ et al., 2012.	26
	-	magyar folyóvízi hordalék (25)	KUN et al., 2013.	27
	-	szlovák durva és közepesen finom talajok (4)	KONDRLOVA et al., 2015.	28
Horiba LA-920	-	eltérő fizikai féleségű talajok (5)	KOWALENKO & BABUIN, 2013.	29
Horiba LA-930	-	USA talajok (10)	SEGAL et al., 2009.	30
Malvern 2600	-	nigeri kavicsos márga (>200)	CHAPPELL, 1998.	31
Malvern 3600E	-	iszap	McCAVE et al., 1986.	32
Mastersizer Long-bed X	MSX17	litván tartamkísérletek taljai (92)	BOOTH et al., 2003.	33
Mastersizer MS20	-	USA és olasz talajok (8)	PIERI et al., 2006.	34

## 1c. táblázat

Talajtani vonatkozású lézerdiffrakciós mechanikai összetétel vizsgálatok a szakirodalomban  
– készülék típusonként és előkészítő egységenként rendszerezve

(1) Készülék típusa	(2) Előkészítő egység	(3) Vizsgált minta típusa (mintaszám)	(4) Irodalom	(5) Irodalom kódja
Mastersizer 2000	Hydro MU	lengyel erdő-, réti és csernozjom talajok (3)	BIEGANOWSKI et al., 2010.	35
	Hydro MU	lengyel réti, öntés és csernozjom feltalajok (23)	RYŻAK & BIEGANOWSKI, 2010.	36
	-	horvát réti és erdőtalajok (12)	VDOVIĆ et al., 2010.	37
	Hydro G	finn és ausztrál rétegszilikátok (4)	GANTENBEIN et al., 2011.	38
	Hydro MU	lengyel réti, öntés és csernozjom feltalajok (23)	RYŻAK & BIEGANOWSKI, 2011.	39
	Hydro MU	magyar talajok (4)	HERNÁDI et al., 2012.	40
	Hydro MU	USA talajok (1485)	MILLER & SCHAETZL, 2012.	41
	Hydro G Hydro MU;	lengyel réti, öntés és csernozjom feltalajok (23)	SOCHAN et al., 2012.	42
	Hydro G	lengyel barna erdőtalaj A szintje és lösz (2)	BIEGANOWSKI et al., 2013.	43
	Hydro G	lengyel réti, vázталajok (84)	LAMORSKI et al., 2014.	44
	Hydro G	magyar réti, csernozjom, erdő és szolonyec talajok (4)	MAKÓ et al., 2014.	45
	Hydro MU	lengyel glaciális üledékek (20)	ORZECZOWSKI et al., 2014.	46
	Hydro MU	kínai különböző fizikai féleségű talajok (11)	PENG et al., 2015.	47
	Hydro G	homokminták (3)	POLAKOWSKI et al., 2014.	48
	Hydro MU	szennyvíziszap (2)	SOCHAN et al., 2014.	49
	Hydro SM	magyar homok talaj (1)	JOÓ et al., 2015.	50
	Hydro G; Hydro MU	üveggyöngyök- keveréksor	POLAKOWSKI et al., 2015.	51
	Hydro MU	lengyel talajok (3)	SOCHAN et al., 2015.	52
	-	kínai talajok (235)	YANG et al., 2015.	53
	Hydro G	ír réti talajok (49)	FENTON et al., 2015.	54
Hydro G	magyar talajok (157)	MAKÓ et al., 2016b.	55	
Hydro G; Hydro MU	magyar talajok (8)	MAKÓ et al., 2016a.	56	
Hydro G	USA, homoktalajok (30)	THOMAS & REDSTEER, 2016.	57	
Hydro S	USA, sivatagi talajminták (96)	GOOSSENS et al., 2014	58	
Mastersizer 3000	Hydro LV	hullópor minták	VARGA et al., 2016.	59



2. táblázat

Az aggregátumok roncsolásának és a diszpergálás módszerének megválasztása a vizsgált közleményekben

(1) Roncsolás	(2) Irodalom kódja	(3) Ultrahangos diszpergálás		(2) Irodalom kódja
		UH időtar- tama (min)	UH erőssége	
hidrogén-peroxid (humusz eltávolít- ás)	2; 3; 4; 5; 6; 12; 13; 14; 15; 16; 17; 18; 22; 23; 24; 25; 26; 30; 33; 34; 37; 40; 45; 47; 50; 54; 57; 59	0,5	100%	47
		0,5	35 W	42
		0,5	350W, 20 kHz	15
HCl (mész eltávolítás)	14; 16; 17; 22; 40; 47; 59	1	energy lvl. 3	8
Na-acetát (mész eltávolítás)	5; 34; 58	1	50%	38
Na-ditionit (Fe-oxi-hidroxidok eltávolítása)	6; 22; 40;	1,5	-	9
		2	-	46; 54
		3	-	20; 23; 24; 25;
(4) Kémiai diszpergá- lószer	(2) Irodalom kódja	3	22 kHz	18
Na-hexameta- foszfát (Calgon)	3; 4; 8; 9; 10; 11; 13; 23; 24; 25; 28; 30; 32; 33; 34; 37; 41; 45; 47; 57	3*	36 kHz; 60 W	27
		4	35 W 100%	39; 44; 49
Na-hexameta- foszfát + Na- bikarbonát	2; 5; 22; 31; 39; 40; 48; 52; 54; 55; 56	4	35 W 75%	43; 55; 56
		5	-	4; 5; 16; 32; 37; 58
Na-pirofoszfát	14; 17; 18; 19; 21; 22; 26; 38; 45; 56; 59	9,6	energy lvl. 4	11
		10	35 kHz	26
Na-pirofoszfát + Na-bikarbonát	15	3–10 (3)	-	31
Na-hidroxid	12; 13; 16	0/ 6/ 8/ 9 (8)	-	10
Na-oxalát	12; 13	0; 2; 4; 6; 8; 10	35 W 75%; 100%	45

\*: mérés közben folyamatos ultrahangos kezelés; több vizsgált időtartam esetén zárójelbe tettük és dőlt betűvel jeleztük a szerzők által javasolt értéket

A vizsgált közlemények (1. táblázat) egyharmada alkalmazott valamiféle roncsolásos előkezelést az aggregátumok kötőanyagainak eltávolítása céljából. Általában az ülepítési módszereknél alkalmazott (szabványosított) előkészítési eljárásoknak megfelelően jártak el (vegyszerek, oldatkoncentrációk megválasztása) – nyilvánvalóan az ülepítési módszerekkel való összehasonlíthatóság céljából.

A vizsgálatok során elsősorban a humuszanyagokat roncsolták el hidrogénperoxidos kezeléssel, ritkábban találoztunk a mész sósavas (esetleg Na-acetátos) kioldásával. Az LDM MÖ méréseket megelőzően az ISO 11277: 2009(E) szabványban javasolt teljes roncsolást (a humusz és mész mellett a vasoxi-hidroxidok kioldása) csak elvétve alkalmazták (2. táblázat).

Kémiai diszpergálást a vizsgált közlemények 72%-ában végeztek az LDM MÖ méréseket megelőzően. Diszpergálószerként legtöbbször nátrium-hexametáfoszfátot (( $\text{NaPO}_3$ )<sub>6</sub>) vagy nátrium-pirofoszfátot ( $\text{Na}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ) használtak (2. táblázat). Ezzel szintén igazodni kívántak az ülepítési módszerekre kidolgozott szabványokhoz (pl. a nemzetközi – ISO 11277:2009(E) az előbbi, míg a hazai szabvány – MSZ-08 0205-78 – az utóbbi alkalmazását írja elő). A diszpergáló oldatok koncentrációját nem minden esetben tüntették fel a szerzők.

A mechanikai diszpergálás során általában a mintát hosszabb-rövidebb ideig tartó, meghatározott erősségű ultrahangos (a továbbiakban UH) kezelésnek vetik alá, melynek során az egyes aggregátumok szétesnek (GENRICH & BREMNER, 1972). Több műszergyártó cég is beépíti az UH-os előkészítő egységet a mérőrendszerébe (1. táblázat). A mérőműszerbe épített vagy hozzá kapcsolt előkészítő egység típusa (pl. az UH-os előkezelő rendszer geometriája), az előkészítés során alkalmazott keverési és szivattyúzási sebesség és az UH kezelés erőssége, illetve hossza egyaránt befolyásolja a mechanikai diszpergálás mértékét, és ezáltal a hatással van a mért MÖ eredményekre (CHAPPELL, 1998; RYŻAK & BIEGANOWSKI, 2011). A gyártók ugyan megadnak beállítási protokollokat a termékeikhez, mely az egyes műszerek, illetve előkészítő egységek esetében eltérő lehet, ez azonban nem teremti meg feltétlenül a mérési eredmények összehasonlíthatóságát.

A 2. táblázatból látható, hogy a közlemények közel fele (~52%-a) nem alkalmazott UH-os előkezelést, vagy nem közölte ennek részleteit. A fennmaradó közleményekben a 30 másodpercestől a 10 perces UH-os diszpergálásig különböző időtartamokat találtunk, azonban a kezelések túlnyomó része három és öt perc közé esett. Még kevesebb az információ az UH-os kezelésekre vonatkozóan (a közlemények ~15%-a). A megadott értékek nehezen összehasonlíthatók, hiszen a készülékek műszerkönyvei sem nyújtanak egyértelmű tájékoztatást az UH-kezelések erősségéről, illetve a beállítható fokozatok jelentéséről.

A 3. táblázatban a mechanikai diszpergálás másik két fontos tényezőjét, az előkészítő egységekbe épített keverő, illetve keringető rendszer szivattyúzási sebességét hasonlítottuk össze. 23 esetben (~39%) találtunk erre vonatkozó információt, főként a Mastersizer 2000 mérőműszer előkészítő egységeire vonatkozóan. A talajvizsgálatok céljára leginkább javasolható Hydro G egység esetében a legtöbbször alkalmazott keverési sebesség 600 rpm (revolutions per minute; az egy percre eső fordulatok számát jelenti), míg a szivattyúzási sebesség 1750 rpm volt. A Hydro MU előkészítő egységen ezzel szemben nem adható meg külön-külön a keverés és a

szívattyúzás sebessége; a legtöbbször a 2500 rpm keverési és szívattyúzási sebességgel találkoztunk a közleményekben.

Sok esetben, a tanulmányok több mint egy harmadánál, a mechanikai és kémiai diszpergálást egyidejűleg alkalmazták (2. és 3. táblázat). Egyes szerzők szerint a hosszú ideig tartó UH-kezelés vagy az UH-kezelés és a diszpergálószeres együttes hatására a már diszpergálódott részecskék újbóli koagulációja figyelhető meg, mely torzíthatja a valós szemcseeloszlási eredményeket (MCCAVE et al., 1986; CHAPPELL, 1998; RYZAK & BIEGANOWSKI, 2011). Amennyiben a mechanikai és kémiai diszpergálást együttesen alkalmazták, felmerült a kezelések sorrendjének kérdése is. A vizsgált közlemények jelentős többségében először a kémiai, majd a mechanikai diszpergálást végezték el. RYZAK és BIEGANOWSKI (2011) tapasztalatai alapján első lépésben a kémiai diszpergálószeres alkalmazása javasolható, majd ezt kell, hogy kövesse egy 5 percnél nem hosszabb idejű ultrahangos diszpergálás.

3. táblázat

Az előkészítő egységek áramlási és keverő sebességének beállításai a vizsgált közleményekben

(1) Előkészítő egység	(2) Keverési sebesség (rpm)	(3) Szívattyúzási sebesség (rpm)	(4) Irodalom kódja
Hydro G (Mastersizer 2000)	600	1750	<b>51</b>
	700	1750	<b>42; 43; 44; 45; 48; 55; 56;</b>
	800	2000	<b>54</b>
Hydro SM (Mastersizer 2000)	1200		<b>50</b>
Hydro MU (Mastersizer 2000)	1500		<b>49</b>
	2500		<b>35; 36; 40; 42; 46; 51; 52;</b>
	1200–3000 (2500)		<b>39</b>
	1600–2500 (2500)		<b>56</b>
	2650		<b>47</b>
	3000		<b>41</b>
Fritsch Analysette 22	3600–4200		<b>20; 23; 24; 25</b>

*Több vizsgált sebesség esetén zárójelbe tettük és dőlt betűvel jeleztük a szerzők által javasolt értéket*

Az áttekintett közlemények közel egyharmada a Fritsch cég Laser Particle Size Analysette 22 műszernek valamelyik változatát használta (pl. KONERT & VANDENBERGHE, 1997; HERNÁDI et al., 2008; FERRO & MIRABILE, 2009; DI STEFANO et al., 2010; 2011; ANTINORO et al., 2012; MADARÁSZ et al., 2012; KUN et al., 2013; KONDRLOVA et al., 2015; CENTERI et al., 2015). A műsértípus egyszerűen kezelhető, az előre beállítható mérési protokolloknak (SOP: Standard Operating Procedures) köszönhetően a minta behelyezése után automatikusan végzi a diszpergálást, a mérést és a mérési jelentés elkészítését (kiértékelést). Felszerelhető nedves

és száraz diszpergálóegységgel, valamint mindkettőhöz automatikus minta előkészítő csatlakoztatható. A műszer az ISO 13320-as mérési protokollal dolgozik, ami nedves diszpergálás esetén a 0,1–2100 µm mérettartomány közé eső részecskék mérését teszi lehetővé. Az 57 elemből álló detektor két szegmensben (függőleges és vízszintes) fogadja a polarizált lézerfényt. A műszerrel egyszerre legfeljebb 110 mérettartomány mérhető. A mérésekhez használt paramétereket (refraktív index, adszorpciós tényező) a szerzők ritkán közlik részletesen, melynek oka feltehetően a műszer által nyújtott teljes automatizálás lehetősége (Fritsch Laser Particle Sizer Analysette 22 NanoTec Measuring Unit Description).

A közlemények szintén közel egyharmada valamilyen Malvern gyártmányú műszert használ az LDM MÖ mérésekhez (pl. MCCAVE et al., 1986; CHAPPELL, 1998; BITTELLI et al., 1999; BIEGANOWSKI et al., 2010; RYŻAK & BIEGANOWSKI, 2011; MAKÓ et al., 2014; LAMORSKI et al., 2014; JOÓ et al., 2015; THOMAS & REDSTEER, 2016). Ezek közül is legtöbbször a Mastersizer 2000 rendszereket alkalmazták. Ezek a műszerek a manuális mérés mellett szintén felkínálják az előre beállítható mérési protokollok használatát. Felszerelhetők többféle nedves (Hydro MU, Hydro G) és egyféle száraz (Scirocco 2000) diszpergáló egységgel. A Mastersizer 2000 műszer mérési tartománya 0,02–2000 µm. A műszer egy vörös hélium-neon lézer, valamint egy kék színű szilárd-test fényforrást tartalmaz (Malvern Operators Guide, 1999).

A vizsgált szakirodalom fennmaradó részében (LOIZEAU et al., 1994; BURMAN et al. 1997; BEUSELINCK et al., 1998; BURMAN et al., 2001; VANCASSTEELE & DE VOS, 2001; ESHEL et al., 2004; ZOBECK, 2004; ARRIAGA et al., 2006; GUZMÁN et al., 2010) a szerzők a Beckman Coulter cég műszereit használták a méréshez, jellemzően az LS széria valamelyik modelljét (többségben az LS230-at). A rendszer 4 tagja (LS100, LS130, LS200, LS230) a mérési határokból tér el egymástól. A műszerhez 3 nedves (Fluid Module, Hazardous Fluid Module, Micro Volume Module) valamint 1 száraz (Dry Powder Module) diszpergáló egység csatlakoztatható. A vörös fényű lézer fényét három, az alacsony, közepes és magas szögben beeső polarizált fény mennyiségét mérő detektor fogja fel. Ezek a gépek nem a legkorszerűbbek, így a beállítások automatizálása nem, vagy kevésbé lehetséges (Coulter LS series Product Manual).

Összesen két közleményben talákoztunk a Horiba műszercsalád termékeinek talajvizsgálati célú alkalmazásával (SEGAL et al., 2009; KOWALENKO & BABUIN, 2013).

A műszertípusok közül talán az Analysette 22 termékcsalád kezelése a legkönnyebben elsajátítható. A Mastersizer 2000 használata kicsit bonyolultabb, viszont a mérések némiképp jobban reprodukálhatóak. A Coulter LS széria tagjai teljesítményükben nem tudják felvenni a versenyt az előző két modellel, előnyük viszont az, hogy ezek a legolcsóbb eszközök.

A tapasztalatok szerint az LDM MÖ mérési eredményeket nagymértékben befolyásolja a vizsgált talajszuszpenzió koncentrációja, vagyis a szuszpenzióban lévő részecskék száma. A mérőrendszerbe adagolt talajminta mennyiségét a szuszpenzió „fénygyengítési mutatója” („obscuration” ~ elhomályosulás) szabja meg, melyet a műszer adagolás közben mér és folyamatosan jelez. A „fénygyengítési mutató” azt

jelzi, hogy a lézerefényt milyen mértékben „homályosítják” el a mérendő talajrészecskék. A Mastersizer 2000 készülék gyártója pl. a 10% és 20% közötti értékeket javasolja: 10% alatt a részecskék száma túl kicsi ahhoz, hogy megbízható eredményeket kapjunk, míg a 20% feletti érték esetében a nagyszámú részecske miatt a lézerefény másodlagos fénytörése következhet be, ami az LDM MÖ mérések hibájához vezethet (Malvern Operators Guide, 1999).

A vizsgált közlemények ~36%-a közölte a vizsgált talajszuszpenzió „fénygyengítési mutatóját”, mely az esetek nagy részében a fenti tartományon belül esett (4. táblázat).

4. táblázat

A talajszuszpenzió „fénygyengítési” tartománya (*obscuration*) a mérések során a vizsgált közleményekben

(1) „Fénygyengítési mutató” ( <i>obscuration</i> ) (%)	(2) Irodalom kódja
~10	6; 7; 12; 13;
10 ± 3	9
7 – 13	30
7 – 15	22
8 – 10	5; 50
8 – 12	14
10 – 20*	35; 36; 38; 39; 42; 43; 49; 51
~20	54
18 – 25	46
~45	34

\* a gyártó ajánlása (MALVERN OPERATORS GUIDE, 1999)

A mérési idő hosszának megválasztása is hatással lehet a mért LDM MÖ értékekre. A hosszabb mérési idő alatt a detektorok több „felvételt” készítenek, ami statisztikailag csökkenti a mérési bizonytalanságot. Másrészt a rutin sorozatvizsgálatok elvégzése a mérési időtartamának a lecsökkentését kívánja meg. A Mastersizer 2000 készülék 1–131 s közt teszi lehetővé a mérési idő beállítását. A szakirodalom sajnos csak elvétve közöl információkat a mérések időtartamáról (pl. GOOSSENS et al., 2014; SOCHAN et al., 2014). RYZAK és BIEGANOWSKI, 2011) vizsgálatai szerint a Mastersizer 2000 mérőeszköz esetében 30 s mérési idő (30 s vörös fényben és 30 s kék fényben) már reprezentatív mérésekre nyújtott lehetőséget.

Két különböző diffrakciós modell szerint számolható a részecskék méret szerinti eloszlása a diffrakciós képből: a Fraunhofer-közelítés és a Mie-elmélet alapján (DE BOER et al., 1987; DI STEFANO et al., 2010). Mindkét elmélet gömbszerű szemcséket feltételez. Nem gömbszerű szemcsék esetében egy azzal egyenértékű, gömbszerű szemcsékre vonatkozó részecskeméret eloszlást kapunk.

A Fraunhofer-közelítés esetében az abszorpciós és refrakciós indexek közti különbségek hatásai elhanyagolhatóak, míg a Mie-elmélet alkalmazásakor a részecskék ásványi összetételétől függő refrakciós index (törésmutató) és abszorpciós in-

dex értékeit meg kell adnunk (becsülnünk) (ESHEL et al., 2004). (Egy optikai közeg refrakciós indexe vagy törésmutatója (RI) a fény vákuumban mért sebességének ( $c = 299\,792\,458$  m/s) és a fény adott optikai közegben mért fázissebességének ( $v$ ) a hányadosa. Levegő esetében ennek értéke 1,000293. Az abszorpciós index vagy elnyelési tényező egy olyan viszonyszám, ami megmutatja, hogy az adott felületre merőlegesen érkező fénysugarakból mekkora az elnyelődés mértéke: amennyiben ez a szám 1, akkor a beérkező fénysugarakat az anyag teljes mértékben elnyelte (HIRLEMANN et al., 1984).) A Fraunhofer-közelítés esetében a részecskék lényegesen nagyobbak, mint a fény hullámhossza, azaz ilyenkor a szórási képet legfőképpen a fény elhajlása (diffrakció) hozza létre. Ilyenkor a részecskék méretére vonatkozó információkat a szemcsék felületén megtört fény kis elhajlási szögei ( $<35^\circ$ ) szolgáltatják. A Mie-elmélet használata akkor javasolható, ha a fény hullámhossza kisebb, vagy megközelítőleg ugyanakkora, mint a mérendő részecskék mérete. Minél kisebb egy részecske, annál nagyobb hatással van jelen a szórási kép létrejöttében a fénytörés (refrakció) és a fényelnyelés (abszorpció). Speciális esetben a szórási kép Mie-elmélet szerinti értelmezése tartalmazza a Fraunhofer-elhajlást is; így a Mie-elmélet használható a talajrészecskék teljes mérettartományában (DE BOER et al., 1987).

A szemeloszlási görbék számolásához szükséges mérőműszer-beállítások (Fraunhofer vagy Mie diffrakciós modell kiválasztása, az abszorpciós vagy a fénytörési mutatók megadása) alapvetően megváltoztathatják az eredményeket – azonban ezek a paraméterek a mérések után szabadon megváltoztathatók és az eredmények igény szerint újra számolhatók (KERRY et al., 2009; ÖZER et al., 2010; RYZAK & BIEGANOWSKI, 2011; KONDRLOVA et al., 2015).

A Fraunhofer-közelítés használata esetén mentesülünk az optikai paraméterek (refrakció, abszorpció) pontatlan megválasztása folytán fellépő hibalehetőségektől. Ez a modell azonban – a fentiek alapján – csak az  $50\ \mu\text{m}$  feletti szemcseméretű homogén minták esetén ad megfelelő eredményt. Mivel a legtöbb talajminta szemcsemérete igen heterogén (polidiszperz minták), ezért viszonylag szűk az a mintatartomány, ahol a Fraunhofer-közelítést nagy biztonsággal tudjuk alkalmazni (WEINER, 1984). A Mie-elmélet alkalmazásával pontosabb MŰ eredményeket kapunk a nagyobb agyagtartalommal rendelkező talajokra (DE BOER et al., 1987). E modell használata esetén azonban rendkívül fontos, hogy az optikai paramétereket a lehető legpontosabban határozzuk meg, állítsuk be a mérési eredmények kiértékelése során. Mivel egy talajminta általában nem azonos optikai tulajdonságú szemcséket tartalmaz, az egységes beállítások használata óhatatlanul mérési pontatlanságokhoz vezet. A vizsgált közlemények közel 72%-ban tájékoztatást nyújtanak az alkalmazott optikai modellről. Túlnyomó részük a Mie-elmélet szerint számolta a részecskék megoszlását (5. táblázat).

5. táblázat  
Az optikai modell megválasztása a vizsgált közleményekben

(1) Optikai modell	(2) Irodalom kódja
Mie	6; 7; 8; 9; 10; 12; 13; 14; 21; 29; 30; 34; 35; 37; 41; 42; 43; 44; 45; 46; 48; 51; 52; 53; 54; 55; 56
Fraunhofer	2; 5; 17; 25; 26; 32
Mie & Fraunhofer	1; 19; 23; 24; 28; 36; 38; 39; 49

A vizsgált közleményekben a Mie-elmélet alkalmazása során a műszerbeállítások jellemzően 1,5 körüli szilárd fázisra vonatkoztatott refrakciós index (törésmutatóval; RI) és 0,1 körüli adszorpciós index (AI) voltak (6. táblázat).

6. táblázat  
Az optikai paraméterek megválasztása a vizsgált közleményekben

(1) Abszorpciós index (AI)	(2) Irodalom kódja	(3) Szilárd fázis törésmutatója (RI)	(2) Irodalom kódja
0	1; 36; 50; 51	1,15	32
0,001	10; 38; 52	1,42	52
0,01	12; 13; 41	1,50	13
0,1	34; 35; 42; 43; 44; 46; 48; 53; 55; 58	1,52	16; 42; 43; 44; 45; 48; 51; 55
0,2	8	1,53	34; 37; 54; 58
0/ 0,01/0,1/ 1 (I)	39	1,54	50
0,1/ 0,2	30	1,55	41; 53
0,01/ 0,1/ 1	45	1,56	6; 7; 9
0,001-0,2 (0,1-0,2)	28	1,57	36; 38
0,001/ 0,01/ 0,05/ 0,1/ 1 (I)	49	1,58	35; 46
0,15, 0,20	6; 7	1,40–1,54 (1,42)	10
0/ 0,1/ 1 (0,1)	56	1,48–1,71; 2,9 – 3,2 (1,50)	8
		1,3–1,8 (1,50)	28
		1,45–1,65	1
		1/ 1,2/ 1,52/ 1,7/ 2 (1,52)	49
		1,44/ 1,50	30
		1,45–1,70 (1,50–1,60)	12
		1,43–3,22 (1,5–1,6)	39
		1,5, 1,6 (1,53)	24; 25

Több vizsgált AI és RI esetén zárójelbe tettük és dőlt betűvel jeleztük a szerzők által javasolt értéket

Egyes szerzők hangsúlyozták, hogy a lézeres szemcsemérés tekintetében a refrakciós index értéke inkább standardizálható, míg az abszorpciós index megfelelő megválasztása inkább talajminta-függő (RYŽAK & BIEGANOWSKI, 2011; GOOSSENS et al., 2014).

*Az LDM MÖ mérések eredményeinek összehasonlítása más módszerekkel kapott eredményekkel – a konverzió lehetőségei*

A LDM MÖ vizsgálatok során kapott részecskeméret eloszlások eltérhetnek a szitálással és az ülepitéses módszerek valamelyikével kapott eloszlásoktól. Bőséges szakirodalom áll rendelkezésre, mely az LDM és a pipettás módszerrel kapott MÖ vizsgálati eredményeket (pl. LOIZEAU et al., 1994; KONERT & VANDENBERGHE, 1997; MUGGLER et al., 1997; BEUSELINCK et al., 1998; BUURMAN et al., 2001; VANDECASTEELE & DE VOS, 2001; XU & DI GUIDA, 2003; ESHELE et al., 2004; ARRIAGA et al., 2006; HERNÁDI et al., 2008; TAUBNER et al., 2009; KUN et al., 2013; YANG et al., 2015; MAKÓ et al., 2016a;b; FISHER et al., 2017), vagy a hidrométeres mérések és a LDM mérések eredményeit (pl. RYŽAK et al., 2004; FERRO & MIRABLE, 2009; SEGAL et al., 2009; RYŽAK & BIEGANOWSKI, 2010; LAMORSKI et al., 2014; FENTON et al., 2015) hasonlítja össze. A szerzők általában egyetértenek abban, hogy a LDM többé-kevésbé kisebb mennyiségű agyagtartalmat és nagyobb arányú portartalmat mér, mint az ülepitéses módszerek. A mért homoktartalmakban általában nincs számottevő eltérés.

A lézerdiffrakcióval mért kisebb agyagtartalmakat általában az agyagfrakciót alkotó talajrészecskék gömbszerűtől való eltérő alakjával magyarázzák (MATSUYAMA & YAMAMOTO, 2004; BLOTT & PYE, 2006; FEDOTOV et al., 2007; POLAKOWSKI et al., 2014). Azt azonban szintén megállapítják, hogy az eltérő műszertípusok, műszerbeállítások, az előkezelési módszerek bizonytalanságai megnehezítik a mérési eredmények összehasonlítását, a módszerek közti konverziós technikák kidolgozását (RYŽAK & BIEGANOWSKI, 2011; MADARÁSZ et al., 2012; SOCHAN et al., 2012; CENTERI et al., 2015).

KONERT és VANDENBERGHE (1997) véletlenszerűen kiválasztott holland talajmintákon végzett mérései és számításai szerint a pipettás eljárással mért 2 µm alatti agyagtartalom a lézeres mérések esetén a 8 µm alatti tartománynak feleltethető meg. A 8 µm-es agyag/por mérettartomány határ alkalmazását azután rájuk hivatkozva több szerző is átvette (pl. FENTON et al., 2015). A két módszer pontos szemcseméret-tartomány megfeleltetése azonban még mindig a vitatott kérdések közé tartozik. VANDECASTEELE és DEVOS (2001) belga talajadatbázison végzett összehasonlító elemzése szerint a 0–6 µm-es LDM agyagfrakció mutatta a legpontosabb egyezést a 0–2 µm-es, pipettás mérésekből származó agyagtartalmakkal. PABST és munkatársai (2000) kaolin és egyéb típusú agyagok vizsgálata során a 3–5 µm-es LDM agyag/por mérettartomány határ megválasztását találta a legpontosabbnak a pipettás mérésekkel való összehasonlításhoz. BUURMAN és munkatársai (2001) megállapították, hogy a 2 és 8 µm közötti tartományban üledéktípusonként külön-külön elvégzett statisztikai összehasonlító elemzésekkel állapítható csak meg pontosan a legalkalmasabb LDM agyag/por mérettartomány határ. Meszes alapközeten



kialakult talajok esetében a LDM méréseknél KERRY és munkatársai (2009) az agyag felső határának a 4  $\mu\text{m}$ -t javasolták. Hazai nagyszámú (157 db) talajmintán végzett összehasonlító elemzés eredményei alapján ezt a határt 6,6  $\mu\text{m}$  (később pontosítva: 7  $\mu\text{m}$ ) értéknél állapították meg (BARNA et al., 2015; MAKÓ et al., 2016b;c).

#### *Aggregátum-stabilitás mérések lézerdiffrakciós mérés technikával*

A talajok szerkezetessége olyan fontos tulajdonság, mely alapvetően meghatározza azok mechanikai, hidrológiai, mikrobiológiai és ezáltal tápanyaggazdálkodási, termékenységű sajátságait. A talaj aggregátum-stabilitása arról ad tájékoztatást számunkra, hogy a szerkezeti tulajdonságok hogyan változnak az idő függvényében különféle degradációs hatásokra (pl. talajművelő eszközök mechanikai, eső vagy öntözővíz szétiszapoló hatása), illetve milyen egy adott talaj víz- vagy szélerózióra való hajlama. Az aggregátumok stabilitásának vizsgálatát úgy végezzük, hogy az egyes aggregátumokat ismert nagyságú romboló erőnek vetjük alá, majd megmérjük az ennek hatására épen maradt aggregátumok mennyiségét és tömegét.

#### *7. táblázat*

Aggregátum-stabilitási mérések lézerdiffrakciós mérés technikával a szakirodalomban – készülék típusonként és előkészítő egységenként rendszerezve

(1) Készülék típusa	(2) Előkészítő egység	(3) Vizsgált minta típusa (mintaszám)	(4) Irodalom
B.-Coulter LS 230	-	spanyol talajok (vízgyűjtő) (20)	AMÉZKETA et al., 2003.
	-	USA vályog fizikai féleségű talaj	FRISTENSKY & GRISMER, 2009.
B.-Coulter LS 13320	-	Kelet-angliai talajok (vízgyűjtő) (30)	RAWLINS et al., 2013.
Mastersizer 2000	Hydro MU	lengyel erdőtalajok, glejes talajok, csernozjom talajok (3)	BIEGANOWSKI et al., 2010.
	Hydro MU	USA és ausztrál talajminták (7)	MASON et al., 2011.
	-	spanyol talajok (3)	VIRTO et al., 2011.
	Hydro G	lössön képződött barna erdőtalajok (különbféle kezelések után)	JOZEFACIUK & CZACHOR, 2014.
	-	USA erdő- és csernozjom talajok; eolikus üledékek	MASON et al., 2016.
Cilas 1180	-	tartamkísérletek talajai (Acrisols)	BORTOLUZZI et al., 2010.
Fritsch Analysette 22	-	orosz csernozjom talaj (10)	SHEIN et al., 2006.

Az aggregátum-stabilitás mérésére számos módszer található a szakirodalomban, a legelterjedtebb az ún. nedves szitálásos módszerek valamelyik változata (pl.

KEMPER & ROSENAU, 1986; LE BISSONNAIS, 1996). Előnyük, hogy azonos módszerrel előkészített, azonos mérési körülmények között mért minták esetén egymással összehasonlítható értékeket kapunk. A nedves szitálási módszerek legfőbb korlátjai, hogy elsősorban a makroaggregátumok stabilitásának mérésére alkalmasak, a stabil aggregátumokat csak néhány meghatározott mérettartományban képesek mérni, a szétiszapolódott részecskék további szemcseméret-eloszlását nem tudják vizsgálni, illetve – nem utolsósorban – rendkívüli módon munkaigényesek.

A lézeres szemcseeloszlás vizsgálatok módszertana az aggregátum-stabilitás mérések fenti korlátait részben képes kiküszöbölni, bár talajfizikai alkalmazása korántsem terjedt el még annyira, mint a LDM MÖ vizsgálatoké (7. táblázat).

### Összefoglalás

A lézerdiffrakciós szemcseanalízis egy korszerű módszer a talajmechanikai vizsgálatokban, ám egy egységes mérési szabvány bevezetése (akár műszerhez köthetően) nagymértékben növelné a mérések reprodukálhatóságát. A mérések tekintetében kiemelt szerepe van az előkészítő módszereknek (talajszerkezetet kialakító kötőanyagok roncsolása, elemi szemcsék diszpergálása), azonban ezen a téren is hiányzik az egységes szabványosítás. A tanulmányozott közlemények alapján megállapítható, hogy mind az optimális mintaelőkészítési módszer, mind pedig a legmegfelelőbb műszerbeállítás nagymértékben függ a mérni kívánt minta fizikai és kémiai sajátosságaitól. A mérési eredmények hagyományos ülepitéses módszerrel kapott eredményekkel történő összehasonlítására szolgáló konverziós módszerek (frakció mérethatárváltások, illetve konverziós egyenletek) használhatósága is talajminta- és LDM vizsgálati módszer-függő. A lézeres szemcseanalízis alkalmazása a talajok aggregátum-stabilitás vizsgálata során ígéretes módszertani lehetőség, ám a mérések értelmezése és az összehasonlíthatóság megteremtése végett ezen a téren is elkerülhetetlen a szabványosítás.

**Kulcsszavak:** lézerdiffrakció, mechanikai összetétel, aggregátum-stabilitás, konverziós lehetőségek, talajfizikai szabványok

Kutatásunkat T048302 sz. OTKA és a K119475 sz. NKFI pályázatok és az Emberi Erőforrások Minisztériuma Új Nemzeti Kiválóság Programjának támogatásával végeztük.

### Irodalom

- ALLEN, T. A., 1990. Particle size measurement. 4<sup>th</sup> ed., Chapman and Hall. London.
- AMÉZKETA, E., ARAGÜÉS, R., CARRANZA, R. & URGEL, B., 2003. Macro- and micro-aggregate stability of soils determined by a combination of wet-sieving and laser-ray diffraction. Spanish Journal of Agricultural Research. **1** (4), 83–94.
- ANTINORO, C., BAGARELLO, V., FERRO, V., GIORDANO, G. & IOVINO, M., 2012. Testing the shape-similarity hypothesis between particle-size distribution and water retention for Sicilian soils. Journal of Agricultural Engineering. **43**. 114–122.

- ARRIAGA, F. J., LOWERY, B. & MAYS, M. D., 2006. A fast method for determining soil particle size distribution using laser instrument. *Soil Sci.* **171**, 663–674.
- BALASHOV, E., KREN, J. & PROCHAZKOVA, B., 2010. Influence of plant residue management on microbial properties and water-stable aggregates of two agricultural soils. *Int. Agrophys.* **24**, 9–14.
- BALÁZS, R., NÉMETH, T., MAKÓ, A., KOVÁCS KIS, V. & KERESZTES, M., 2011. A mechanikai összetétel meghatározása során alkalmazott minta-előkészítés talajásványtani hatása. In: *LIII. Georgikon Napok konferenciakiadványa*. Keszthely. 2011. Szept. 29–30. 73–83.
- BARNA, GY., SZABÓ, J., BAKACSI, ZS., KOÓS, S., LÁSZLÓ, P., HAUK, G., RAJKAI, K. & MAKÓ, A., 2015. Effect of particle size limit values on predicted soil hydraulic conductivity. In *Proc. of "Transport of Water, Chemicals and Energy in the Soil-Plant-Atmosphere System". 22<sup>nd</sup> Poster day* (Ed.: ČELKOVÁ, A. ). Institute of Hydrology of SAS. Bratislava, November 12, 2015. 16–23.
- Beckman Coulter: Users manual for Beckman-Coulter LS Series. Brea, California, USA: [www.beckmancoulter.com](http://www.beckmancoulter.com)
- BEUSELINCK, L., GOVERS, G., POESEN, J., DEGRAER, G. & FROYEN, L., 1998. Grain-size analysis by laser diffractometry: comparison with the sieve-pipette method. *Catena*. **32**, 193–208.
- BIEGANOWSKI, A., CHOJECKI, T., RYŻAK, M., SOCHAN, A. & LAMORSKI, K., 2013. Methodological aspects of fractal dimension estimation on the basis of particle size distribution. *Vadose Zone J.* **12** (1). 1–9.
- BIEGANOWSKI, A., ŁAGÓD, G., RYŻAK, M., MONTUSIEWICZ, A., CHOMCZYŃSKA, M. & SOCHAN, A., 2012. Measurement of activated sludge particle diameters using laser diffraction method. *Ecological Chemistry and Engineering S.* **19**, 597–608.
- BIEGANOWSKI, A., RYŻAK, M. & WITKOWSKA-WALCZAK, B., 2010. Determination of soil aggregate disintegration dynamics using laser diffraction. *Clay Miner.* **45**, 23–34.
- BITTELLI, M., CAMPBELL, G. S. & FLURY, M., 1999. Characterization of particle-size distribution in soils with fragmentation model. *Soil Sci. Soc. Am. J.* **63**, 782–788.
- BLOTT, S. J. & PYE, K., 2006. Particle size distribution analysis of sand-sized particles by laser diffraction: an experimental investigation of instrument sensitivity and the effect of particle shape. *Sedimentology*. **53**, 671–685.
- BOOTH, A. C., FULLEN, M. A., JANKAUSKAS, B. & JANKAUSKIENĖ, G., 2003. International calibration of the textural properties of Lithuanian eutric albeluvisols. *Žemės ūkio mokslai*. **4**, 3–10.
- BORTOLUZZI, E. C., POLETO, C., BAGINSKI, Á. J. & DA SILVA, V. R., 2010. Aggregation of subtropical soil under liming: a study using laser diffraction. *Rev. Bras. Ciênc. Solo*. **34** (3). 725–734.
- BOUMA, J., 1989. Using soil survey data for quantitative land evaluation. In: *Advances in Soil Science* (Ed.: STEWART, B. A.). 177–213.
- BRZEZIŃSKA, M., NOSALEWICZ, M., PASZTELAN, M. & WŁODARCZYK, T., 2012. Methane production and consumption in loess soil at different slope position. *Scientific World J.*, Article ID 620270.
- BUAH-BASSUAH, P. K., EUZZOR, S., FRANCINI, F., QUANSAH, G. W. & SANSONI, P., 1988. Soil textural classification by a photosedimentation method. *Appl. Opt.* **37**, 586–593.

- BUDHU, M., GIESE, R. F., CAMPBELL, G. JR. & BAUMGRASS, L., 1991. The permeability of soils with organic fluids. *Canadian Geotechnical Journal*. **28**. 140–147.
- BUURMAN, P., PAPE, TH., & MUGGLER, C. C., 1997. Laser grain-size determination in soil genetic studies. 1. Practical problems. *Soil Sci.* **162**. 211–218.
- BUURMAN, P., PAPE, TH., REIJNEVELD, J. A., DE JONG, F. & VAN GELDER, E., 2001. Laser diffraction and pipette-method grain sizing of Dutch sediments: correlation for fine fractions of marine, fluvial, and loess samples. *Geologie en Mijnbouw/Netherlands Journal of Geosciences*. **80**. 49–57.
- BÜRKHOLZ, A. & POLKE, R., 1984. Laser diffraction spectrometers/Experience in particle size analysis. *Part. Part. Syst. Charact.* **1**. 153–160.
- CENTERI, CS., SZALAI, Z., JAKAB, G., BARTA, K., FARSANG, A., SZABÓ, SZ. & BÍRÓ, ZS., 2015. Soil erodibility calculations based on different particle size distribution measurements. *Hun. Geo. Bull.* **64**. 17–23.
- CHAPPELL, A., 1998. Dispersing sandy soil for the measurement of particle size distributions using optical laser diffraction. *Catena*. **31**. 271–281.
- CLIFTON, J., MCDONALD, P., PLATER, A. & OLDFIELD, F., 1999. An investigation into the efficiency of particle size separation using Stokes' measurement. *Earth Surf. Process. Landf.* **24**. 725–730.
- COOPER, L. R., HAVERLAND, R. L., HENDRICKS, D. M. & KNISEL, W. G., 1984. Microtrac particle-size analyzer: an alternative particle-size determination method for sediment and soils. *Soil Sci.* **138** (2). 138–146.
- CZIBULYA, ZS., TOMBÁ CZ, E., SZEGI, T., MICHÉ LI, E. & ZSOLNAY, Á., 2010. Standard state of soil dispersions for rheological measurements. *Appl. Clay Sci.* **48**. 594–601.
- DE BOER, G. B. J., DE WEERD, C., THOENES, D. & GOOSSENS, H. W. J., 1987. Laser diffraction spectrometry: Fraunhofer versus Mie scattering. *Part. Part. Syst. Charact.* **4**. 14–19.
- DI GLÉRIA, J., KLIMES-SZMIK, A. & DVORACSEK, M., 1957. *Talajfizika és Talajkolloidika*. Akadémiai Kiadó, Budapest.
- DI STEFANO, C., FERRO, V. & MIRABILE, S., 2010. Comparison between grain-size analyses using laser diffraction and sedimentation methods. *Biosyst. Eng.* **106**. 205–215.
- DI STEFANO, C., FERRO, V. & MIRABILE, S., 2011. Testing the grain-size distribution determined by laser diffractometry for sicilian soils. *Journal of Agricultural Engineering*. **3**. 39–46.
- DRAGUN, J., 1998. *The soil chemistry of hazardous materials*. 2<sup>nd</sup> ed. Amherst. Massachusetts.
- ERTLI, T., MARTON, A. & FÖLDÉNYI, R., 2004. Effect of pH and the role of organic matter in the adsorption of isoproturon on soils. *Chemosphere*. **57**. 771–779.
- ESHÉL, G., LEVY, G. J., MINGELGRIN, U. & SINGER, M. J., 2004. Critical evaluation of the use of laser diffraction for particle-size distribution analysis. *Soil Sci. Soc. Am. J.* **68**. 736–743.
- FEDOTOV, G. N., SHEIN, E. V., PUTLYAEV, V. I., ARKHANGEL'SKAYA, T. A., ELISEEV, A. V. & MILANOVSKII, E. YU., 2007. Physicochemical bases of differences between the sedimentometric and laser-diffraction techniques of soil particle-size Analysis. *Eurasian Soil Sci.* **40** (3). 281–288.

- FENTON, O., VERO, S., IBRAHIM, T. G., MURPHY, P. N. C., SHERRIFF, S. C. & HÜALLACHÁIN, D. Ó., 2015. Consequences of using different soil texture determination methodologies for soil physical quality and unsaturated zone time lag estimates. *J. Contam Hydrol.* **182**. 16–24.
- FERRO, V. & MIRABILE, S., 2009. Comparing particle size distribution analysis by sedimentation and laser diffraction method. *Journal of Agricultural Engineering* **2**. 35–43.
- FISHER, P., AUMANN, C., CHIA, K., O'HALLORAN, N. & CHANDRA, S., 2017. Adequacy of laser diffraction for soil particle size analysis. *PLoS ONE*. **12**. (5). e0176510.
- FRISTENSKY, A. J. & GRISMER, M. E., 2009. Evaluation of ultrasonic aggregate stability and rainfall erosion resistance of disturbed and amended soils in the Lake Tahoe Basin, USA. *Catena*. **79**. 93–102.
- FRITSCH: Users manual for Fritsch Laser Particle Sizer Analysette 22 Nanotec Measuring Unit. Idar-Oberstein, D: FRITSCH GmbH – Sizing and Milling [www.fritsch-international.com](http://www.fritsch-international.com)
- GANTENBEIN, D., SCHOELKOPF, J., MATTHEWS, G. P. & GANE, P. A. C., 2011. Determining the size distribution-defined aspect ratio of platy particles. *Appl Clay Sci.* **53** (4). 544–552.
- GEE, G. W. & BAUDER, J. W., 1986. Particle-size analysis. In: *Methods of soil analysis. Part 1.* (Ed.: KLUTE, A.) 2<sup>nd</sup> ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI. 383–411.
- GENRICH, D. A. & BREMNER, J. M., 1972. A reevaluation of the ultrasonic vibration method of dispersing soils. *Soil Sci. Soc. Amer. Proc.* **36**. 944–947.
- GOOSSENS, D., 2008. Techniques to measure grain-size distributions of loamy sediments: a comparative study of ten instruments for wet analysis. *Sedimentology*. **55**. 65–96.
- GOOSSENS, D., BUCK, J., TENG, Y., ROBINS, C. & GOLDSTEIN, H. L., 2014. Effect of sulfate and carbonate minerals on particle-size distributions in arid soils. *Soil Sci. Soc. Am. J.* **78**. 881–893.
- GUZMÁN, G., GÓMEZ, J. A. & GIRÁLDEZ, J. V., 2010. Measurement of particle size distribution of soil and selected aggregate sizes using the hydrometer method and laser diffractometry. *Geophysical Research Abstracts* Vol. 12, EGU2010-4422-1.
- HAJNOS, M., LIPIEC, J., SWIEBODA, R., SOKOŁOWSKA, Z. & WITKOWSKA-WALCZAK, B., 2006. Complete characterization of pore size distribution of tilled and orchard soil using water retention curve, mercury porosimetry, nitrogen adsorption, and water desorption methods. *Geoderma*. **135**. 307–314.
- HALL, A. D., 1904. The mechanical analysis of soils and the composition of the fractions resulting therefrom. *J. Chem. Soc. Trans.* **85**. 950–963.
- HAMAMOTO, S., MOLDRUP, P., KAWAMOTO, K. & KOMATSU, T., 2009. Effect of particle size and soil compaction on gas transport parameters in variably saturated, sandy soils. *Vadose Zone J.* **8**. 986–995.
- HERNÁDI, H., MAKÓ, A., BIEGANOWSKI, A. & RYŻAK, M., 2012. Talajminták különböző szabványok szerint előkészített szemcseösszetételének meghatározása ülepítéssel és optikai eljárással. *Talajvédelem Különszám.* 227–236.
- HERNÁDI, H., MAKÓ, A., KUCSERA, S., SZABÓNÉ KELE, G. & SISÁK, I., 2008. A talaj mechanikai összetételének meghatározása különböző módszerekkel. *Talajvédelem Különszám.* 105–114.

- HIRLEMAN, E. D., OEEHSK, V. & CHIGIER, N. A., 1984. Response characteristics of laser diffraction particle size analysers: optical sample volume extent and lens effects. *Opt. Eng.* **23**. 610–619.
- ISO 11277: 2009 (E). Soil quality – Determination of particle size distribution in mineral soil material – Method by sieving and sedimentation. International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland.
- ISO 13320: 1999. Particle size analysis – laser diffraction methods – part 1. International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland.
- JACKSON, M. L., 1958. Soil chemical analysis. Prentice Hall. Englewood Cliffs, N.J.
- JENA, R. K., JAGADEESWARAN, R. & SIVASAMY, R., 2013. Analogy of soil parameters in particle size analysis through laser diffraction techniques. *Indian Journal of Hill Farming*. **26**. 79–83.
- JOÓ, SZ., TÓTH, J. & FÖLDÉNYI, R., 2015. Characterization of salt- and surfactant-containing sandy soil extracts by laser light methods. *International Agrophysics* **29**. 291–298.
- JOZEFACIUK, G. & CZACHOR, H., 2014. Impact of organic matter, iron oxides, alumina, silica and drying on mechanical and water stability of artificial soil aggregates. Assessment of a new method to study water stability. *Geoderma*. **221-222**. 1–10.
- KEMPER, W. D. & ROSENAU, R. C., 1986. Aggregate stability and size distribution. In: *Methods of Soil Analysis, Part 1*. (Ed.: KLUTE, A.). 2<sup>nd</sup> ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI. 425–442.
- KENKILÄ, J., 2005. The laser diffraction grain size analysis of late miocene floodplain sediments from lantian, in Shaanxi Province, Northern China. Master's thesis. University of Helsinki. Department of Geology Faculty of Mathematics and Natural Sciences. Helsinki
- KERRY, R., RAWLINS, B. G., OLIVER, M. A. & LACINSKA, A. M., 2009. Problems with determining the particle size distribution of chalk soil and some of their implications. *Geoderma*. **152**. 324–337.
- KONDRLOVA, E., IGAZ, D. & HORAK, J., 2015. Effect of calculation models on particle size distribution estimated by laser diffraction. *The Journal of Ege University Faculty of Agriculture. Special Issue*. 21–27.
- KONERT, M. & VANDENBERGHE, J., 1997. Comparison of laser grain size analysis with pipette and sieve analysis: a solution for the underestimation of the clay fraction. *Sedimentology*. **44**. 523–535.
- KOWALENKO, C. G. & BABUIN, D., 2013. Inherent factors limiting the use of laser diffraction for determining particle size distributions of soil and related samples. *Geoderma*, **193-194**. 22–28.
- KUN, Á., KATONA, O., SIPOS, GY. & BARTA, K., 2013. Comparison of pipette and laser diffraction methods in determining the granulometric content of fluvial sediment samples. *Journal of Environmental Geography*. **6**. 49–54.
- KURÁŽ, V., FROUZ, J., KURÁŽ, M., MAKÓ, A., ŠUSTR, V., CEJPEK, J., ROMANOV, O. V. & ABAKUMOV, V., 2012. Changes in some physical properties of soils in the chronose-quence of self-overgrown dumps of the Sokolov quarry–dump complex, Czechia. *Eurasian Soil Sci.* **45**. (3) 266–272.

- 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. *J. Plant Nutr. Soil Sci.* **177**. 803–813.
- LE BISSONNAIS, Y., 1996. Aggregates stability and assessment of soil crustability and erodibility: I. Theory and methodology. *Eur. J. Soil Sci.* **47**. 425–437.
- LIU, T. K., ODELL, R. T., ETTER, W. C. & THORNBURN, T. H., 1966. Comparison of clay contents determined by hydrometer and pipette methods using reduced major axis analysis. *Soil Sci. Soc. Am. Proc.* **30**. 665–669.
- LOIZEAU, J-L., ARBOUILLE, D., SANTIAGO, S. & VERNET J-P., 1994. Evaluation of a wide range laser diffraction grain size analyzer for use with sediments. *Sedimentology*. **41**. 353–361.
- LOVELAND, P. J. & WHALLEY, W. R., 1991. Particle size analysis. In: *Soil and environmental analysis, physical methods* (Eds.: SMITH, K. A. & MULLINS, C. E.). Marcel Dekker Inc. New York. 281–314.
- LU, N., RISTOW, G. H. & LIKOS, W. I., 2000. The Accuracy of hydrometer analysis for fine-grained clay particles. *Geotech. Test. J.* **23**. 487–495.
- MA, Z., MERKUS, H. G., DE SMET J. G. A. E., HEFFELS, C. & SCARLETT, B., 2000. New developments in particle characterization by laser diffraction: size and shape. *Powder Technology*. **111**. 66–78.
- MADARÁSZ, B., JAKAB, G., SZALAI, Z. & JUHOS, K., 2012. Lézeres szemcseösszetétel elemzés néhány előkészítő eljárásának vizsgálata nagy szervesanyag-tartalmú talajokon. *Agrokémia és Talajtan*. **61**. 381–398.
- MAKÓ, A., HERCZEG, E., F. KARDOS, A., TÓTH, J., HAUK, G., RAJKAI, K., HERNÁDI, H., VARGA, T. & BARNA, GY., 2016a. Methodological experiences of particle size distribution analysis by laser diffraction method. In: 23<sup>rd</sup> International Poster Day. Bratislava, 10<sup>th</sup> November 2016. 98–107.
- MAKÓ, A. & HERNÁDI, H., 2010. A talajok szemcseösszetételének vizsgálata során alkalmazott különböző előkészítési módszerek összehasonlító értékelése. In: *Mérnökgeológia, kőzetmechanika* (Szerk.: TÖRÖK Á. & VÁSÁRHELYI B.). Műegyetemi Kiadó, Budapest. 101–108.
- MAKÓ, A., MÁTÉ, F., TÓTH, M., LÁSZLÓ, K. & NÉMETH, T., 2002. A különböző szabványos módszerek szerint mért agyagtartalom és néhány egyéb talajfizikai paraméter összefüggésének vizsgálata. XVI. Országos Környezetvédelmi Konferencia és Szakkiállítás. Siófok. 2002. szeptember 11-13. 231–239.
- MAKÓ, A., RAJKAI, K., HERNÁDI H. & HAUK G., 2014. Comparison of different settings and pre-treatments in soil particlesize distribution measurement by laser-diffraction method. *Agrokémia és Talajtan*. **63**. 19–28.
- MAKÓ, A., SZABÓ, J., BAKACSI, ZS., KOÓS, S., HAUK, G., JANEK, H., RAJKAI, K. & BARNA, GY., 2016b. Applicability of laser diffraction analyses in soil physics practice. *Review on Agriculture and Rural Development*. **5**. 32–37.
- MAKÓ, A., TÓTH, B., RAJKAI, K., SZABÓ, J., BAKACSI, Zs. & BARNA, Gy., 2016c. Particle size distribution measurements by laser diffraction method in practical soil physics. Abstract book of 11<sup>th</sup> International Conference on Agrophysics. 26-28 September 2016, Lublin, Poland. 148.
- MALVERN OPERATORS GUIDE, 1999. Malvern Press, Malvern, UK.

- MASON, J. A., GREENE, R. S. & JOECKEL, R. M., 2011. Laser diffraction analysis of the disintegration of aeolian sedimentary aggregates in water. *Catena*, **87**. 107–118.
- MASON, J., KASMERCHAK, C. & LIANG, M., 2016. Monitoring aggregate disintegration with laser diffraction: A tool for studying soils as sediments. *Geophysical Research Abstracts* **18**. EGU2016-5279.
- MATSUYAMA, T. & YAMAMOTO, H., 2004. Particle shape and laser diffraction: a discussion of particle shape problem. *J. Disper. Sci. Technol.* **25**. 1–8.
- MATTHEWS, M. D., 1991. The effect of grain shape and density on the size measurement. In: *Principles, methods, and applications of particle size analysis* (Ed.: SYVITSKI, J. P. M.). Cambridge University Press. Cambridge. 22–33.
- MCCAVE, I. N., BRYANT, R. J., COOK, H. F. & COUGHANOWR, C. A., 1986. Evaluation of a laser-diffraction size analyzer for use with natural sediments. *Research Methods Papers*. 561–564.
- MCKEAGUE, J. A., 1978. *Manual on soil sampling and methods of analysis*. 2<sup>nd</sup> ed. Canadian Society of the Soil Science. Ottawa.
- MILLER, B. A. & SCHAETZL, R. J., 2012. Precision of soil particle size analysis using laser diffractometry. *Soil Sci. Soc. Am. J.* **76**. 1719–1727.
- MILLER, M. P., RADCLIFFE, D. E. & MILLER, D. M., 1988. An historical perspective on the theory and practice of soil mechanical analysis. *J. Agron. Education*. **17**. 24–28.
- MSZ-08 0205-78, 1979. A talaj fizikai és vízgazdálkodási tulajdonságainak vizsgálata. MÉM, Budapest
- MUGGLER, C. C., PAPE, TH. & BUURMAN, P., 1997. Laser grain-size determination in soil genetic studies 2. Clay content, clay formation, and aggregation in some Brazilian Oxisols. *Soil Sci.* **162**. 219–228.
- NEMES, A., WÖSTEN, J. H. M., LILLY, A. & OUDE VOSHAAR, J. H., 1999. Evaluation of different procedures to interpolate particle-size distributions to achieve compatibility within soil databases. *Geoderma*. **90**. 187–202.
- ORZECZOWSKI, M., SMÓLCZYŃSKI, S., DŁUGOSZ, J. & POŹNIAK, P., 2014. Measurements of texture of soils formed from glaciolimnic sediments by areometric method, pipette method and laser diffraction method. *Soil Science Annual*. **65** (2). 72–79.
- ÖZER, M., ORHAN, M. & IŞIK, N., 2010. Effect of particle optical properties on size distribution of soils obtained by laser diffraction. *Environ. Eng. Geosci.* **16**. 163–173.
- PABST, W., KUNES, K., HAVRDA, J. & GREGOROVA, E., 2000. A note on particle size analyses of kaolins and clays. *Journal of the European Ceramic Society*. **20**. 1429–1437.
- PAZ-FERREIRO, J., VÁZQUEZ, E. V. & MIRANDA, J. G. V., 2010. Assessing soil particle-size distribution on experimental plots with similar texture under different management systems using multifractal parameters. *Geoderma*. **160**. 47–56.
- PENG, H., HORTON, R., LEI, T., DAI, Z. & WANG, X., 2015. A modified method for estimating fine and coarse fractal dimensions of soil particle size distributions based on laser diffraction analysis. *J. Soil Sediment.* **15** (4). 937–948.
- PIERI, L., BITTELLI, M. & PISA, P. R., 2006. Laser diffraction, transmission electron microscopy and image analysis to evaluate a bimodal Gaussian model for particle size distribution in soils. *Geoderma*, **135**. 118–132.



- POLAKOWSKI, C., RYŻAK, M., BIEGANOWSKI, A., SOCHAN, A., BARTMIŃSKI, P., DĘBICKI, R. & STELMACH, W., 2015. The reasons for incorrect measurements of the mass fraction ratios of fine and coarse material by laser diffraction. *Soil Sci. Soc. Am. J.* **79** (1). 30–36.
- 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** (2). 195–200.
- PYE, K. & BLOTT, S. J., 2004. Particle size analysis of sediments, soils and related particulate materials for forensic purposes using laser granulometry. *Forensic Sci. Int.* **144**. 19–27.
- RAJKAI, K., 1988. A talaj víztartó képessége és különböző talajtulajdonságok összefüggéseinek vizsgálata. *Agrokémia és Talajtan.* **36-37**. 15–30.
- RAJKAI, K., KABOS, S., VAN GENUCHTEN, M. TH. & JANSSON, P. E., 1996. Estimation of water-retention characteristics from the bulk density and particle-size distribution of Swedish soils. *Soil Sci.* **161**. 832–846.
- RAMASWAMY, V. & RAO, P. S., 2006. Grain size analysis of sediments from the northern Andaman sea: Comparison of laser diffraction and sieve-pipette techniques. *Journal of Coastal Research.* **22**. 1000–1009.
- RAWLINS, B. G., WRAGG, J. & LARK, R. M., 2013. Application of a novel method for soil aggregate stability measurement by laser granulometry with sonication. *Eur. J. Soil Sci.* **64**. 92–103.
- ROBERSON, S. & WELTJE, G. J., 2014. Inter-instrument comparison of particle-size analysers. *Sedimentology.* **61**. 1157–1174.
- RYŻAK, M. & BIEGANOWSKI, A., 2010. Determination of particle size distribution of soil using laser diffraction – comparison with areometric method. *Int. Agrophys.* **24**. 177–181.
- RYŻAK, M. & BIEGANOWSKI, A., 2011. Methodological aspects of determining soil particle-size distribution using the laser diffraction method. *J. Plant Nutr. Soil Sci.* **174**. 624–633.
- RYŻAK, M., WALCZAK, R. T. & NIEWCZAS, J., 2004. Porównanie rozkładu granulometrycznego cząstek glebowych metodą dyfrakcji laserowej i metodą sedymentacyjną. *Acta Agrophysica.* **4**. 509–518. (lengyelül)
- SCHULTE, P., LEHMKUHL, F., STEININGER, F., LOIBL, D., LOCKOT, G., PROTZE, J., FISCHER, P. & STAUCH, G., 2016. Influence of HCl pretreatment and organo-mineral complexes on laser diffraction measurement of loess–paleosol-sequences. *Catena.* **137**. 392–405.
- SEGAL, E., SHOUSE, P. J., BRADFORD, S. A., SKAGGS, T. H. & CORWIN, D. L., 2009. Measuring particle size distribution using laser diffraction: implications for predicting soil hydraulic properties. *Soil Sci.* **174** (12). 639–645.
- SERBAN, R. D., SIPOS, GY., POPESCU, M., URDEA, P., ONACA, A. & LADÁNYI, ZS., 2015. Comparative grain-size measurements for validating sampling and pretreatment techniques in terms of solifluction landforms, Southern Carpathians, Romania. *Journal of Environmental Geography.* **8** (1–2). 39–47.
- SHEIN, E. V., MILANOVSKII, E. Y. & MOLOV, A. Z., 2006. The effect of organic matter on the difference between particle-size distribution data obtained by the sedimentometric and laser diffraction methods. *Eurasian Soil Sci.* **39**. (Suppl. 1) 84–90.

- SHEIN, E.V., LAZAREV, V. I., AIDIEV, A.YU., SAKUNKONCHAK, T., KUZNETSOV, M.YA., MILANOVSKII, E.YU. & KHAIDAPOVA, D. D., 2011. Changes in the physical properties of typical Chernozems of Kursk oblast under the conditions of a long-term stationary experiment. *Eurasian Soil Sci.* **44**. 1097–1103.
- SOCHAN, A., BIEGANOWSKI, A. BARTMIŃSKI, P., RYŻAK, M., BRZEZIŃSKA, M., DĘBICKI, R., STUCZYŃSKI, T. & POLAKOWSKI, C. 2015. Use of the laser diffraction method for assessment of the pipette method. *Soil Sci. Soc. Am. J.* **79**. 37–42.
- SOCHAN, A., BIEGANOWSKI, A., RYŻAK, M., DOBROWOLSKI, R. & BARTMIŃSKI, P., 2012. Comparison of soil texture determined by two dispersion units of Mastersizer 2000. *Int. Agrophys.* **26**. 99–102.
- SOCHAN, A., POLAKOWSKI, C. & ŁAGÓD, G. 2014. Impact of optical indices on particle size distribution of activated sludge measured by laser diffraction method. *Ecol Chem. Eng. S.* **21** (1). 137–145.
- TAUBNER, H., ROTH, B. & TIPPKÖTTER, R. 2009. Determination of soil texture: Comparison of the sedimentation method and the laser-diffraction analysis. *J. Plant Nutr. Soil Sci.* **172**. 161–171.
- THOMAS, K. A., & REDSTEER, M. H., 2016. Vegetation of semi-stable rangeland dunes of the Navajo Nation, Southwestern USA. *Arid Land Res. Manag.* **30**. 400–411.
- TOMBÁČZ, E., 2002. Adsorption from electrolyte solutions. In: Adsorption: theory, modeling, and analysis (Ed.: TÓTH, J.). Marcel Dekker. New York. 711–742.
- TÓTH, B., WEYNANTS, M., NEMES, A., MAKÓ, A., BILAS, G. & TÓTH, G., 2015. New generation of hydraulic pedotransfer functions for Europe. *Eur. J. Soil Sci.* **66**. 226–238.
- TÓTH, G., MAKÓ, A. & MÁTÉ, F., 2009. Designation of local varieties in the Hungarian soil classification system: Remarks from a viewpoint of land evaluation application. *Eurasian Soil Sci.* **42**. 1448–1453.
- USOWICZ, B., LIPIEC, J. & USOWICZ, J. B., 2008. Thermal conductivity in relation to porosity and hardness to terrestrial porous media. *Planet. Space Sci.*, **56**. 438–447.
- VAN REEUWIJK, L. P., (ED.) 2002. Procedures for soil analysis. Technical Paper 9. 6<sup>th</sup> ed. International Soil Reference and Information Centre. Wageningen. The Netherlands.
- VANDECASTEELE, B. & DE VOS, B., 2001. Relationship between soil textural fractions determined by sieve-pipette method and laser diffractometry. *IBW Br R* **5**. 1–19.
- VÁRALLYAY, GY., 1993. A fizikai talajféleség meghatározása. In: Talaj- és agrokémiai vizsgálati módszertan. 1. A talaj fizikai, vízgazdálkodási és ásványtani vizsgálata (Ed.: BUZÁS, I.). INDA 4231 Kiadó. Budapest. 45–57.
- VARGA, GY., CSERHÁTI, CS., KOVÁCS, J. & SZALAI, Z., 2016. Saharan dust deposition in the Carpathian Basin and its possible effects on interglacial soil formation. *Aeolian Research.* **22**. 1–12.
- VDOVIĆ, N., OBHOĐAŠ, J. & PIKELJ, K., 2010. Revisiting the particle-size distribution of soils: comparison of different methods and sample pre-treatments. *Eur. J. Soil Sci.* **61**. 854–864.
- VIRTO, I., GARTZIA-BENGOETXEA, N. & FERNÁNDEZ-UGALDE, O., 2011. Role of organic matter and carbonates in soil aggregation estimated using laser diffractometry. *Pedosphere.* **21** (5). 566–572.
- WALLING, D. E., OWENS, P. N., WATERFALL, B. D., LEEKS, G. J. L. & WASS, P. D., 2000. The particle size characteristics of fluvial suspended sediment in the Humber and Tweed catchments, UK. *Sci. Total Environ.* **251–252**. 205–222.

- WANG, W., LIU, J., ZHAO, B., ZHANG, J., LI, X. & YAN, Y. 2015. Critical evaluation of particle size distribution models using soil data obtained with a laser diffraction method. *PLoS ONE*. **10** (4). e0125048.
- WANG, W-P., LIU, J-L., ZHANG, J-B., LI, X-P., CHENG, Y-N., XIN, W-W. & YAN, Y-F. 2013. Evaluation of laser diffraction analysis of particle size distribution of typical soils in China and comparison with the sieve-pipette method. *Soil Science*. **178**. 194–204.
- WEAVER, J. W., CHARBENEAU, R. J., TAUXE, J. D., LIEN, B. K. & PROVOST, J. B., 1994. The hydrocarbon spill screening model (HSSM). 1. US EPA. EPA/600/R-94/039a.
- WEINER, B. B., 1984. Particle and droplet sizing using Fraunhofer diffraction. *Chem. Anal.* **73**. 135–172.
- WÖSTEN, J. H. M., PACHEPSKY, YA. A. & RAWLS, W. J., 2001. Pedotransfer functions: bridging the gap between available basic soil data and missing soil hydraulic characteristics. *J. Hydrol.* **251**. 123–150.
- XU, R. & DI GUIDA, O. A., 2003. Comparison of sizing small particles using different technologies. *Powder Technol.* **132**. 145–153.
- YANG, X., ZHANG, Q., LI, X., JIA, X., WEI, X. & SHAO, M., 2015. Determination of Soil Texture by Laser Diffraction Method. *Soil Sci. Soc. Am. J.* **76** (6). 1556–1566.
- ZOBECK, T. M., 2004. Rapid soil particle size analyses using laser diffraction. *Appl. Eng. Agric.* **20**. 633–639.

### **Experience gained in the particle size distribution analysis of soil samples using the laser diffraction method**

<sup>1</sup>A. MAKÓ, <sup>1,2</sup>T. VARGA, <sup>1,3</sup>H. HERNÁDI, <sup>4</sup>V. LABAN CZ and <sup>1</sup>GY. BARNA

<sup>1</sup>Institute for Soil Science and Agricultural Chemistry, Centre for Agricultural Research, Hungarian Academy of Sciences, Budapest

<sup>2</sup>Department of Natural and Environmental Geography, Institute of Geography, Faculty of Sciences, University of Pécs, Pécs

<sup>3</sup>Department of Crop Production and Soil Science, Georgikon Faculty, University of Pannonia, Keszthely

<sup>4</sup>Department of Soil Science and Agricultural Chemistry, Institute of Environmental Sciences, Faculty of Agricultural and Environmental Sciences, Szent István University, Gödöllő

### **Summary**

Laser diffraction particle size analysis is an up-to-date method for use in soil analysis, but the introduction of a uniform measurement standard (possibly for specific instruments) would greatly increase the reproducibility of the measurements. Preparation methods (disintegration of the cementing agents ensuring the soil structure, dispersion of elementary particles) play an important role in this, but again no uniform standards have yet been compiled. Based on the papers reviewed in the

present work it can be stated that both the optimum sample preparation method and the best instrument settings depend to a great extent on the physical and chemical properties of the soil to be measured. The suitability of the conversion methods used to compare the results with those obtained using conventional sedimentation methods (fraction size limit conversions, conversion equations) is also dependent on the soil sample and LDM technique. The use of laser diffraction particle size analysis for studying the aggregate stability of soils is a promising methodological option, but standardisation will be essential for the interpretation of the measurements and the achievement of comparability.

*Table 1a-c.* References to the use of laser diffraction methods to analyse the particle size distribution of soils, listed according to instrument types and dispersion units. (1) Instrument type. (2) Dispersion unit. (3) Type of sample (number of samples). (4) References. (5) Reference code.

*Table 2.* Choice of methods for removal of cementing agents and dispersing aggregates in the papers reviewed. (1) Removing of cementing agents. (2) Reference code. (3) Ultrasonication. (4) Chemical dispersing. Notes \*: Continuous ultrasonic treatment during measurement; for several of the durations studied, the values recommended by the authors are given in italics in brackets

*Table 3.* Pumping and stirring speeds set in the dispersion units by various authors. (1) Dispersion unit. (2) Stirring speed (rpm). (3) Pump speed (rpm). (4) Reference code.

*Table 4.* Obscuration of the soil suspension during the measurements in the papers reviewed. (1) Obscuration (%). (2) Reference code. Note \*Manufacturer's recommendation (MALVERN OPERATORS GUIDE, 1999)

*Table 5.* Choice of optical model in the papers reviewed. (1) Optical model. (2) Reference code.

*Table 6.* Choice of optical parameters in the papers reviewed. (1) Absorption index. (2) Reference code. (3) Refractive index.

*Table 7.* References to aggregate stability measurements using laser diffraction techniques, listed according to instruments types and dispersion units. (1) Instrument type. (2) Dispersion unit. (3) Type of sample (number of samples). (4) References.

**Key words:** laser diffraction, particle size distribution, aggregate stability, conversion options, standardization of methods in soil physics