

УДОСКОНАЛЕННЯ МЕТОДІВ ДОСЛІДЖЕННЯ IMPROVEMENT OF RESEARCH METHODS

УДК 631.435

Важливість вибору індексу рефракції у визначенні гранулометричного складу ґрунту методом лазерної дифракції

М. О. Солоха^a, Н. В. Винокурова^b ✉

Національний науковий центр «Інститут ґрунтознавства та агрохімії імені О. Н. Соколовського», Харків, Україна

ІНФОРМАЦІЯ	АНОТАЦІЯ
Отримано 21.01.2025 Отримано після доопрацювання 05.06.2025 Затверджено до видання 17.06.2025 Доступно онлайн 07.07.2025	У статті висвітлено результати досліджень з удосконалення деяких аспектів процедури визначення гранулометричного складу ґрунту методом лазерної дифракції проб з використанням лазерного аналізатора часточок Mastersizer 3000E фірми Malvern Instruments з рідинним модулем диспергування Hydro EV. Удосконалено спосіб підготовки проби ґрунту до аналізування, розроблено порядок налаштування оптичного параметру – індексу рефракції, виконано порівняння здобутих даних з результатами аналізу за стандартизованим методом (ДСТУ 4730:2007) та статистичний аналіз порівнюваних даних. Одним із завдань авторів було показати, що метод лазерної дифракції є не менш чутливим до просторових (горизонтального і вертикального напрямів) змін гранулометричного складу ґрунту ніж сито-піпет метод Н. А. Качинського (ДСТУ 4730:2007). Дослідження проведено на пробах ґрунтів Лісостепової зони України та чорнозему типового Степової північної недостатньо зволоженої підзони, що відбиралися упродовж 2021–2023 рр. За результатами дослідження спосіб підготовки проб ґрунту до вимірювання на лазерному аналізаторі часточок було модернізовано — з однорідної пасти, після видалення карбонатів, відбирають підпроби для подальшої дезагрегації шляхом кип'ятіння у розчині гідроксиду натрію. Розроблено спосіб визначення індексу рефракції для певного ґрунту шляхом порівняння даних, здобутих методом лазерної дифракції за різних параметрів індексу рефракції, з даними стандартизованого методу. Критерієм оптимальності є найменша сума різниць по всіх фракціях. Для ґрунтів Лісостепу індекс рефракції є не однаковим: 1,39 для чорнозему типового та чорнозему опідзоленого Лісостепової помірно зволоженої підзони та 1,40 для чорнозему опідзоленого, темно-сірого опідзоленого, сірого лісового та ясно-сірого лісового інших підзон Лісостепу. Аналіз по фракціях проб ґрунтів, яким притаманний однаковий індекс рефракції показав, що не кожна фракція має лінійний зв'язок, тобто не для кожної фракції можливо побудувати надійну регресійну модель у вигляді рівняння, що пов'язує вміст кожної з фракцій, виділених за методом лазерної дифракції з вмістом кожної з фракцій за методом ДСТУ 4730:2007. Тим не менш, для більшості фракцій маємо припустиму якість регресійних моделей. Отже, метод лазерної дифракції можливо застосовувати як альтернативний для визначення гранулометричного складу ґрунту.
Ключові слова: гранулометричний склад; ґрунт; лазерна дифракція; седиментація; підготовка проб; розмір часточок.	

✉ mega_nadi1980@ukr.net

ORCID: ^a 0000-0002-1860-0819; ^b 0000-0003-3876-480X

Форма цитування: Солоха М. О., Винокурова Н. В. Важливість вибору індексу рефракції у визначенні гранулометричного складу ґрунту методом лазерної дифракції. *Агрохімія і ґрунтознавство* : міжвідом. темат. наук. зб. / ННЦ "ІГА ім. О. Н. Соколовського". Харків, 2025. Вип. 98. С. 55–68. doi: 10.31073/acss98-04

1. Вступ

Визначення гранулометричного складу ґрунту є важливою складовою у дослідженнях щодо його генезису, родючості та деградованості, зокрема мілітарної. Розмір гранулометричних фракцій та їх частка впливають на водно-повітряний режим, гумусоаккумулятивну та буферну здатність ґрунту, стійкість до дефляції та ерозії.

На сьогодні великі площі земель України зазнали і зазнають мілітарного впливу, як безпосередньо від вибухів снарядів та авіабомб, будівництва фортифікаційних споруд, пожеж, розливу паливно-мастильних матеріалів,

затоплення через руйнації дамб, тощо, так і опосередковано — у вигляді кислотних дощів та осідання забруднювальних речовин з повітря у складі пилу. Тому для ефективного моніторингу великої площі земель постає потреба у застосуванні швидкісних та продуктивних методів аналізування проб ґрунту за показниками його якості. Одним із таких методів, що швидко розповсюджується у світі, є метод лазерної дифракції для визначення ґранулометричного складу ґрунту, тобто визначення розміру елементарних мінеральних часточок ґрунту за допомогою лазерного аналізатора. Він дозволяє вимірювати розмір у досить широкому діапазоні, наприклад, від 0,01 мкм до 3500 мкм (залежно від конструкції приладу), зменшити час аналізування (разом з підготовкою проб) до 2–3 діб зі зменшенням об'єму застосовуваних реагентів порівняно зі стандартизованим седиментаційним піпетковим методом за ДСТУ 4730:2007¹.

На використання ж стандартизованих седиментаційних піпеткових методів (за ДСТУ 4730:2007 або ДСТУ ISO 11277:2005²) впливають деякі, присутні в них, недоліки, які стають на заваді швидкого та дешевого аналізування ґранулометричного складу ґрунту за масових обстежень. Ці методи потребують температурної стабільності під час аналізування (упродовж 1–2 днів), є енерговитратними (потребують витрат енергії для випарювання вологи з чашок, використання сушильної шафи (не менше 30 годин), ваг, приладів підтримки температурної стабільності тощо). З огляду на це, метод лазерної дифракції є досить перспективним, адже потребує меншої кількості операцій під час вимірювання і дозволяє одночасно встановлювати межі фракцій для різних класифікацій. До того ж метод лазерної дифракції запропоновано як альтернативний метод визначення текстури ґрунту у додатку до пропозиції Директиви Європейського Парламенту та Ради про моніторинг ґрунтів та стійкість (Закон про моніторинг ґрунтів)³. Запровадження методу лазерної дифракції в Україні надасть змогу використовувати міжнародну методологію з урахуванням певних особливостей визначення ґранулометричного складу ґрунту (традиційні розміри фракцій), котрі використовувалися в Україні впродовж багатьох років.

На ринку аналітичної техніки представлено лазерно-дифракційні аналізатори частинок (лазерні дифрактометри) різних моделей, різних фірм, що конструктивно відрізняються один від одного: діапазоном вимірювання, модулем диспергування та оптичним блоком (довжиною хвилі лазера, кількістю детекторів). Це впливає на результати вимірювань. У багатьох країнах світу проводяться дослідження з метою застосування цього методу до ґрунтових проб. Аналіз публікацій різних авторів (С. Polakowski [1], D. Igaz [2], С. S. Kasmerchaka [3], Р. Fisher [4], А. Makó [5], А. Bieganski [6], Y. Yang [7], та інші) свідчить про різноманітність підходів до пробопідготовки та роботи на лазерному дифрактометрі.

На сьогодні єдиного способу визначення ґранулометричного складу методом лазерної дифракції у світі не існує. Тому метою статті є висвітлення застосовуваних авторами процедурних особливостей вимірювання ґранулометричного складу методом лазерної дифракції проб ґрунту за допомогою лазерного аналізатора частинок Mastersizer 3000E фірми Malvern Instruments з рідинним модулем диспергування Hydro EV. У статті представлено результати

¹ ДСТУ 4730:2007. Якість ґрунту. Визначення ґранулометричного складу методом піпетки в модифікації Н. А. Качинського. [Чинний від 2008–01–01]. К.: Держспоживстандарт України, 2008. 16 с.

² ДСТУ ISO 11277:2005 Якість ґрунту. Визначення ґранулометричного складу мінерального матеріалу ґрунту. Метод просіювання і седиментації (ISO 11277:1998, IDT). [Чинний від 2006–07–01]. К.: Держспоживстандарт України, 2006. 59 с.

³ Додаток до пропозиції Директиви Європейського Парламенту та Ради про моніторинг ґрунтів та стійкість (Закон про моніторинг ґрунтів) COM(2023) 416, Брюссель, 5.7.2023 <https://eur-lex.europa.eu/legal-content/EN/TXT/?uri=celex:52023PC0416>

роботи з удосконалення способу підготовки проби ґрунту для аналізу на лазерному дифрактометрі, способу вибору оптичного параметру — індексу рефракції, а також результати порівняння здобутих даних з даними вимірювання гранулометричного складу за стандартизованим методом (ДСТУ 4730:2007) та їх статистичний аналіз.

2. Об'єкти (матеріали) і методи досліджень

2.1. Об'єкти дослідження

Об'єктами дослідження є ґрунти Лісостепової та північної частини Степової зон України: чорнозем типовий (Лісостепової помірно зволоженої підзони та Степової північної недостатньо зволоженої); чорнозем опідзолений, темно-сірий опідзолений, сірий лісовий та ясно-сірий лісовий ґрунти (Лісостепових підзон — зволоженої, підвищено зволоженої, добре і достатньо зволоженої та сильно зволоженої).

Проби ґрунту відбирали у 2021-2023 рр. рандомно згідно з ДСТУ 4287:2004⁴ та ДСТУ ISO 10381-2:2004⁵ і таким чином було створено колекцію ґрунтових проб. Проби з верхнього шару ґрунту потрібні для оцінки впливу антропогенних та природних чинників, зокрема ерозії, на гранулометричний склад. Враховували, що на одному полі за відбирання проб у різних шарах верхнього генетичного горизонту, наприклад, 0–10 см і 0–25 см, залежно від рельєфу місцевості, може бути різний гранулометричний склад, що свідчатиме про деградаційні (ерозійні) процеси. Також відбирали проби ґрунту з різних глибин у профілі, адже з глибиною гранулометричний склад також може змінюватися. У виборі локацій відбирання проб спиралися на необхідність вирішення одного із першорядних завдань авторів — показати, що метод лазерної дифракції є не менш чутливим до просторових (горизонтального і вертикального напрямку) змін гранулометричного складу ґрунту ніж сито-піпет метод Н. А. Качинського (ДСТУ 4730:2007).

2.2. Методи дослідження

Попереднє оброблення проб ґрунту виконували з урахуванням ДСТУ ISO 11464:2007⁶, а саме — проби було висушено до повітряно-сухого стану, просіяно крізь сито з діаметром отворів 1 мм, перемішано та взято вторинний середній зразок методом квартування.

У всіх пробах ґрунту визначення гранулометричного складу було виконано двома методами — (1) стандартизованим сито-піпет методом в модифікації Н. А. Качинського за ДСТУ 4730:2007 і (2) методом лазерної дифракції.

Визначення методом лазерної дифракції виконували на лазерно-дифракційному аналізаторі розміру частинок Mastersizer 3000E фірми Malvern Instruments з рідинним модулем диспергування Hydro EV. Аналізатор складається з оптичного блоку, вимірювальної кювети, комп'ютеру з програмним забезпеченням Mastersizer та рідинного модулю диспергування (гідроблок). Оптичний блок має джерело світла, з довжиною хвиль 632,8 нм, та 86 детекторів, що дозволяє вимірювати частинки у діапазоні розмірів 0,1–1000 мкм.

⁴ ДСТУ 4287:2004 Якість ґрунту. Відбирання проб. [Чинний від 2005–07–01]. Київ: Держспоживстандарт України, 2005. 10 с.

⁵ ДСТУ ISO 10381-2:2004 Якість ґрунту. Відбирання проб. Частина 2. Настанови з методів відбирання проб (ISO 10381-2:2002, IDT). [Чинний від 2006–04–01]. Київ: Держспоживстандарт України, 2007. 12 с.

⁶ ДСТУ ISO 11464:2007 Якість ґрунту. Попереднє оброблення зразків для фізико-хімічного аналізу (ISO 11464:2006, IDT). [Чинний від 2009–10–01]. Київ: Держспоживстандарт України, 2012. 12 с.

В обох методах для видалення карбонатів застосовували розчин соляної кислоти (HCl) з молярною концентрацією $0,2 \text{ моль/дм}^3$ для карбонатних та $0,05 \text{ моль/дм}^3$ для некарбонатних ґрунтів, для дезагрегації — розчин гідроксиду натрію (NaOH) з молярною концентрацією 1 моль/дм^3 . Таким чином підготовку проб до аналізування двома методами проведено із застосуванням однакових реагентів і ґрунтові агрегати однаково дезагреговані до рівня елементарних часточок — це дозволяє порівнювати результати, оскільки за порівняння ефективності методів розміри елементарних часточок мають бути однаковими.

Однак, у ході роботи виявилось, що не можливо використовувати спосіб підготовки зразка до вимірювання на лазерному аналізаторі часточок такий самий, як і за ДСТУ 4730:2007. Цей стандартний спосіб підготовки зразка не дозволяє провести коректне вимірювання на лазерному аналізаторі, оскільки за великої наважки (10–30 г), великий об'єм суспензії (близько 250 см^3) після перенесення до гідроблоку створює занадто слабку прозорість. Якщо ж взяти лише частину суспензії, вона не буде репрезентативною, тому що внаслідок швидкого осідання великих часточок вони не потраплять до вимірювальної кювети, що спотворить результати вимірювань.

Враховуючи ці обмеження, було удосконалено спосіб підготовки проби до вимірювання на лазерному дифрактометрі. А саме: після висушування, розтирання, просіювання, видалення карбонатів та промивання від іонів хлору пробу переміщували до фарфорової чашки, видаляли зайву вологу (при цьому ґрунтова проба переходить з текучого стану у пластичний) і перемішували. З отриманої ґрунтової пасти брали частину проби (підпробу), достатньої маси, наприклад, до 0,5 г для чорноземних ґрунтів, поміщали її у конічну колбу місткістю 100 см^3 з дистильованою водою об'ємом $50\text{--}80 \text{ см}^3$ та додавали $0,5 \text{ см}^3$ розчину гідроксиду натрію (NaOH) з концентрацією 1 моль/дм^3 , витримували протягом двох годин, періодично струшуючи вручну, та кип'ятили суспензію протягом 1 год. Після охолодження суспензію переносили до гідроблоку і проводили вимірювання гранулометричного складу на лазерному аналізаторі часточок за алгоритмом, зі встановленими оптимальними параметрами налаштувань: диспергатор — дистильована вода з коефіцієнтом рефракції 1,33; швидкість мішалки — 2250 об/хв ; час вимірювання фону та зразка 15 с; кількість вимірювань — 6; математична модель розрахунку — теорія Мі з коефіцієнтом рефракції — 1,39 та 1,40.

Коефіцієнт (індекс) рефракції (заломлення) — це показник, що визначає, наскільки викривляється або заломлюється шлях світла при вході в матеріал [8].

Статистичну обробку даних проводили за допомогою програмного забезпечення Excel та Statistica v.10, застосовуючи такі показники: коефіцієнт кореляції r_{xy} ; фактичне значення t-критерію Ст'юдента $t_{\text{факт.}}$; коефіцієнт детермінації R^2 ; регресійні рівняння. Коефіцієнтом кореляції визначали наявність зв'язку між значеннями вмісту кожної фракції, визначеними двома методами; фактичним значенням t-критерію — істотність коефіцієнта кореляції, тобто наявність або відсутність лінійного зв'язку [9–11]. Коефіцієнт детермінації свідчить про якість побудованої регресійної моделі. Чим ближче коефіцієнт детермінації до 1,0, тим ліпше регресійна модель відображає залежність даних.

3. Результати

3.1. Вибір параметру індексу рефракції

У визначенні гранулометричного складу методом лазерної дифракції ми ставили за мету отримати дані розподілу часточок по фракціях максимально наближені до стандартизованого методу. Виходячи з цього, обираючи індекс

рефракції для ґрунтових зразків за вимірювання методом лазерної дифракції, спиралися на дані вмісту фракцій, визначені за ДСТУ 4730:2007 та використовували їх як опорні (контрольні) значення (хоча вони і не є абсолютно точними, адже багато операцій в методиці виконання породжують похибку у вимірюваннях).

Згідно з ISO 13320:2020⁷ «підтвердження використаних оптичних властивостей можна знайти шляхом порівняння обчисленої концентрації з даними розподілу розмірів із справжньою концентрацією. Велике відхилення вказує на те, що або оптична модель, або застосований показник заломлення є неправильними. Крім того, можна використовувати інші методи (наприклад, мікроскопію або седиментацію), щоб перевірити наявність значної частки дрібних частинок».

Тому для встановлення (вибору) оптимального значення індексу рефракції було проаналізовано зразки ґрунтів за різних індексів рефракції. В таблиці 1 представлено результати аналізування зразків чорнозему типового Лісостепової зони.

Таблиця 1

Результати визначення оптимального параметру індексу рефракції для чорнозему типового за сумою різниць між вмістом гранулометричних фракцій за двома методами

Метод	Індекс рефракції	Вміст гранулометричних фракцій, %, за їх розмірів, мм						Сума різниць, %
		1-0,25	0,25-0,05	0,05-0,01	0,01-0,005	0,005-0,001	<0,001	
ДСТУ	–	0,31	5,59	30,35	10,94	14,64	38,18	–
ЛД	1,33	0	1,00	6,54	6,97	74,02	11,48	–
Різниця	–	0,31	4,59	23,81	3,97	59,38	26,70	118,75
ЛД	1,35	0,3	2,81	8,58	4,51	48,99	34,82	–
Різниця	–	0,01	2,78	21,77	6,43	34,35	3,36	68,69
ЛД	1,37	1,09	6,24	19,05	4,95	29,24	39,43	–
Різниця	–	0,78	0,65	11,30	5,99	14,60	1,25	34,57
ЛД	1,38	1,60	7,90	24,45	6,29	23,03	36,72	–
Різниця	–	1,29	2,31	5,90	4,65	8,39	1,46	23,99
ЛД	1,39	1,8	9,18	29,52	7,93	19,17	32,40	–
Різниця	–	1,49	3,59	0,83	3,01	4,53	5,78	19,22
ЛД	1,40	1,90	10,22	33,40	9,38	16,18	28,93	–
Різниця	–	1,59	4,63	3,05	1,56	1,54	9,25	21,62
ЛД	1,41	2,08	10,93	35,98	10,50	14,01	26,49	–
Різниця	–	1,77	5,34	5,63	0,44	0,63	11,69	25,49
ЛД	1,43	2,27	11,43	38,82	11,94	11,70	23,84	–
Різниця	–	1,96	5,84	8,47	1,00	2,94	14,34	34,55
ЛД	1,45	2,00	11,91	40,85	12,96	11,25	21,03	–
Різниця	–	1,69	6,32	10,50	2,02	3,39	17,15	41,07
ЛД	1,47	2,46	12,29	42,21	13,62	11,57	17,84	–
Різниця	–	2,15	6,70	11,86	2,68	3,07	20,34	46,80
ЛД	1,50	2,18	12,82	44,31	14,46	12,77	13,46	–
Різниця	–	1,87	7,23	13,96	3,52	1,87	24,72	53,17
ЛД	1,54	2,04	13,24	46,23	15,22	14,50	8,77	–
Різниця	–	1,73	7,65	15,88	4,28	0,14	29,41	59,09

Примітка: Методи: ДСТУ – стандартизований метод Качинського; ЛД – метод лазерної дифракції

Оптимальний індекс рефракції для ґрунту визначали за найменшою сумою різниць між двома методами по всіх шести фракціях. Суму різниць для кожного зі зразків визначали за формулою:

⁷ ISO 13320:2020 Particle size analysis. Laser diffraction methods. [2020-01-06]. Geneva, Switzerland : International Organization for Standardization. 2020. 66 p

$$C = \sum_{i=n} |A_i - B_i|$$

де С — сума різниць по фракціях між методами;

A_i — значення i -тої фракції, визначене за методом лазерної дифракції;

B_i — значення i -тої фракції, визначене за ДСТУ 4730:2007.

З таблиці 1 бачимо що найменшою є сумарна різниця 19,22 % за індексу рефракції 1,39. Так само, за найменшим значенням сумарної різниці між методами, було обрано оптимальні параметри індексу рефракції для кожного з досліджуваних зразків.

3.2. Порівняння результатів аналізування за двома методами

Оскільки індекс рефракції для різних ґрунтів був не однаковим, то порівняння даних по фракціях було виконано залежно від типу ґрунту та ґрунтово-екологічної зони (підзони) в якій відбиралась ґрунтова проба. Тобто всю колекцію проб ґрунтів було поділено на групи.

До першої дослідної групи включено 143 проби чорнозему типового з Лісостепової помірно зволоженої підзони та Степової північної недостатньо зволоженої; № проб: 29–42, 117, 118, 123–128, 131, 132, 170–187, 196, 220–223, 373, 375–378, 400–403, 409, 337–446, 461, 467–474, 526–586, 629–631, 634, 635. Ці проби проаналізували при індексі рефракції 1,39. Для прикладу надано на рисунку 2 фрагмент порівняння даних двох методів по 3-х фракціях.

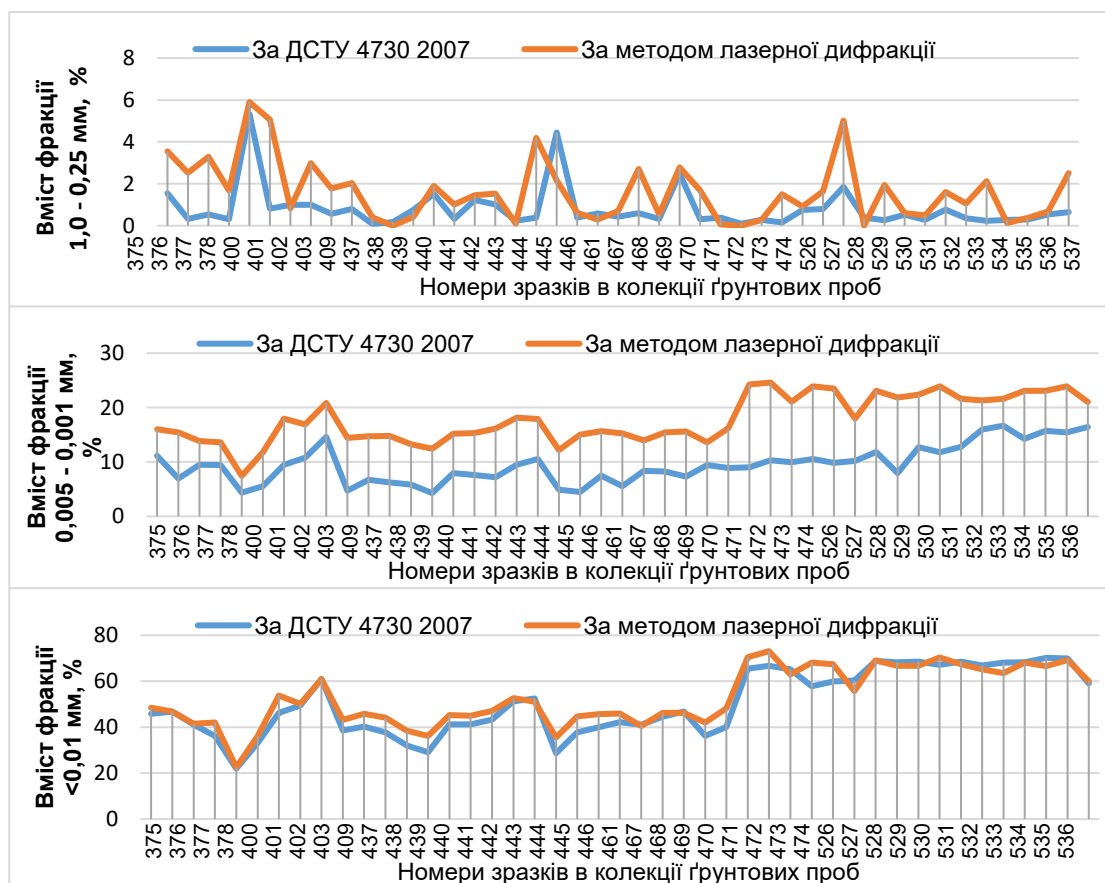


Рис. 2. Вміст 3-х гранулометричних фракцій за аналізування двома методами чорнозему типового (проби з Лісостепової помірно зволоженої підзони та Степової північної недостатньо зволоженої)

Аналізуючи рисунок 2 бачимо, що графіки по фракціях для обох методів мають подібні піки зростання та пониження, крім фракції крупний та середній пісок (1,0–0,25 мм), де вони для багатьох зразків не співпадають, це пов'язано, на думку авторів, з невеликим вмістом даної фракції (до 6 %) та неоднорідністю ґрунтової проби. Оскільки декілька часточок можуть призвести до розбіжностей, адже в методі лазерної дифракції для дезагрегації та вимірювання використовується підпроба для чорноземних ґрунтів масою до 0,5 г.

Дані по фракціях не тотожні, а мають різницю (між методами) від 0,02 до 16,59 % залежно від фракції. У 79 % проб невелику різницю (до 2 %) має фракція крупного і середнього піску, у 58 % проб фракції дрібного піску (0,25–0,05 мм) різниця не перевищує 5 %, у 80 % зразків фракції середнього пилу (0,01–0,005 мм) та у 67 % фракції фізичної глини (<0,01 мм) вона не перевищує 5 %. Але для фракції дрібний пил (0,005–0,001 мм) чорнозему типового характерним є велика різниця — у 82 % проб вона перевищує 5 %, тобто є суттєвою. В інших фракціях лише в 50 % проб різниця менше 5 %. Тому, для чорнозему типового був визначений коефіцієнт кореляції та його істотність. Для 143 зразків табличне значення t-критерію дорівнює 1,98 [11], що менше ніж розрахункове $t_{\text{факт.}}$, а отже коефіцієнт кореляції є істотним і для всіх фракцій можемо побудувати регресійне рівняння (Табл. 2).

Таблиця 2

Статистичні показники порівняння результатів аналізування проб чорнозему типового за двома методами

Гранулометрична фракція: розмір (мм), назва		Статистичний показник			
		Коефіцієнт кореляції r_{xy}	t-критерій Стюдента $t_{\text{факт}}$	Коефіцієнт детермінації R^2	Регресійне рівняння
1–0,25	пісок крупний і середній	0,92	27,17	0,84	$y = 1,18x - 0,94$
0,25–0,05	пісок дрібний	0,79	15,05	0,62	$y = 1,05x - 4,17$
0,05–0,01	пил крупний	0,84	18,55	0,71	$y = 1,24x - 2,81$
0,01–0,005	пил середній	0,71	12,04	0,51	$y = 1,96x - 4,06$
0,005–0,001	пил дрібний	0,62	9,43	0,39	$y = 0,66x - 1,38$
<0,001	мул	0,86	20,42	0,75	$y = 1,16x + 0,39$
<0,01	фізична глина	0,91	26,73	0,84	$y = 1,08x - 4,84$

Примітка: x – вміст фракції за методом лазерної дифракції; y – вміст фракції за ДСТУ

Коефіцієнт детермінації для всіх фракцій становив від 0,39 до 0,84, тобто не всі регресійні рівняння є якісними. Незадовільними можливо вважати регресійні рівняння для фракцій дрібного пилу, адже лише у 39 % проб (у разі перерахунку) дані фракції дрібний пил, визначені за методом лазерної дифракції, будуть співпадати з даними, визначеними за ДСТУ 4730 2007. Для інших фракцій цей показник вище 50 %. Тобто у більш ніж 50 % за відомого вмісту фракції за методом лазерної дифракції за рівнянням вміст фракції дорівнюватиме тим самим даним, що і за ДСТУ 4730:2007.

До другої дослідної групи включено 31 пробу чорнозему опідзоленого Лісостепової помірно зволоженої підзони; №№ проб: 158–169, 188–191, 410–421, 447, 515, 517. Ці проби також проаналізовано при індексі рефракції 1,39. На рисунку 3 графічно відображено фрагмент даних вмісту 3-х фракцій, визначених за ДСТУ 4730 2007 та методом лазерної дифракції.

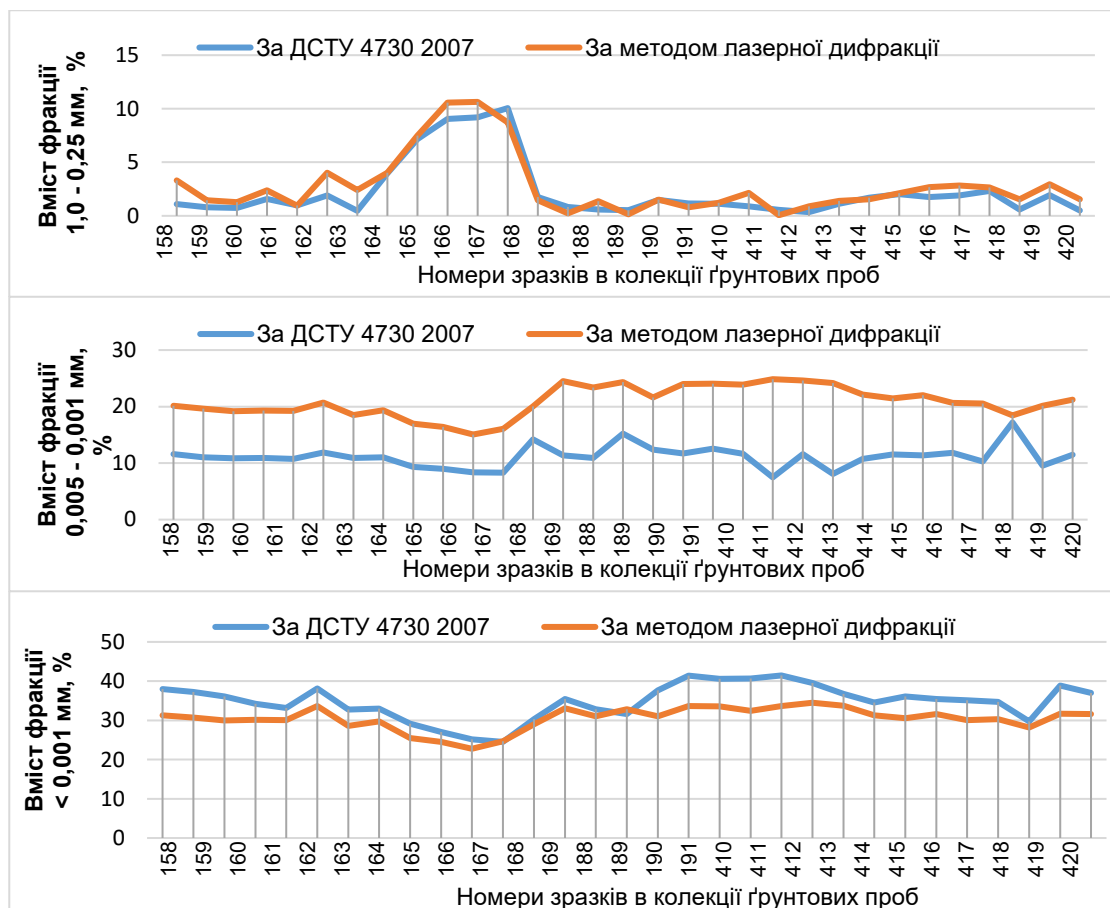


Рис. 3. Вміст 3-х гранулометричних фракцій за аналізування двома методами чорнозему опідзоленого (проби з Лісостепової помірно зволоженої підзони)

Аналізуючи рисунок 3 бачимо, що різниця між даними, отриманими за двома методами залежить від фракції і коливається у межах від 0 до 17,38 %.

Найменшу різницю констатовано для фракції 1–0,25 мм — у 94 % проб вона менше 2 %. Для інших фракцій, крім фракції дрібного пилу (0,005–0,001 мм), у більшості зразків різниця між методами не перевищує 5 %: для дрібного піску (0,25–0,05 мм) це у 91 % зразків, для крупного пилу (0,05–0,01 мм) — у 61 % зразків, для середнього пилу (0,01–0,005 мм) — у 84 % зразків, для мулу (<0,001 мм) — у 58 % зразків, для фізичної глини (< 0,01 мм) — у 90 % зразків. Отже для чорнозему опідзоленого Лісостепової помірно зволоженої підзони, як і для чорнозему типового різниця між методами щодо вмісту фракції дрібного пилу (0,005–0,001 мм) є суттєвою (більше 5 %) у 97 % проб.

Порівнявши дані за двома методами для чорнозему опідзоленого маємо значення коефіцієнту кореляції від 0,19 (слабка кореляція) до 0,96 (висока). Наявність лінійного зв'язку перевіряємо за t-критерієм. Для 31 проби табличне значення t-критерію дорівнює 2,04 [11], що менше ніж розрахункове $t_{\text{факт.}}$ (Табл. 3) для більшості фракцій, крім фракції дрібного пилу. Тобто для фракції дрібний пил лінійного зв'язку не існує, тому визначення лінійної регресійної моделі не має сенсу. Але вміст даної фракції можливо вирахувати шляхом віднімання від 100 % вміст всіх інших фракцій, де є регресійні моделі. У таблиці 3 наведено регресійні рівняння та коефіцієнти детермінації.

Таблиця 3

Статистичні показники для порівняння результатів аналізування за двома методами проб чорнозему опідзоленого з Лісостепової помірно зволоженої підзони

Гранулометрична фракція: розмір (мм), назва		Статистичний показник			Регресійне рівняння
		Коефіцієнт кореляції r_{xy}	t-критерій Стюдента $t_{\text{факт}}$	Коефіцієнт детермінації R^2	
1-0,25	пісок крупний і середній	0,95	17,27	0,91	$y = 0,93x - 0,32$
0,25-0,05	пісок дрібний	0,93	13,27	0,86	$y = 1,37x - 5,51$
0,05-0,01	пил крупний	0,69	5,14	0,48	$y = 1,51x - 10,14$
0,01-0,005	пил середній	0,72	5,67	0,52	$y = 2,25x - 6,62$
0,005-0,001	пил дрібний	0,20	1,09	0,04	–
<0,001	мул	0,88	9,90	0,77	$y = 1,35x - 6,48$
<0,01	фізична глина	0,96	18,45	0,92	$y = 1,15x - 11,44$

Примітка: x – вміст фракції за методом лазерної дифракції; y – вміст фракції за ДСТУ

Коефіцієнт детермінації для фракцій крупного і середнього піску, дрібного піску, мулу та «фізичної глини» є досить високим (не менше 0,77), що говорить про хорошу якість моделі. В той же час фракції крупного та середнього пилу мають, відповідно, коефіцієнт детермінації 0,48 та 0,52, тобто лише 48 % та 52 % зразків значень фракції за методом лазерної дифракції за використання цієї моделі будуть відповідати даним вмісту фракції, що дорівнюватиме тим самим даним що і за ДСТУ 4730:2007. Тобто ця модель регресії не є достатньо достовірною.

До третьої дослідної групи включено 96 проб чорнозему опідзоленого із Лісостепової зволоженої, Лісостепової підвищено зволоженої, Лісостепової добре і достатньо зволоженої, Лісостепової сильно зволоженої підзон (№ проб: 10–28, 195, 217, 224, 348–360, 374, 379–381, 390–395, 432, 475–511, 518–522, 596–601, 636, 640, 647, 648, 651). Ці проби проаналізовано при індексі рефракції 1,40. На рисунку 4 графічно відображено фрагмент даних вмісту 3-х фракцій, визначених за ДСТУ 4730 2007 та методом лазерної дифракції.

Аналізуючи графіки порівняння бачимо, що якщо збільшується (зменшується) вміст фракції за ДСТУ 4730 2007, то спостерігається і збільшення (зменшення) фракції за методом лазерної дифракції. Але відсоток збільшення (зменшення) різний, тобто різниця між значеннями методів не є постійною величиною і за результатами статистичного аналізу змінюється від 0,0 до 17,52 %. Невелику різницю мають фракція крупного і середнього піску (1–0,25 мм) — у 78 % проб вона не перевищує 3 %, а у 15 % — становить від 4 до 5 %. Для фракції середнього пилу — у 68 % проб різниця не перевищує 2,5 % та у 23 % знаходиться в межах 2,5–5 %, для фракції фізичної глини – у 49 % проб різниця не перевищує 2,5 % та у 34 % знаходиться в межах 2,5–5 %. Для фракцій дрібного пилу та мулу у переважної кількості зразків (76 та 67 % відповідно) різниця знаходиться в діапазоні 2,5–7,5 %. Отже, для проб чорнозему опідзоленого третьої групи за порівняння даних двох методів характерним є більший вміст фракції дрібного пилу та менший вміст фракції мулу в методі лазерної дифракції порівняно з даними за ДСТУ 4730:2007. Тому дані потребують перерахунку.

Статистичний аналіз показав, що між фракціями існує кореляційний зв'язок і коефіцієнт кореляції змінюється від 0,77 до 0,98, тобто маємо досить високу кореляцію по всіх фракціях. Враховуючи наявність лінійного зв'язку по всіх фракціях ($t_{\text{табл.}} = 1,98$ менше $t_{\text{факт.}}$) [11] побудовано регресійні рівняння. Коефіцієнт детермінації майже для всіх фракцій є досить високим (від 0,7), що говорить про хорошу якість моделі, лише для фракції середній пил якість моделі є задовільною. (Табл. 4).

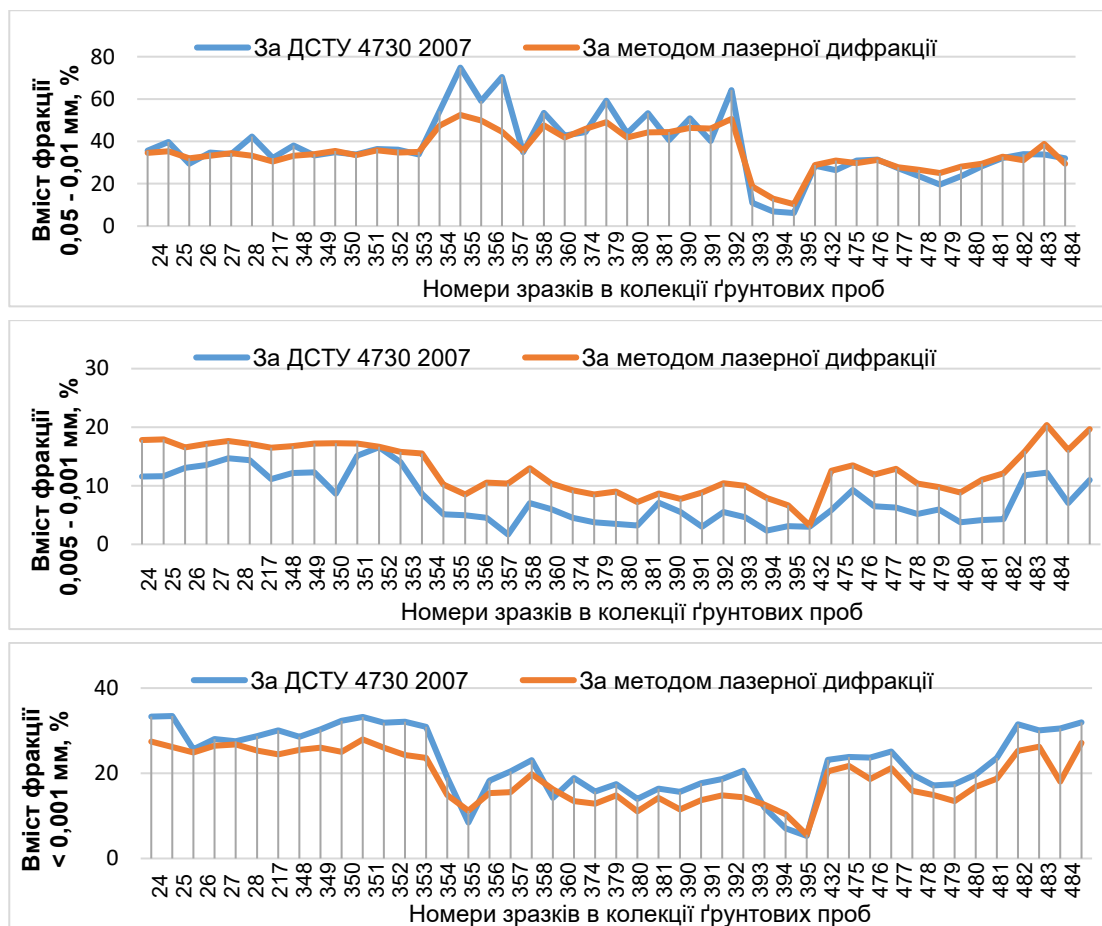


Рис. 4. Вміст 3-х гранулометричних фракцій за аналізування двома методами чорнозему опідзоленого (проби зі зволжених підзон Лісостепу)

Таблиця 4

Статистичні показники для порівняння результатів аналізування за двома методами проб чорнозему опідзоленого зі зволжених підзон Лісостепу

Гранулометрична фракція: розмір (мм), назва	Статистичний показник			
	Коефіцієнт кореляції r_{xy}	t-критерій Стьюдента $t_{\text{факт}}$	Коефіцієнт детермінації R^2	Регресійне рівняння
1-0,25 пісок крупний і середній	0,94	26,82	0,88	$y = 1,01x - 1,65$
0,25-0,05 пісок дрібний	0,9	20,34	0,81	$y = 1,35x - 7,77$
0,05-0,01 пил крупний	0,91	20,72	0,82	$y = 1,41x - 11,13$
0,01-0,005 пил середній	0,76	11,50	0,58	$y = 1,43x - 1,29$
0,005-0,001 пил дрібний	0,84	14,84	0,70	$y = 0,89x - 3,63$
<0,001 мул	0,89	19,05	0,89	$y = 1,07x + 2,74$
<0,01 фізична глина	0,97	42,52	0,95	$y = 1,12x - 4,77$

Примітка: x – вміст фракції за методом лазерної дифракції; y – вміст фракції за ДСТУ

Отже, для чорнозему опідзоленого Лісостепової зволоженої, Лісостепової підвищено зволоженої, Лісостепової добре і достатньо зволоженої, Лісостепової сильно зволоженої підзон за відомого значення фракції за методом лазерної дифракції за рівнянням можливо визначити вміст фракції, що дорівнюватиме тим самим даним, що і за ДСТУ 4730:2007 з вірогідністю 58 % для фракції середній пил, та для інших — від 70 %, а для фракція «фізичної глини» — 95 %, що особливо важливо для діагностування ґрунтів, наприклад, за коефіцієнтом профільного накопичення гумусу (КПНГ) та коефіцієнтом відносної акумуляції гумусу (КВАГ).

До четвертої дослідної групи включено 35 проб темно-сірого опідзоленого, сірого лісового та ясно-сірого лісового ґрунтів Лісостепової зволоженої, Лісостепової підвищено зволоженої та Лісостепової добре і достатньо зволоженої

підзон, які аналізували при індексі рефракції 1,40 (№ проб: № 218, 219, 224, 225, 359, 389, 427–429, 433, 448–451, 456, 457, 463, 608–610, 617–619, 623–625, 637–639, 641–644, 652). На рисунку 5 надано фрагмент даних вмісту часточок по фракціях за обома методами.

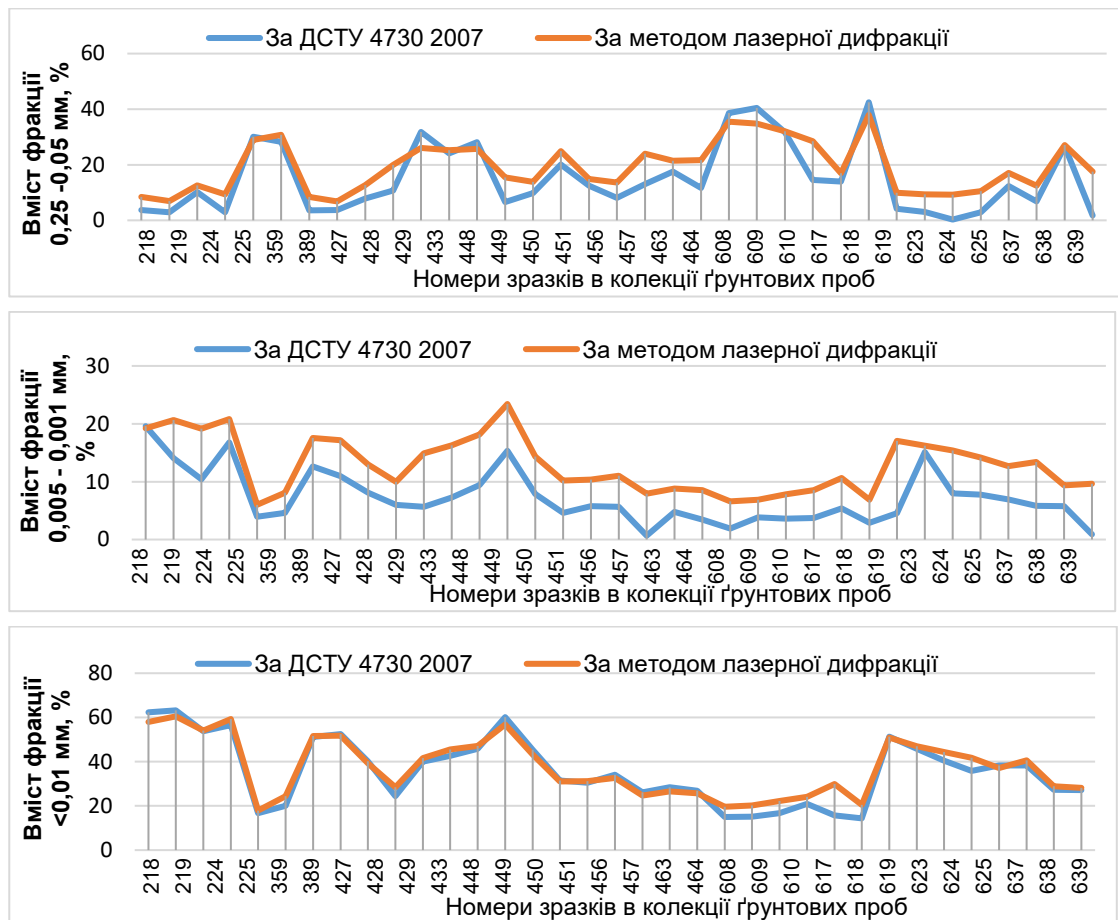


Рис. 5. Вміст 3-х гранулометричних фракцій за аналізування двома методами темно-сірого опідзоленого, сірого лісового та ясно-сірого лісового ґрунтів (проби зі зволоженої, підвищено зволоженої та добре і достатньо зволоженої підзон Лісостепу)

Аналіз графіків (Рис. 5) показує, що дані мають подібні піки зростання та пониження для обох методів, але процентний вміст фракцій різний. Фракція крупного і середнього піску має у 68 % зразків різницю до 3 %, при цьому у всіх пробах різниця менше 5 %. Також маленьку різницю має фракція середнього пилу, де у 78 % проб різниця менше 2 % і у 36 % — від 2 до 5 %. Для фракції дрібного пилу різниця переважно становить від 2,5 до 7,5 %. Отже для темно-сірого опідзоленого, сірого лісового та ясно-сірого лісового ґрунтів Лісостепової зволоженої, Лісостепової підвищено зволоженої та Лісостепової добре і достатньо зволоженої підзон характерним є близькість значень вмісту крупного і середнього піску та середнього пилу і як для чорноземних ґрунтів велика розбіжність між даними у фракції дрібного пилу. За вмістом фізичної глини у 86 % зразків різниця не перевищує 5 %, тобто може знаходитись на рівні аналітичної похибки методів.

Провівши статистичний аналіз важливо відзначити, що коефіцієнт кореляції для всіх фракцій більше 0,74, тобто для більшості фракцій за шкалою Шедока маємо тісний зв'язок, а для фракції середнього пилу — середній [12]. Коефіцієнти кореляції є суттєві ($t_{\text{факт}} > t_{\text{табл}} = 2,04$) [11], тому для всіх фракцій побудовано регресійні рівняння. Коефіцієнт детермінації майже для всіх фракцій є досить

високим (від 0,73), що говорить про хорошу якість моделі, лише для фракції середній пил якість моделі є задовільною (Табл. 5).

Таблиця 5

Статистичні показники для порівняння результатів аналізування за двома методами проб темно-сірого опідзоленого, сірого лісового та ясно-сірого лісового ґрунтів зі зволоженої, підвищено зволоженої та добре і достатньо зволоженої підзон Лісостепу

Гранулометрична фракція: розмір (мм), назва		Статистичний показник			
		Коефіцієнт кореляції r_{xy}	t-критерій Ст'юдента $t_{факт}$	Коефіцієнт детермінації R^2	Регресійне рівняння
1-0,25	пісок крупний і середній	0,93	15,0	0,87	$y = 0,95x - 1,66$
0,25-0,05	пісок дрібний	0,93	14,95	0,87	$y = 1,26x - 9,12$
0,05-0,01	пил крупний	0,94	15,26	0,88	$y = 1,40x - 8,04$
0,01-0,005	пил середній	0,74	6,25	0,54	$y = 1,40x - 1,89$
0,005-0,001	пил дрібний	0,85	9,39	0,73	$y = 0,82x - 3,29$
<0,001	мул	0,89	10,92	0,79	$y = 1,13x + 1,23$
<0,01	фізична глина	0,98	25,85	0,95	$y = 1,11x - 5,68$

Примітка: x – вміст фракції за методом лазерної дифракції; y – вміст фракції за ДСТУ

Отже, вміст фракцій, визначених за ДСТУ 4730:2007 та методом лазерної дифракції темно-сірого опідзоленого, сірого лісового та ясно-сірого лісового ґрунтів зволоженої, підвищено зволоженої та добре й достатньо зволоженої підзон Лісостепу має високу збіжність при застосуванні регресійних рівнянь.

4. Висновки

1. Проведене дослідження показує що для вимірювання гранулометричного складу ґрунту на лазерному аналізаторі часточок підготовка проб перед аналізуванням може бути з застосуванням тих самих реагентів що і за ДСТУ 4730:2007, але дещо удосконалена, що полягає у створенні однорідної пасти після видалення карбонатів та взяття підпроби для подальшої дезагрегації шляхом кип'ятіння у розчині з гідроксидом натрію. Це дозволяє порівнювати результати вимірювань, адже теоретично розміри часточок повинні дезагрегуватися однаково.

2. Важливо підібрати оптимальні налаштування приладу для ґрунтових проб, особливо індекс рефракції. Дослідження показало, що індекс рефракції для певного ґрунту, для вимірювання на лазерному аналізаторі часточок, визначають шляхом порівняння даних, отриманих методом лазерної дифракції при різних індексах рефракції та даних стандартизованого методу за найменшою сумарною різницею. Для ґрунтів Лісостепової зони він є не однаковим: 1,39 для чорнозему типового та чорнозему опідзоленого Лісостепової помірно зволоженої підзони та Степової північної недостатньо зволоженої; 1,40 — для чорнозему опідзоленого, темно-сірого опідзоленого, сірого та ясно-сірого лісових ґрунтів Лісостепової зволоженої, підвищено зволоженої, добре і достатньо зволоженої та сильно зволоженої підзон. Отже для ґрунтів Лісостепової зони що межують зі Степовою зоною індекс рефракції 1,39 (ґрунти Лісостепової помірно зволоженої підзони), це пов'язано, на наш погляд, з більшим впливом степових ґрунтоутворювальних факторів, ніж в інших підзонах Лісостепової зони, для яких застосовують індекс рефракції 1,40.

3. Аналіз по фракціях проб ґрунтів, яким притаманний однаковий індекс рефракції показав, що не кожна фракція має лінійний зв'язок, тобто не для кожної фракції можливо побудувати надійну регресійну модель у вигляді рівняння, що пов'язує вміст кожної з фракцій, визначений за методом лазерної дифракції, з

умістом за методом ДСТУ 4730:2007, але для більшості фракцій маємо хорошу та високу якість регресійних моделей. Для фракції фізичної глини коефіцієнт детермінації є більшим за 0,84 і це важливо для діагностування ґрунтів, наприклад, за коефіцієнтом профільного накопичення гумусу (КПНГ) та коефіцієнтом відносної акумуляції гумусу (КВАГ).

Отже метод лазерної дифракції можливо застосовувати як альтернативний метод визначення гранулометричного складу ґрунту.

Підтвердження. Публікація містить результати досліджень, проведених у рамках ПНД НААН 1 «Рациональне використання і стале управління ґрунтовими ресурсами, збереження родючості та здоров'я ґрунтів, захист їх від деградації («ґрунтові ресурси України: інформаційне забезпечення, рациональне використання, менеджмент, технології») на 2021-2023 роки за завданням 01.01.01.06.П. «Використання методу лазерної дифракції для визначення гранулометричного складу ґрунтів різних типів ґрунтоутворення» (№ 0121U108736).

Список використаних джерел

1. Particle Size Distribution of Various Soil Materials Measured by Laser Diffraction – The Problem of Reproducibility / Polakowski C. et al. *Minerals*. 2021. V.11(5), P. 465. URL: <https://doi.org/10.3390/min11050465>
2. Laser diffraction as an innovative alternative to standard pipette method for determination of soil texture classes in central Europe / Igaz D. et al. *Water*. 2020. V. 12, 1232; <https://doi.org/10.3390/w12051232>
3. Kasmerchaka C. S., Masonb J. A., Liangb M. Laser diffraction analysis of aggregate stability and disintegration in forest and grassland soils of northern Minnesota, USA. *Geoderma*, 2019. V. 338. P. 430–444. <http://dx.doi.org/10.3390/app11104427>
4. Adequacy of laser diffraction for soil particle size analysis. Fisher P., Aumann, C., Chia, K., [et al.]. *PLoS ONE*. May 4 2017. 12(5): e0176510. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0176510>
5. Evaluation of soil texture determination using soil fraction data resulting from laser diffraction method. / Mako A. Szabó, B., Rajkai, K. [et al.]. *International Agrophysics*. 2019. V.33(4). P. 445–454 URL : <https://doi.org/10.31545/intagr/113347>
6. Laser Diffractometry in the Measurements of Soil and Sediment Particle Size Distribution / Bieganski A. et al. *Advances in Agronomy*. 2018. V. 151 ISSN 0065-2113. <https://doi.org/10.1016/bs.agron.2018.04.003>
7. Is the laser diffraction method reliable for soil particle size distribution analysis? / Yang Y., Wang, L., Wendroth, O. [et al.]. *Soil Science Society of America Journal*. March 2019. 83(2). P. 276–287. <http://dx.doi.org/10.2136/sssaj2018.07.0252>
8. Refractive index. *Britannica*. URL: <https://www.britannica.com/science/optics>
9. Чепур С. С. Біометрія : метод. посіб. Ужгород: Видавництво УжНУ «Говерла», 2015. 40 с. <https://dspace.uzhnu.edu.ua/jspui/handle/lib/3184>
10. Гороховський Є. Ю. Біометрія : метод. вказівки до лабораторних занять для здобувачів ступеня вищої освіти бакалавра напряму підготовки «Біологія». Запоріжжя : ЗНУ, 2018. 67 с.
11. Таблиці функцій та критичних точок розподілів. Розділи: Теорія ймовірностей. Математична статистика. Математичні моделі в психології. / укладач М. М Горнескуль. Харків: УЦЗУ, 2009. 90 с. URL: <http://repositsc.nuczu.edu.ua/handle/123456789/1530>
12. Горват А. А., Молнар О. О., Мінкович В. В. Методи обробки експериментальних даних з використанням MSExcel: Навчальний посібник. Ужгород: Вид-во УжНУ "Говерла", 2019. 182 с.

UDC 631.435

Importance of choosing the refractive index for determining soil granulometric composition by laser diffraction

M. O. Solokha^a, N. V. Vynokurova^b ✉

National Scientific Center "Institute for Soil Science and Agrochemistry Research named after O. N. Sokolovsky", Kharkiv, Ukraine

✉ mega_nadi1980@ukr.net

Received 21.01.2025; Revised 05.06.2025; Accepted 17.06.2025; Available online 27.12.2025

Abstract

The laser diffraction method is becoming increasingly widespread in the world due to its speed of execution, versatility and reproducibility of results. That is, it is a modern alternative to the classical sedimentation method, but less expensive and more accurate, which makes it very relevant in determining the nature of land damage as a result of military operations. But it requires verification by comparison with standard methods used in Ukraine. The article highlights the results of improving some aspects of the procedure for determining the granulometric composition of soil by the method of laser diffraction of samples using the Mastersizer 3000E laser particle analyzer from Malvern Instruments with a Hydro EV liquid dispersion module. The method of preparing a soil sample for analysis has been improved, the procedure for setting the optical parameter - the refractive index - has been developed, the obtained data have been compared with the results of analysis using the standardized method (DSTU 4730:2007) and statistical analysis of the compared data has been performed. The study was conducted on soil samples of the Forest-Steppe zone of Ukraine and chernozem of the typical Steppe northern under-moistened subzone, which were collected during 2021–2023. Based on the results of the study, an improved method of preparing soil samples for measurement on a laser particle analyzer was proposed, which

consists in creating a homogeneous paste after removing carbonates and taking a subsample for further disaggregation by boiling in a sodium hydroxide solution. A method was developed to determine the refractive index for a specific soil by comparing data obtained by the laser diffraction method for different refractive index parameters with data from a standardized method. The optimality criterion is the smallest sum of differences across all fractions. For soils of the Forest-Steppe zone, the refractive index is not the same: 1.39 for typical chernozem and podzolized chernozem of the Forest-Steppe moderately humid subzone and 1.40 for podzolized, dark-gray podzolized, gray forest and light-gray forest chernozem of other subzones of the Forest-Steppe. Analysis of soil sample fractions with the same refractive index showed that not every fraction has a linear relationship, that is, it is not possible to build a reliable regression model in the form of an equation for each fraction, which connects the content of each fraction isolated by the laser diffraction method with the content of each fraction by the DSTU 4730:2007 method. Nevertheless, for most fractions we have good and high quality regression models. Therefore, the laser diffraction method can be used as an alternative method for determining the grain size distribution of the soil.

Keywords: soil; particle size distribution; laser diffraction; sedimentation; sample preparation.

Citing: Solokha M. O., & Vynokurova N. V. (2025). Importance of choosing the refractive index for determining soil granulometric composition by laser diffraction. *AgroChemistry and Soil Science*, 98, 55-68. doi: 10.31073/acss98-04 [in Ukrainian].

References

1. Polakowski, C., Ryżak, M., Sochan, A., Beczek, M., Mazur, R., & Bieganski, A. (2021). Particle Size Distribution of Various Soil Materials Measured by Laser Diffraction—The Problem of Reproducibility. *Minerals*, 11(5), 465. <https://doi.org/10.3390/min11050465>
2. Igaz D., Aydin E., Šinkovičová M., Šimanský V., Tall A., & Horák J. (2020). Laser diffraction as an innovative alternative to standard pipette method for determination of soil texture classes in central Europe. *Water*, 12(5), 1232. <https://doi.org/10.3390/w12051232>
3. Kasmerchak, C. S., Masonb, J. A., & Liangb, M. (2019). Laser diffraction analysis of aggregate stability and disintegration in forest and grassland soils of northern Minnesota, USA. *Geoderma*, 338, 430–444. <http://dx.doi.org/10.3390/app11104427>
4. 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. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0176510>
5. Makó, A., Szabó, B., Rajkai, K., Szabó, J., Bakacsi, Z., Labancz, ... Barna, G. (2019). Evaluation of soil texture determination using soil fraction data resulting from laser diffraction method. *Int. Agrophys*, 33(4), 445–454. <https://doi.org/10.31545/intagr/113347>
6. Bieganski, A., Ryżak, M., Sochan, A., Barna, G., Hernádi, H., Beczek, M., ... Makó, A. (2018). Laser diffractometry in the measurements of soil and sediment particle size distribution. *Adv. Agron*, 151, 215–279. <https://doi.org/10.1016/bs.agron.2018.04.003>
7. Yang, Y., Wang, L., Wendroth, O., Liu, B., Cheng, C., Huang, T., & Shi, Y. (2019). Is the laser diffraction method reliable for soil particle size distribution analysis? *Soil Sci. Soc. Am. J.*, 83(2), 276–287. <https://doi.org/10.2136/sssaj2018.07.0252>
8. Refractive index. Britannica. URL: <https://www.britannica.com/science/optics>
9. Chepur, S. S. (2015). Biometrics: Methodological manual. Uzhgorod: Publishing house of UzhNU "Goverla". <https://dspace.uzhnu.edu.ua/jspui/handle/lib/3184> [In Ukrainian].
10. Horokhovskiy, E. Yu. (2018). Biometrics. Zaporizhzhia: ZNU [In Ukrainian.]
11. Gorneskul M. M. (Compil.) (2009). Tables of functions and critical points of distributions. Sections: Probability theory. Mathematical statistics. *Mathematical models in psychology*. Kharkiv. <http://repositsc.nuczu.edu.ua/handle/123456789/1530> [In Ukrainian.]
12. Horvat, A. A., Molnar, O. O., & Minkovych, V. V. (2019). Methods of processing experimental data using MSExcel: Textbook. Uzhhorod: Publishing House of UzhNU "Goverla" [In Ukrainian.]