

# USPOREDBA DVIJE METODE PROSIJAVANJA I SEDIMENTACIJE ZA ODREĐIVANJE GRANULOMETRISKOG SASTAVA TLA – MOGUĆNOSTI I OGRANIČENJA INTERPRETACIJE

## COMPARISON OF TWO SIEVING AND SEDIMENTATION METHODS FOR DETERMINATION OF PARTICLE SIZE DISTRIBUTION – POSSIBILITIES AND LIMITATIONS OF INTERPRETATION

Ivan PERKOVIĆ<sup>1</sup>, Nikola PERNAR<sup>1</sup>, Darko BAKŠIĆ<sup>1</sup>

### Sažetak

Granulometrijski sastav tla (GST) jedan je od najvažnijih parametara fizičkih značajki tla. Određivanje GST najčešće se temelji na kombinaciji mokrog prosijavanja i pipetiranja, a razlike između pojedinih metoda temelje se na različitim tretmanima uzoraka u pripremi suspenzije za mokro prosijavanje i pipetiranje. Kako je do sada u mnogim laboratorijima korištena metoda pripreme suspenzije s Na-pirofosfatom (i još se uvijek koristi), opravdana je upitnost usporedivosti rezultata s rezultatima normirane metode (norma ISO 11277). S obzirom na specifičnosti dviju metoda, postavljena je hipoteza o postojanju razlika između istih, bilo na razini granulometrijskog sastava ili teksturne interpretacije. U svezi s navedenim, cilj rada je testirati razlike između dviju navedenih metoda.

Istraživanje je provedeno na 67 uzoraka šumskog tla, od čega je 15 uzoraka iz njegovog površinskog dijela. Dobiveni rezultati istraživanja pokazali su da nema statistički značajne razlike između metoda za sve uzorke, kako iz mineralnog i iz površinskog dijela tla. Utvrđena je visoka korelacija između udjela svih istovrsnih frakcija određenih po različitim metodama.

U interpretaciji teksturnih oznaka na temelju teksturnog trokuta utvrđena je značajna razlika između frakcije pijeska i frakcije praha, dok kod frakcija gline nije bilo statistički značajne razlike. Veći udjel frakcije pijeska utvrđen je interpretacijom na temelju teksturnih klasa po staroj metodi, dok je za prah obrnut slučaj.

KLJUČNE RIJEČI: granulometrijski sastav tla, tekstura tla, Na-pirofosfat, Na-heksametafosfat, norma ISO 11277.

<sup>1</sup> Ivan Perković dipl. ing. šum., e-mail: iperkovic@sumfak.hr; prof. dr. sc. Nikola Pernar, e-mail: npernar@sumfak.hr; izv. prof. Darko Bakšić; Sveučilište u Zagrebu, Šumarski fakultet, Zavod za ekologiju i uzgajanje šuma, Svetošimunska 25, Zagreb, Hrvatska

## Uvod Introduction

Granulometrijski sastav tla (GST) jedan je od najvažnijih parametara fizičkih značajki tla. To je postotni maseni udjel primarnih čestica u tlu, klasificiranih prema veličini, odnosno ekvivalentnom promjeru. Većina klasifikacija čestica tla prema veličini temelji se na Atteberovoj podjeli, koja definira glinu kao čestice promjera manjeg od 2  $\mu\text{m}$ , prah od 2  $\mu\text{m}$  do 50  $\mu\text{m}$  i pijesak od 50  $\mu\text{m}$  do 2000  $\mu\text{m}$ . Radi se o česticama koje su prema prirodi sedimentacije (u skladu sa Stokesovim zakonom) ekvivalentne promjerima sferičnih čestica. Granice između pojedinih frakcija ovise o stupnju razvoja klasifikacije i njenog namjeni.

Prema Loveland i Whalley (2001) postoji otprilike 400 metoda za određivanje GST. U osnovi radi se o prosijavanju (suhom i mokrom), elutaciji (u struji tekuće vode) te o sedimentaciji. Svaki od ovih postupaka ima prednosti ili nedostatke za određene teksturne klase, tako da se najčešće primjenjuju metode koje kombiniraju postupke prosijavanja i sedimentacije. Postupci sedimentacije mogu uključivati dekantaciju, areometriju (hidrometriju) te pipetiranje. Najčešće se kao standardizirana metoda koristi kombinacija prosijavanja i pipetiranja (Gee i Bauder, 1986). Tehnološkim napretkom razvile su se i druge metode za određivanje GST u tlu, npr. laserska difrakcijska metoda (Cooper i dr. 1984; Buurman i dr. 1997).

Prije prosijavanja i pipetiranja tlo se mora dispergirati na primarne čestice. Disperzija tla postiže se kombinacijom kemijskih i mehaničkih tretmana. Kemijska sredstva za disperziju tla koja se uobičajno koriste su vodik peroksid ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), natrijev pirofosfat ( $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ), natrijev heksametafosfat ( $\text{NaPO}_3$ ), odnosno sredstva sličnih karakteristika (npr.  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ ). Uloga vodikovog peroksida je oksidacija organske tvari koja povezuje čestice tla u agregate, a natrij heksametafosfata zamjena  $\text{Ca}^{2+}$  iona s  $\text{Na}^+$  ionom u adsorpcijskom kompleksu tla, što rezultira dezagregacijom i disperzijom (suspendiranjem) primarnih čestica tla. (Kettler i dr. 2001).

Metoda mokrog prosijavanja kroz sita koristi se za izdvajanje čestica pijeska. Budući da su sva sita kvadratnog oblika, geometrija i orijentacija čestica imaju važnu ulogu u određivanju GST (Allen i Baudet, 1977; Matthews, 1991; Xu, 2002). Metoda pipetiranja koristi se za određivanje frakcija gline i praha, a bazirana je na Stokesovom zakonu (Gee i Or, 2002). Stokesovim zakonom se određuje brzina kretanja čestica u suspenziji uz pretpostavke:

- 1) brzina sedimentacije je konstantna. Reynoldov broj za čestice mora biti manji od 1 ( $\text{Re}_p < 1$ ),
- 2) čestice tla su krute, četvrtastog oblika i glatke,
- 3) gustoća čestica tla jednaka je gustoći kvarca 2,65  $\text{g cm}^{-3}$ ,

- 4) međusobni utjecaj između čestica i cilindra je zanemariv,
- 5) čestice nemaju utjecaj na viskoznost tekućine (Konert i Vanderberghe, 2007).

Odstupanje od Stokesovog zakona koji utječe na GST očekuje se kod čestica praha nepravilnog oblika ili kod većine glinenih čestica cjevastog oblika. Tlo se sastoji od čestica različitih gustoća, koje su uglavnom određene svojim mineralnim sastavom. Neujednačene gustoće tla mogu jako utjecati na GST (Wen i dr., 2002). Metoda sedimentacije i pipetiranja ima nekoliko važnih nedostataka: dugo vrijeme trajanja analize, kao i velik utjecaj laboratorijske opreme i tehničara koji radi analizu (Syvitski i dr., 1991).

Na Šumarskom fakultetu u Zagrebu GST se do 2009 god. određivao metodom prosijavanja i pipetiranja nakon pripreme tla s Na-pirofosfatom prema Pedološkom priručniku (stara metoda) (Škorić, 1965). Opremanjem Ekološko-pedološkog laboratorija Šumarskog fakulteta 2009 god. određivanje GST izvodi se prema normi ISO 11277 (2009). Najvažnija razlika između ovih metoda je da se prema ISO normi 11277 vrši predtretman s vodikovim peroksidom, koji oksidira organsku tvar tako da se određuje GST samo u mineralnim česticama tla, dok se prema staroj metodi određivanja GST organska tvar nije uklanjala.

Cilj rada je utvrditi postoji li razlika u rezultatu određivanja GST između stare metode i norme ISO 11277 na sveukupnom broju uzoraka i posebno u površinskom dijelu tla. Isto tako, cilj je testirati razliku u teksturnoj interpretaciji rezultata GST dobivenih prema ove dvije metode.

## Materijal i metode rada Material and methods

Za potrebe analiza uzeli smo 67 uzoraka šumskog tla iz dva područja u Hrvatskoj 30 uzoraka iz Slavonije iz Spačvanškog bazena, 37 uzoraka iz središnjeg dijela Hrvatske.

Usporedili smo postoji li statistički značajna razlika između metoda na sveukupnom broju uzoraka. Također smo usporedili postoji li statistički značajna razlika u uzorcima iz površinskog sloja tla, s obzirom da se po normi ISO 11277 oksidira organska tvar koja se s većim udjelom nalazi upravo u površinskom dijelu tla. Na temelju dobivenih rezultata izvršena je interpretacija podataka mjerenih po podjelama (klasifikacijama) stare metode i norme ISO 11277 na teksturnom trokutu (FAO 2006). Po staroj metodi raspon veličina tri glavne frakcije iznosi: pijesak (2000 – 20  $\mu\text{m}$ ), prah (20 – 2  $\mu\text{m}$ ) i glina < 2  $\mu\text{m}$  dok po normi ISO 11277 veličina frakcija iznosi: pijesak (2000 – 63  $\mu\text{m}$ ), prah (63 – 2  $\mu\text{m}$ ) i glina < 2  $\mu\text{m}$ . Usporedba teksturnih oznaka izvršena je na svim analiziranim uzorcima.

Prije početka analize uzorci su osušeni, zdrobljeni i prosijani kroz sito sa žičanom mrežom gustoće pletiva 2x2 mm

(ISO 11464 2006). Čestice tla < 2000  $\mu\text{m}$  koje se koriste za daljnju analizu naziva se sitnica tla. Laboratorijskim analizama u obje metode odredili smo pet frakcija tla: krupni pijesak (2000 – 200  $\mu\text{m}$ ), sitni pijesak (200 – 63  $\mu\text{m}$ ), krupni prah (63 – 20  $\mu\text{m}$ ), sitni prah (20 – 2  $\mu\text{m}$ ) i glinu < 2  $\mu\text{m}$ .

### Stara metoda s Na-pirofosfatom (SM) – Old method with Na-pyrophosphate

Za određivanje GST po staroj metodi uzima se 10 g tla koje se prebaci u Erlenmeyerovu tikvicu od 300 ml, prelije se s 25 ml Na-pirofosfata promućka i ostavi preko noći. Sljedeće jutro uzorak se mućka na mućkalici 6 sati. Nakon toga, suspenzija se prebaci kroz dva sita gustoće pletiva 200  $\mu\text{m}$  i 63  $\mu\text{m}$  u sedimentacijski cilindar volumena 1000 ml. Cilindar sa suspenzijom tla zatvori se čepom i mućka naizmjeničnim okretanjem kompletnog cilindra sa suspenzijom za 180° 1 minutu radi homogenizacije suspenzije. Nakon mućkanja cilindar se odloži kako bi se čestice tla u suspenziji počele taložiti. Brzina taloženja ovisi o veličini čestica. Prema Stokesovom zakonu čestice ekvivalentnog promjera 20  $\mu\text{m}$  (prah i glina) pri temperaturi od 20 °C put od 10 centimetara taloženjem pređu za 4 minute i 48 sekundi. Nakon 4 min i 48 sek na dubini od 10 cm pipetom se uzorkuje 10 ml suspenzije u kojoj se nalaze samo čestice kojima je ekvivalentni promjer jednak ili manji od 20  $\mu\text{m}$  i prebaci se u porculanski lončić poznate mase. Ako se početna koncentracija u 10 ml (0,2 g) označi kao 100 %, tada se lako izračuna postotni sadržaj čestica manjih od 20  $\mu\text{m}$  (čestice sitnog praha i gline).

Sitni prah i glina % = (masa uzorka sitnog praha i gline/0,1 g) · 100 %

Na isti se način uzima uzorak čestica < 2  $\mu\text{m}$  (glina) nakon 4 (8) sati s dubine od 5 (10) cm. Porculanski lončići suše se u sušioniku na temperaturi 105 °C do konstantne mase.

Postotak frakcije krupnog i sitnog pijeska dobije se prema sljedećem obračunu:

Pijesak % = (masa suhog pijeska/ukupna masa uzorka od 10 g) · 100 %

Postotak frakcija gline dobije se prema sljedećem obračunu:

Glina % = (masa uzorka gline/0,1g) · 100 %.

Od mase uzorka gline odbijamo masu otopljenog Na – pirofosfata u iznosu od 0,0068 g.

Krupni prah % = 100 % – (Krupni pijesak % + Sitni pijesak % + Sitni prah % + Glina %)

Starom metodom s Na-pirofosfatom određivali smo četiri frakcije (krupni i sitni pijesak, sitni prah i glinu). Postotak

pete frakcije (krupnog praha) izračunava se tako da se od 100 % oduzmu prethodno određene četiri frakcije.

Originalna metoda iz Pedološkog priručnika određivala je četiri frakcije tla: krupni pijesak (2000 – 200  $\mu\text{m}$ ), sitni pijesak (200 – 20  $\mu\text{m}$ ), prah (20 – 2  $\mu\text{m}$ ) i glinu < 2  $\mu\text{m}$ . Za potrebe rada staru metodu s Na-pirofosfatom modificirali ("modificirana" SM) smo tako da smo umjesto jednog prosijavanja kroz sito gustoće pletiva 200  $\mu\text{m}$  sitnicu tla prosijali kroz dva sita gustoće pletiva 200  $\mu\text{m}$  i 63  $\mu\text{m}$  radi usporedbe s normom ISO 11277.

### Norma ISO 11277 – Standard ISO 11277

Za određivanje GST po normi ISO 11277 normi odvagane se od 10 (glinovito tlo) do 30 g (pjeskovito tlo) sitnice tla u 650 ml čašu (za rad je odvaga bila 15 g). Uzorak se prelije s 30 ml vode i 30 ml 30 %-tnog vodikovog peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) radi destrukcije (oksidacije) organske tvari tla. Poslije oksidacije organske tvari uzorak se prebaci u Erlenmeyerovu tikvicu i prelije s 25 ml disperznog sredstva (otopina natrijevog heksametafosata i natrijevog karbonata) i mućka u saltacijskoj mućkalici 18 sati. Nakon mućkanja suspenzija se prebaci kroz dva sita gustoće pletiva 200  $\mu\text{m}$  i 63  $\mu\text{m}$  u sedimentacijski cilindar volumena 500 ml. Sadržaj sedimentacijskog cilindra mućka se u horizontalnom položaju najmanje 2 minute radi homogenizacije suspenzije. Sedimentacijski cilindar postavi se uspravno u bazen s konstantnom temperaturom, tako da je spreman za pipetiranje. Vrijeme pipetiranja ovisi o temperaturi bazena (što je veća temperatura, brža je sedimentacija i vrijeme pipetiranja). Sadržaj iz pipete ispusti se u prethodno odvagani porculanski lončić. Porculanski lončić se suši u sušioniku na temperaturi 105 °C do konstantne mase. Na gore opisan način određene su frakcije krupnog praha, sitnog praha i gline. Masa pojedine frakcije u suspenziji u cilindru (bez obzira o kojem se pipetiranju radi) izračunava se na temelju odnosa količine suspenzije u cilindru i količine suspenzije u pipeti (mase grubljih frakcija, zaostalih na sitima već su poznate). Pri tomu, da bi se dobila masa određene teksturne frakcije ( $m_{\text{fxc}}$ ), mora se provesti korekcija tako da se od mase solidifikata oduzme masa disperznog sredstva u pipeti:

$$m_{\text{fxc}} = (m_{\text{sxp}} - m_{\text{dp}}) \cdot (500/V_p)$$

gdje je:

$m_{\text{fxc}}$  – sveukupna masa neke frakcije u cilindru od 500 ml (g)

$m_{\text{sxp}}$  – masa solidifikata (teksturna frakcija + dispergent) u pipeti (g)

$m_{\text{dp}}$  – masa disperznog sredstva u pipeti – uzima se da je masa disperznog sredstva u pipeti kod svakog pipetiranja ista

$V_p$  – obujam kalibrirane pipete (ml)

Teksturne frakcije se označe na sljedeći način:

$f_1 = 63\text{--}20\ \mu\text{m}$  – I pipetiranje (44–56 s nakon mućkanja) – krupni prah

$f_2 = 20\text{--}2\ \mu\text{m}$  – II pipetiranje (3 min i 41 s – 4 min i 38 s nakon mućkanja) – sitni prah

$f_3 = < 2\ \mu\text{m}$  – III pipetiranje (6 h, 9 min i 45 s – 7h, 44 min i 16 s nakon mućkanja) – glina

Analogne oznake daju se i pojedinim talozima (solidifikacija) u čašicama.

Tada se masa pojedine frakcije u cilindru obračunava:

$$m_{f1c} = (m_{s1p} - m_{dp}) \cdot (500/V_p)$$

$$m_{f2c} = (m_{s2p} - m_{dp}) \cdot (500/V_p)$$

$$m_{f3c} = (m_{s3p} - m_{dp}) \cdot (500/V_p)$$

Metoda izračuna granulometrijskog sastava temeljenog na prosijavanju i sedimentaciji uzima za polazište da je masa uzorka ( $m_t$ ) suma izmjerenih masa pojedinih frakcija, a ne masa uzorka sitnice tla s kojim se ušlo u analizu. To znači da se zbrajaju mase frakcija pijeska dobivene prosijavanjem ( $m_{f0,2}$  i  $m_{f0,063}$ ) te mase frakcija dobivene pipetiranjem. Tako dobivena masa uzorka ( $m_t$ ) osnova je za iskazivanje udjela pojedinih teksturnih frakcija ( $P_x$ ) u sitnici tla ( $\phi < 2\ \text{mm}$ ) – obično se iskazuje u postocima:

$$P_x = (m_{fx}/m_t) \cdot 100$$

U tablici 1 prikazane su razlike u postupcima pripreme uzoraka između stare metode i norme ISO 11277.

Za analizirane varijable uzoraka tla napravljena je deskriptivna statistika: broj uzoraka, aritmetička sredina, medijan, standardna devijacija, minimum i maksimum, korelacije i t-test. Razina značajnosti od 5 % u svim testovima smatrana je statistički značajnom. Statističke analize provedene su u statističkom paketu STATISTICA 7.1.

## Rezultati istraživanja i rasprava

### Research results and discussion

#### Granulometrijski sastav tla (GST) – Particle size distribution

Statističkom analizom t-testom utvrđeno je da ne postoji statistički značajna razlika između stare metode i ISO 11277 norme ni u jednoj frakciji iz površinskog dijela tla. U svim uzorcima utvrđena je visoka korelacija za sve mjerene frakcije ( $r = 0,98$  za krupni pijesak,  $r = 0,96$  sitni pijesak,  $r = 0,94$  krupni prah,  $r = 0,84$  sitni prah i  $r = 0,97$  glina).

U tablici 2 prikazana je deskriptivna analiza za uzorke iz površinskog horizonta s povećanim udjelom organske tvari. U njima nije utvrđena statistički značajna razlika između dviju metoda.

**Tablica 1.** Razlika u postupku između stare metode s Na-pirofosfatom i ISO 11277 norme

**Table 1** Difference in the procedure between the old method with Na pyrophosphates and ISO 11277.

Postupak Procedure	Stara metoda Old method	ISO 11277
Uzorak tla Soil sample	10 g	10–30 g
Predtretman s $\text{H}_2\text{O}_2$ Pretreatment with $\text{H}_2\text{O}_2$	Ne/No	Da/Yes
Disperzno sredstvo Disperse agent	Na-pirofosfat Na-pyrophosphate	Na-heksametafosfat Na-hexametaphosphate
Volumen cilindra Volume cylinder	1000 ml	500 ml
Volumen pipete Volume pipette	10 ml	26 ml
Mučkalica Shaker	Naizmjničnim okretanjem za $180^\circ$ Alternating turn for $180^\circ$	Saltacijska mućkalica Rotating shakers
Mučkanje uzorka Shake sample	6 sati/6 hours	18 sati/18 hours
Vrijeme pipetiranja Pipette time	Konstantno Constant	Ovisi o temperaturi Depend about temperature
Obračun Calculation	Četri mjerene, jedna računski Four measuring, one calculating	Pet mjernih Five measuring
Masa uzorka tla za izračun udjela pojedinih frakcija Soil mass four calculating	10 g	Zbroj masa izdvojenih (odpipetiranih i na situ izdvojenih) frakcija Sum mass (pipette and sieve) of soil fraction

**Tablica 2.** Deskriptivna statistika za uzorke u površinskom dijelu tla

**Table 2** Descriptive statistics for the samples from the topsoil layer

Varijable Variable	N	Aritm. sr. Mean	Medijan Median	Min.	Max.	St. dev.
ISO 11277 2000 – $200\ \mu\text{m}$	15	11,61	10,27	2,94	30,19	8,01
ISO 11277 200 – $63\ \mu\text{m}$	15	4,94	3,76	1,03	16,29	4,07
ISO 11277 63 – $20\ \mu\text{m}$	15	22,43	23,64	7,43	35,93	9,38
ISO 11277 20 – $2\ \mu\text{m}$	15	34,68	37,46	13,28	42,72	7,28
ISO 11277 $< 2\ \mu\text{m}$	15	26,34	25,23	18,97	45,19	7,25
SM Old method 2000 – $200\ \mu\text{m}$	15	10,80	9,17	3,13	29,52	7,89
SM Old method 200 – $63\ \mu\text{m}$	15	3,89	2,92	0,86	15,28	3,67
SM Old method 63 – $20\ \mu\text{m}$	15	25,47	27,70	9,27	36,49	9,11
SM Old method 20 – $2\ \mu\text{m}$	15	36,63	37,60	18,80	45,00	7,08
SM Old method $< 2\ \mu\text{m}$	15	23,21	23,00	16,10	41,20	7,10

**Tablica 3.** Deskriptivna statistika za ukupan broj analiziranih uzoraka  
**Table 3** Descriptive statistics for the total number of analyzed samples

Varijable Variable	N	Aritm sr. Mean.	Medijan Median	Min.	Max.	St. dev.
ISO 11277 2000 – 200 $\mu\text{m}$	67	8,98	3,32	0,05	60,98	12,59
ISO 11277 200 – 63 $\mu\text{m}$	67	3,44	1,31	0,12	21,97	4,18
ISO 11277 63 – 20 $\mu\text{m}$	67	21,88	22,75	5,64	35,93	7,34
ISO 11277 20 – 2 $\mu\text{m}$	67	34,46	35,97	6,25	43,31	6,88
ISO 11277 < 2 $\mu\text{m}$	67	31,23	31,67	5,17	47,63	10,57
SM Old method 2000 – 200 $\mu\text{m}$	67	8,48	3,73	0,08	59,88	11,96
SM Old method 200 – 63 $\mu\text{m}$	67	3,08	1,35	0,19	17,35	3,55
SM Old method 63 – 20 $\mu\text{m}$	67	22,60	22,85	3,07	39,08	8,08
SM Old method 20 – 2 $\mu\text{m}$	67	36,04	37,10	11,10	45,00	6,58
SM Old method < 2 $\mu\text{m}$	67	29,80	31,80	8,60	44,80	10,16

Na sveukupnom broju uzoraka također nije utvrđena statistički značajna razlika između metoda (tab. 3). U uzorcima je utvrđena korelacija za sve frakcije ( $r = 0,99$  za krupni pijesak,  $r = 0,97$  sitni pijesak,  $r = 0,89$  krupni prah,  $r = 0,88$  sitni prah i  $r = 0,97$  glina).

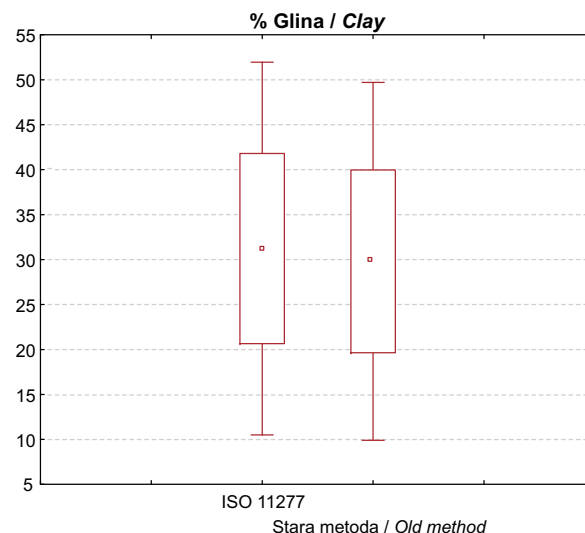
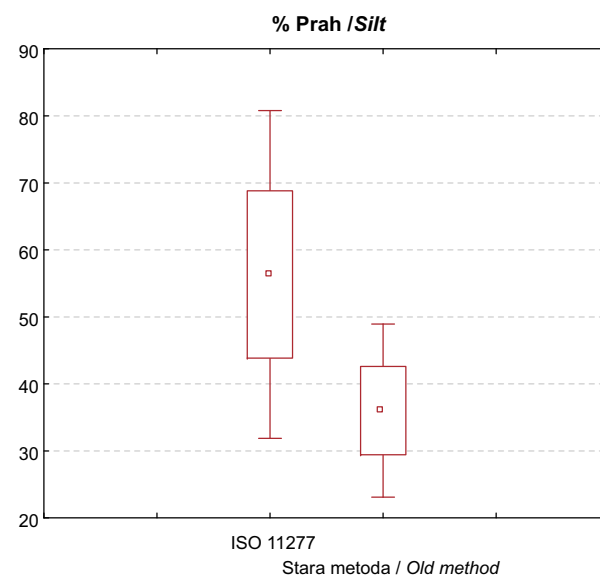
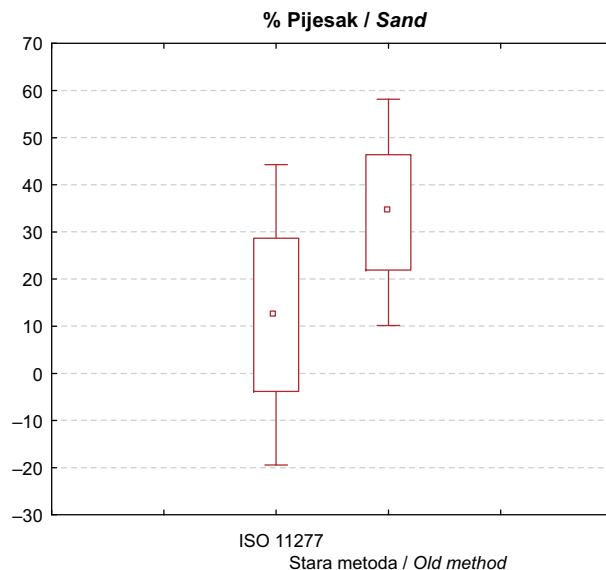
Di Stefano i dr. (2010). navodi da u uzorcima u kojima izostane predtretman s  $\text{H}_2\text{O}_2$  nema statistički značajane razlike u frakcijama praha i gline u odnosu na uzorke s predtretmanom. Nadalje Di Stefano i dr. (2010). navode da u uzorcima u kojima je cilj istraživanja frakcija gline nije nužan predtretman s  $\text{H}_2\text{O}_2$ . Beulselinck i dr. 1998. utvrdili su visoku korelaciju u uzorcima pijeska, praha i gline prije i poslije uklanjanja organske tvari ( $r=0,99$ ). Proučavajući utjecaj organske tvari na GST černozema u Rusiji Shein i dr. (2006). su utvrdili da nema razlike između analiza sa i bez predtretmana s  $\text{H}_2\text{O}_2$  u frakcijam gline i praha. Sve navedene reference potvrđuju rezultate prikazane u ovome radu.

Kao i kod uzoraka u površinskom dijelu tla, aritmetička sredina udjela krupnog i sitnog pijeska veća je u normi ISO 11277. Razlog tomu leži u utjecaju laboratorijske opreme i

**Tablica 4.** Deskriptivna statistika teksture tla prema teksturnom trokutu (FAO 2006) za ukupan broj uzoraka.

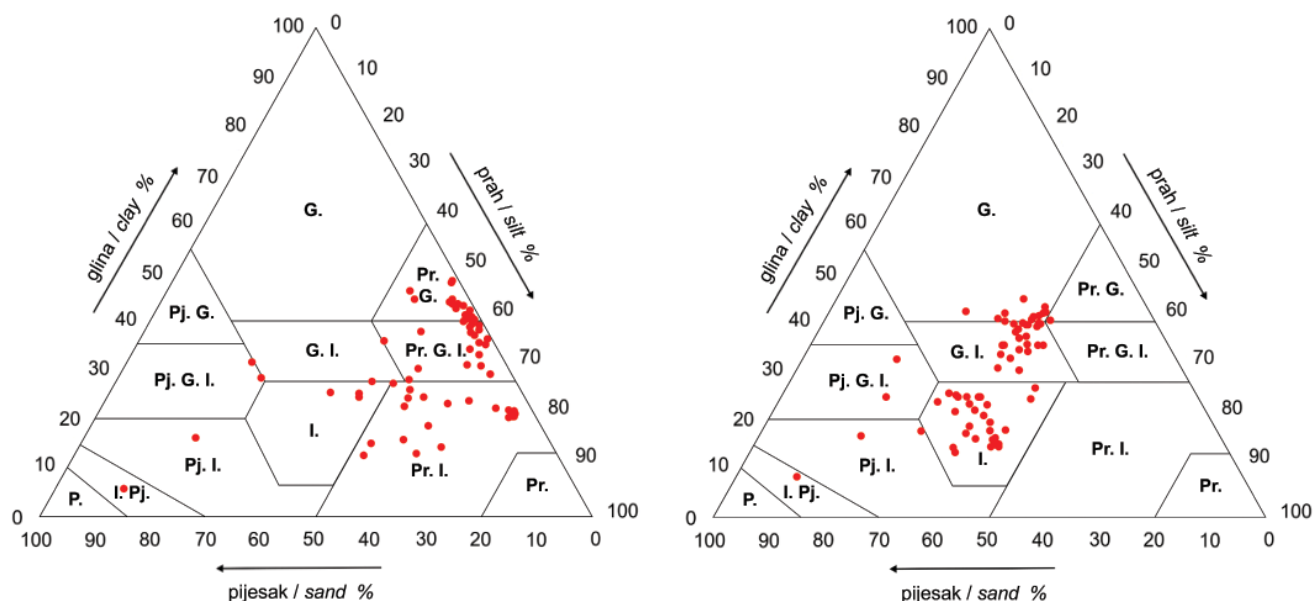
**Table 4** Descriptive statistics of soil texture according to the soil texture triangle (FAO 2006) for the total number of the samples

Varijable Variable	N	Aritm sr. Mean.	Medijan Median	Min	Max	St. dev.
ISO 11277 pijesak / sand	67	12,43	4,75	0,25	82,95	16,26
SM pijesak /Old method sand	67	34,16	31,20	18,30	80,30	12,25
ISO 11277 prah/ silt	67	56,34	58,06	11,89	75,78	12,48
SM prah /Old method silt	67	36,04	37,10	11,10	45,00	6,59
ISO 11277 glina / clay	67	31,23	31,67	5,17	47,63	10,57
SM glina /Old method clay	67	29,80	31,80	8,60	44,80	10,16



**Slika 1.** Aritmetičke sredine i varijabilnost % pijeska, praha i gline između norme ISO 11277 i stare metode.

**Figure 1** Arithmetic means and variability % of sand, silt and clay between ISO 11277 and the old method.



**Slika 2.** Teksturna podjela prema FAO 2006: nova podjela (lijevo), stara podjela (desno); Legenda: G. – glina; Pj.G. – pjeskovita glina; Pr.G. – praškasta glina; G.I. – glinasta ilovača; Pj.G.I. – pjeskovito glinasta ilovača; Pr.G.I. – praškasto glinasta ilovača; I. – ilovača; Pj.I. – pjeskovita ilovača; Pr.I. – praškasta ilovača; I.Pj. – ilovasta pjeskulja; Pr. – prah; P. – pijesak

**Figure 2** Textural classification according to FAO 2006: new classification (left), old classification (right); Legend: G. – clay; Pj.G. – sandy clay; Pr.G. – silty clay; G.I. – clay loam; Pj.G.I. – sandy clay loam; Pr.G.I. – silty clay loam; I. – loam; Pj.I. – sandy loam; Pr.I. – silty loam; I.Pj. – loamy sand; Pr. – silt; P. – sand

tehničara koji radi analizu (Syvitski i dr., 1991). Prilikom rada veći utjecaj je u laboratorijskoj opremi jer je cilindar u normi ISO 11277 od 500 ml, što može predstavljati ograničenje potpunom ispiranju čestica kroz sito.

### Teksturna oznaka tla – Soil texture

Na temelju dobivenih podataka o GST pridružene su teksturne oznake prema teksturnom trokutu (FAO 2006). Pri tomu je utvrđeno da postoji velika razlika u interpretaciji podataka, ovisno o primijenjenoj klasifikaciji primarnih čestica prema veličini. U staroj metodi veličine tri glavne frakcije su u rasponu: pijesak (2000 – 20  $\mu\text{m}$ ), prah (20 – 2  $\mu\text{m}$ ) i glina (<2  $\mu\text{m}$ ). Po normi ISO 11277 veličine glavnih frakcija su: pijesak (2000 – 63  $\mu\text{m}$ ), prah (63 – 2  $\mu\text{m}$ ) i glina (<2  $\mu\text{m}$ ). Iz tablice 4 vidljivo je da postoji značajna razlika između stare metode i ISO 11277 norme. Utvrđen je značajno veći postotak pijeska u staroj metodi zbog većeg raspona veličine frakcije, dok je postotak praha veći u normi ISO 11277. Aritmetička sredina analiziranih uzoraka za frakcije pijeska po staroj metodi iznosi 34,16 %, dok po normi ISO 11277 iznosi svega 12,43 %. Aritmetička sredina frakcija praha po normi ISO 11277 iznosi 56,34 %, a kod stare metode 36,04 %. Nije utvrđena statistički značajna razlika u frakciji gline, jer se frakcije gline u obje klasifikacije uzima kao čestice promjera < 2  $\mu\text{m}$ .

Na temelju analiziranih 67 uzoraka na slici 2 prikazani su teksturni trokuti tla u kojima su uočljive razlike u interpretaciji podataka prema normi ISO 11277 i staroj metodi. Od 67 uzoraka u < 10 % smo dobili jednaku teksturnu frakciju.

U normi ISO 11277 vidljiv je pomak prema praškastim teksturnim oznakama u odnosu na staru metodu, što je i razumljivo jer je veći raspon za frakcije praha prema normi ISO 11277.

U posljednje vrijeme razvijaju se modeli za usporedbu različitih sustava klasifikacija. Uspoređujući Ruski klasifikacijski sustav prema Kachinskom, Shein (2009) je istraživao mogućnosti usporedbe ruskog klasifikacijskog s internacionalnim. Minasny i dr. (1999) i Minasny i McBratney (2001) razvili su empirijski model kojim su uspoređivali veličine frakcija 2 – 20 – 2000  $\mu\text{m}$  (Australijski sistem) s veličinom frakcija 2 – 50 – 2000  $\mu\text{m}$  (USA/FAO sistem) i 2 – 63 – 2000  $\mu\text{m}$ , radi mogućnosti testiranja vodnih značajki tla u Australiji.

### Zaključci Conclusions

1. Na analiziranim uzorcima nije utvrđena statistički značajna razlika u granulometrijskom sastavu tla između modificirane stare metode i norme ISO 11277, kako na sveukupnom broju uzoraka, tako i na uzorcima iz površinskog dijela tla na kojima su se određivalo pet frakcija: krupni i sitni pijesak, krupni i sitni prah i glina.
2. Na temelju podjele na tri glavne frakcije (pijesak, prah i glina) utvrđen je veći postotak pijeska i manji postotak praha prema staroj metodi u odnosu na normu ISO 11277. Ova razlika izravno se odražava na teksturnu interpretaciju. Za frakcije gline nema statistički značajne razlike između metoda.

3. Slijedom prethodnog zaključka, u teksturnoj interpretaciji, pomoću teksturnog trokuta, između istraživanih metoda pojavljuju se značajne razlike. Od 67 uzoraka u < 10 % dobili smo jednaku teksturnu oznaku. Ove razlike smatramo vrlo bitnim za razumijevanje značajki tla za korisnika dotičnih podataka.

## Literatura References

- Allen, T., M. G. Baudet, 1977: The limits of gravitational sedimentation, *Powder Technology* 19, pp. 131–138.
- Beulselinck, L., G. Govers, J. Poesen, G. Degraer, L. Froyen, 1998: Grain-size analysis by laser diffractometry: comparison with sieve-pipette method, *Catena* 32, pp. 193–208.
- Buurman, P., T. Pape, C. C Mugler, 1997: Laser grain-sizedetermination in soil genetic studies. 1. Practical problems, *Soil Science* 162, pp. 211–218.
- Cooper, L. R., R. L Haverland, D. M. Hendricks, W. G. Knisel, 1984: Microtac particle-size analyzer: an alternative particlesize determination method for sediment and soils, *Soil Science* 138, pp. 138–146.
- Di Stefano, C. Ferro, V. Mirabile, S. 2010: Comparison between grain-size analyses using laser diffraction and sedimentation methods. *Biosystem engineering* 10 (2010). pp. 205–215.
- Gee, G. W., J. W Bauder, 1986: Particle – size analysis, In: Klute A. (ed.): *Methods of Soil Analysis*. No. 9, Part 1 in the series *Agronomy*, pp. 383–411.
- Gee, G. W., D. Or, 2002: Particle-size analysis. In: J. H. Dane & G. C. Topp (Eds.), *Soil Science Society of America Book Series: Vol. 5, Methods of soil analysis. Part 4. Physical methods*, pp. 255–293.
- FAO, 2006: *Guidelens for soil description*, pp. 25–29.
- ISO 11277, 2009: *Soil quality –Determination of particle size distribution in mineral soil material – Method by sieving and sedimentation*.
- ISO 11464, 2006: *Soil quality – Pretreatment of samples for physico-chemical analysis*.
- Kettler, T. A., W. J Doran, T. L Gilbert, 2001: *Simplified Method for Soil Particle-Size Determination to Accompany Soil-Quality Analyses*, Publications from USDA-ARS / UNL Faculty, pp. 305.
- Konert, M., J. Vanderberghe, 2007: Comparison of laser grain size analysis with pipette and sieve analysis: a solution for the underestimation of the clay fraction, *Sedimentology* (1997) 44, pp. 523–535.
- Loveland, P. G., W. R. Whalley, 2001: Particle size analysis. In: Smith K.A, Mullins C.E. (eds.): *Soil and Environmental Analysis. Physical Methods*. Marcel Dekker, Inc., New York.
- Matthews, M. D., 1991: The effect of grain shape and density on size measurement. In: *Principles, Methods, and Application of Particle Size Analysis*. J. P. M. Syvitski (ed.) Cambridge University Press, New York, NY, pp. 22–33.
- Minasny, B., A. B. McBratney, 2001: The Australian soil texture boomerang: a comparison of the Australian and USA/FAO soil particle-size classification systems. *Australian Journal of Soil Research* 39, pp. 1443–1451.
- Minasny, B., A. B. McBratney, K. L. Bristow, 1999: Comparison of different approaches to the development of pedotransfer functions for water-retention curves, *Geoderma* 93, pp. 225–253.
- Shein, E. V., 2009: The Particle-Size Distribution in Soils: Problems of the Methods of Study, Interpretation of the Results, and Classification., *Eurasian Soil Science*, 2009, Vol. 42, pp. 284–291.
- Shein, E. V., E. Yu. Milanovskii, A. Z. Molov, 2006: The Effect of Organic Matter on the Difference between Particle-Size Distribution Data Obtained by the Sedimentometric and Laser Diffraction Methods ISSN 1064-2293, *Eurasian Soil Science*, 2006, Vol. 39, Suppl. 1, pp. 84–90.
- Syvitski, J. P. M., K. W. G. LeBlanc, K. W. Asprey, 1991: Inter laboratory, instrument calibration experiment. In: *Principles, Methods, and Application of Particle Size analysis* (Ed. by J. P. M. Syvitski), Cambridge University Press, Cambridge, pp. 119–128.
- Škorić, A., 1965: *Pedološki praktikum (Pedology guide)*, Zagreb 1965, pp. 18–23.
- Wen, B., A. Aydin, N. S. Duzgoren-Aydin, 2002: A comparative study of particle size analyses by sieve-hydrometer and laser diffraction methods. *Geotechnical Testing Journal*, 25, pp. 434–442.
- Xu, R., 2002: *Particle Characterization: Light Scattering Methods*. Kluwer Academic Publishers, New York, NY.
- Comparison of two sieving and sedimentation methods for determination of particle size distribution – possibilities and limitations of interpretation

## Summary

The purpose of this research was to comparison of two sieving and sedimentation methods for determination of particle size distribution (PSD). Until 2009, PSD was determined at the Faculty of Forestry in Zagreb by a sieve and pipette method after soil preparation using Na-pyrophosphate according to the Pedological manual (old method) (Škorić, 1965). Since the opening of the ecological-pedological laboratory at the Forestry Faculty in 2009, PSD determination has been performed according to the ISO 11277 (2009) Standard. The most important difference between the two methods is that according to the ISO 11227 Standard, pre-treatment is accomplished with hydrogen peroxide which oxidizes the organic matter, so that PSD is determined only in mineral soil particles, while according to the old method, the organic matter was not removed at PSD determination.

The purpose of this research was to establish whether there was a difference in the results of PSD determination between the old method and the ISO 11277 Standard in the overall number of samples and particularly in the topsoil. Another goal was to test the difference in the textural interpretation of PSD results obtained by these two methods.

For the needs of the analysis, 67 forest soil samples were taken from two areas in Croatia. The two methods were compared in order to determine whether there was a statistically significant difference in the total number of the samples. A comparison was also made to determine whether there was a statistically significant difference between the samples taken from the topsoil layer, since according to ISO 11277 the organic matter largely found in the surface soil part oxidizes.

Statistical analysis and t-test revealed no statistically significant difference in any single fraction from the topsoil layer between the old method and ISO 11277. A high correlation was found in the topsoil layer for all the measured fractions ( $r = 0.98$  for coarse sand,  $r = 0.96$  fine sand,  $r = 0.94$  coarse silt,  $r = 0.84$  fine silt and  $r = 0.97$  clay) as well as in the all established samples ( $r = 0.99$  for coarse sand,  $r = 0.97$  fine sand,  $r = 0.89$  coarse silt,  $r = 0.88$  fine silt and  $r = 0.97$  clay).

Based on the classification into three main fractions (sand, silt and clay) a higher percentage of sand and a lower percentage of silt was established by the old method compared with ISO 11277. This difference is directly reflected on textural interpretation. No statistically significant difference between the two methods was found for the clay fraction.

---

KEY WORDS: particle size distribution, soil texture, Na-pyrophosphate, Na-hexametaphosphate, ISO 11277