

# LAZER KIRINIM YÖNTEMİYLE ZEMİNLERİN TANE BÜYÜKLÜĞÜ DAĞILIMININ BELİRLENMESİ: GENEL İLKELER VE ÖRNEK HAZIRLAMA YÖNTEMİ

**Mustafa ÖZER ve Mehmet ORHAN**

Yapı Eğitimi Bölümü, Teknik Eğitim Fakültesi, Gazi Üniversitesi, 06500 Beşevler, Ankara  
[ozerm@gazi.edu.tr](mailto:ozerm@gazi.edu.tr), [orhanm@gazi.edu.tr](mailto:orhanm@gazi.edu.tr)

(Geliş/Received: 09.11.2005; Kabul/Accepted: 15.01.2007)

## ÖZET

Bu çalışmada, lazer kırınım yönteminin genel ilkeleri ve bu yöntemle zeminlerin tane büyüklüğü dağılımının belirlenmesinde dikkat edilmesi gereken konular ele alınmış ve örnek alma yöntemi, sonuçların tekrarlanabilirliği ve analizlerde çeşme suyunun kullanılabilirliği araştırılmıştır. Lazer kırınım analizlerinde 0.1 – 0.5 g arasında değişen çok az bir örnek yeterli olmaktadır. Ancak, bu kadar az bir örneğin bütünü temsil edecek şekilde alınması veya azaltılması için uygulanan standart bir yöntem henüz bulunmamaktadır. Bu çalışmada, örnek alınması için bir yöntem önerilmiş ve bu yöntemin uygulanabilirliği tartışılmıştır. Önerilen yöntemle göre alınan örneklerin  $d_{10}$ ,  $d_{50}$  ve  $d_{90}$  parametrelerinin değişim katsayıları hesaplanıp ISO 13320’de belirtilen üst sınır değerlerle karşılaştırılmış ve önerilen yöntemin uygulanabilir olduğu ortaya konulmuştur. Önerilen yöntemin herhangi bir cihaz gerektirmeden basit araç gereçlerle uygulanabilmesi gibi avantajları da bulunmaktadır. Bununla birlikte, lazer kırınım analizlerinde damıtık su, havası alınmış damıtık su, çeşme suyu ve havası alınmış çeşme suyu kullanılmasının analiz sonuçları üzerindeki etkisi de araştırılmıştır. Sonuçta, lazer kırınım analizlerinde çeşme suyu kullanılmasının bir sakıncasının olmadığı ortaya konulmuştur.

**Anahtar kelimeler :** Lazer kırınım yöntemi, tane büyüklüğü dağılımı, zemin, örnek alma yöntemi.

## DETERMINATION OF SOIL PARTICLE SIZE DISTRIBUTION USING LASER DIFFRACTION METHOD: GENERAL PRINCIPLES AND SAMPLING METHOD

### ABSTRACT

In this study, general principles of laser diffraction method and important subjects for the determination of soil particle size distribution by this method are considered, and sampling method, repeatability of results and suitability of tap water in the analysis are investigated. In the laser diffraction analysis 0.1 – 0.5 g sample is adequate. However there is no standard sampling method for taking 0.1 – 0.5 g sample which is representative of the whole sample. In this study a sampling method was proposed and its practicability was discussed. Coefficients of variation of  $d_{10}$ ,  $d_{50}$  and  $d_{90}$  parameters of samples taken according to proposed method are calculated and compared with upper limit values defined in ISO 13320, and has been shown that suitability of proposed method. Proposed method has advantages also which can be applied simple tools and apparatus without using special devices. In addition to this, effect of water characteristics (air free, purified, tap water and air free tap water) on the laser diffraction analyses results was also investigated. In conclusion, it is found out that there is no drawback in utilizing of tap water in laser diffraction analysis.

**Keywords:** Laser diffraction method, particle size distribution, soil, sampling method.

### 1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Tane büyüklüğü dağılımı, zeminlerin boşluk oranı, geçirimsizliği, konsolidasyonu, kayma ve hacim

değişim davranışları üzerinde önemli bir etkiye sahiptir [1]. Diğer yandan, USCS (Birleştirilmiş Zemin Sınıflandırma Sistemi)’ye göre zemin sınıfının belirlenmesi [2], yol yapımında kullanılacak dolgu

malzemesinin seçimi [3] ve toprak dolgu baraj yapımında [4] tane büyüklüğü dağılımı veya kil yüzdesi önemli ölçütlerden birisini oluşturmaktadır. Zemin mekaniği uygulamalarında, tane büyüklüğü 0.075 mm'ye kadar olan zeminlerin tane büyüklüğü dağılımı elek analiziyle, 0.075 mm'den küçük olan zeminlerin ise hidrometre veya pipet gibi Stokes yasasına dayanan çökeltme analizleriyle belirlenmektedir [5,6]. Ancak, hidrometre ve pipet yöntemlerinin uzun zaman alması (en az 2 gün), zahmetli olması ve Stokes yasasının bazı kabullerinden dolayı sonuçlarının bir miktar hatalı olması gibi dezavantajları bulunmaktadır [1,4,7,8,9]. Bu nedenlerden ötürü, son yıllarda hidrometre ve pipet yöntemlerine alternatif yeni yöntemler geliştirilmiş olup, bunlardan bazıları, elektrodirenc tane sayımı (Coulter Counter), fotometrik teknikler (Hydrophotometer), X-ışınları azalımı (Sedigraph) ve lazer kırınım (Microtrac, Malvern Laser Sizer, Coulter LS) yöntemleridir [10]. Bu yöntemlerden en çok kullanılanı lazer kırınım yöntemidir [1]. İlk lazer kırınım cihazları 1970'li yılların sonlarında geliştirilmiş olup, günümüzde ileri teknolojiye ulaşmış ve aşındırma, seramik, çimento, kum, kil, gıda, ilaç sanayi, kozmetik vb. gibi birçok mühendislik ve endüstri alanında kullanılır olmuştur [11]. Lazer kırınım yönteminin hidrometre ve pipet gibi klasik yöntemlere kıyasla bir çok avantajı bulunmaktadır. Bunlar;

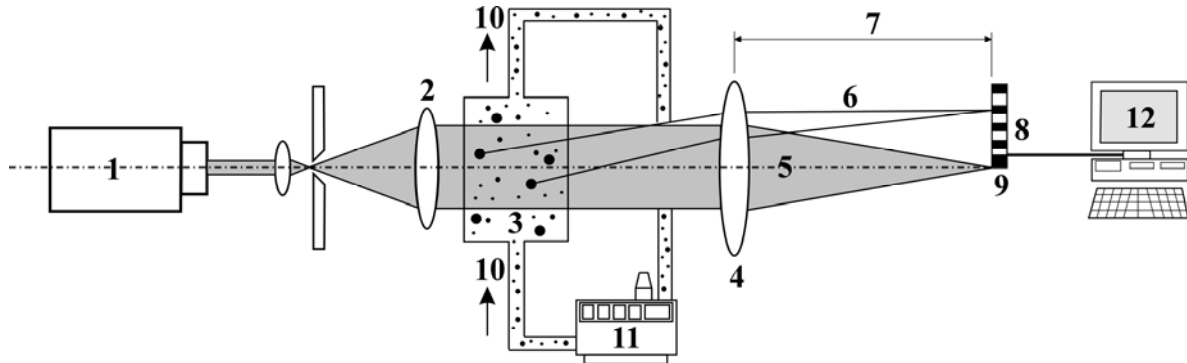
- Lazer kırınım yöntemiyle 0.1 ile 2000  $\mu\text{m}$  aralığındaki taneler ölçülebilirken [12], hidrometre ve pipet gibi çökeltme analizlerinde ise, 1  $\mu\text{m}$ 'ye kadar olan taneler ölçülebilmektedir [4]. Koloidal kil olarak adlandırılan 1  $\mu\text{m}$ 'den küçük taneler süspansiyon içerisinde askıda kalıp çökmediklerinden ölçülememektedir [4].
- Lazer kırınım yöntemi son derece hızlı olup, bu yöntemle bir örneğin analizi yaklaşık 10-15 dakikada tamamlanmaktadır. Bu süreye, örnek

- hazırlanması, sonuçların hesaplanması ve yazıcıdan çıktısının alınması da dahildir. Hidrometre ve pipet yöntemleri ise örnek hazırlanmasıyla birlikte 3 gün sürmektedir.
- Lazer kırınım analizi için 0.1 – 0.5 g arasında değişen çok az bir örnek yeterli olmaktadır. Hidrometre ve pipet yöntemlerinde ise yaklaşık 20-30 g örnek kullanılmaktadır.
- Lazer kırınım yöntemi hem hızlı, hem de çok az örnek gerektirdiğinden, istenildiği takdirde aynı örneğin analizini birkaç dakika içinde tekrarlamak mümkündür.
- Lazer kırınım cihazı bilgisayarla kontrol edilen elektronik bir cihaz olduğundan, deney sonuçlarını bilgisayar ortamında saklamak ve depolamak mümkündür.

Bütün bu avantajlarının yanı sıra, lazer kırınım yönteminin tek dezavantajı cihazının son derece pahalı olmasıdır.

## 2. LAZER KIRINIM YÖNTEMİNİN GENEL İLKELERİ (GENERAL PRINCIPLES OF LASER DIFFRACTION METHOD)

Günümüzde bir çok firma tarafından lazer kırınım cihazı üretilmektedir. İlk lazer kırınım cihazları, Fransa'da CILAS, İngiltere'de MALVERN ve Amerika'da Leeds and Northrup (Microtrac) tarafından geliştirilmiş olup [13], sonraki yıllarda bunları Coulter, Fritsch, Horiba, Sympatec, Shimadzu ve Seishin gibi üreticiler takip etmiştir [11]. Çeşitli firmaların ürettiği cihazlar, kullandığı lazer ışınlarının dalga boyu ( $\lambda$ ), dedektör dizilimi ve sayısı, merceklerinin odak uzaklığı gibi teknik donanım ve yazılım açısından birbirinden farklılık gösterebilir de, bu cihazlar genellikle bir lazer ünitesi, örnek hazırlama ünitesi ve bilgisayar olmak üzere üç ana parçadan meydana gelmektedir (Şekil 1).



**Şekil 1.** Lazer kırınım cihazının genel kuruluşu (1. Lazer kaynağı, 2. Işın genişletici, 3. Ölçüm hücresi, 4. Fourier merceği, 5. Herhangi bir taneye çarpmayan ışın demeti, 6. Aynı büyüklükteki tanelere çarparak kırılan ışınlar, 7. Merceğin odak uzaklığı, 8. Çok elemanlı dedektör, 9. Merkezi dedektör, 10. Süspansiyonun akış yönü, 11. Örnek hazırlama ünitesi 12. Bilgisayar) (General setup of the laser diffraction instrument (1. Laser source, 2. Beam expander, 3. Sample cell, 4. Fourier lens, 5. Non scattered laser beam, 6. Scattered laser beam which incident same size particle, 7. Focal distance of lens, 8. Multi-element detector, 9. Obscuration detector, 10. Flow direction of suspension, 11. Sample unit, 12. Computer) )

Lazer ünitesinde, tek-renkli, yoğun ve paralel ışınlar üretmek için bir lazer kaynağı (genellikle He-Ne lazeri), ışın genişletici, ölçüm hücresi, Fourier merceği ve dedektör bulunmaktadır. Örnek hazırlama ünitesinde, mekanik karıştırıcı, santrifüjlü pompa ve ultrasonik enerji uygulama özellikleri bulunmaktadır. Analiz süresince çalışır durumda tutulan ultrasonik enerji sayesinde toprakların dağıtılması, mekanik karıştırıcı sayesinde süspansiyonun analiz boyunca homojen kalması ve pompa sayesinde süspansiyonun lazer ışınlarının önüne pompalanması sağlanmaktadır. Bilgisayar ise, lazer kırınım cihazını kontrol etmek ve analiz sonuçlarını değerlendirmek için kullanılmaktadır. Bahsedilen bu elemanlar ve bir lazer kırınım cihazının genel kurulumu şematik olarak Şekil 1’de gösterilmiştir.

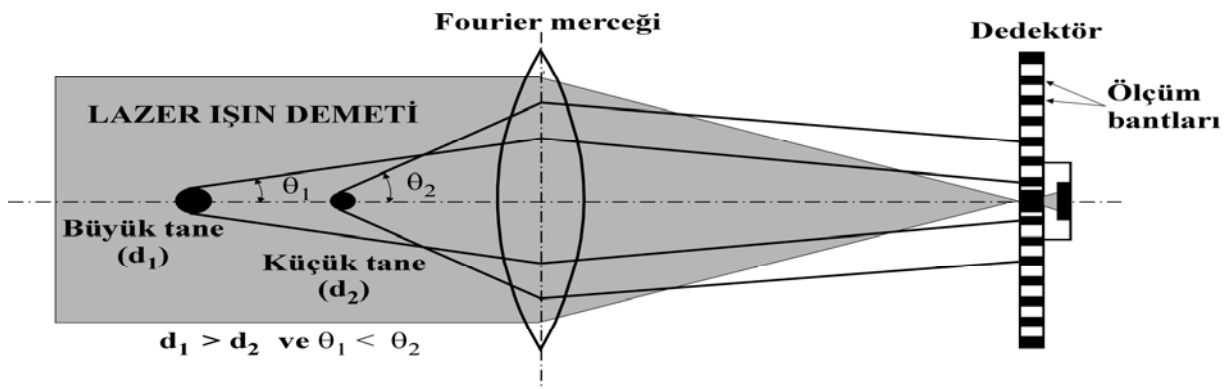
Örnek haznesinin içerisinde yaklaşık 1 litre suyla karışmış halde bulunan örnek, lazer ışınlarının önüne pompalanarak sürekli dolaşım yapması sağlanmaktadır. Bu sırada, zemin tanelerine çarparak belli açılarla kırılan lazer ışınları, Fourier merceğinden geçip, dedektörün üzerine odaklanmaktadır. Dedektörün üzerine düşen ışınlar bilgisayara bağlı analog-dijital dönüştürücü vasıtasıyla aynı anda sayısallaştırılarak bilgisayara aktarılmakta ve özel bir yazılım vasıtasıyla ışınların kırılma açısından tane büyüklüğü, yoğunluğundan ise hacimce tane yüzdeleri hesaplanmaktadır [14]. Tanelerin büyüklüğüyle, tanelere çarparak kırılan ışınların kırılma açısı arasında ters orantı ilişkisi bulunmaktadır [15]. Büyük taneler ışınları küçük açıyla, küçük taneler ise daha büyük bir açıyla kırarlar [16]. Şekil 2’de bu durum şematik olarak gösterilmiştir. Elektromanyetik kurama dayanan bu ilkedden yararlanılarak tane büyüklüğü ve dağılımı belirlenmektedir.

Lazer kırınım yönteminin en önemli özelliklerinden birisi, tane büyüklüğü dağılımını tanelerin hacmini esas alarak hesaplamasıdır [12]. Bu özelliğiyle, tanelerin ağırlığını esas alan elek analizi, hidrometre ve pipet yöntemlerinden farklılık göstermektedir. Diğer bir özelliği ise, eşdeğer küre kuramını kullan-

masıdır. Yani, taneyle eşit hacimdeki kürenin çapını tane çapı olarak hesaplamaktadır [17]. Başka bir ifadeyle, taneyle aynı kırılma desenini veren eşdeğer kürenin çapını tane çapı olarak hesaplamaktadır [18].

Lazer kırınım yöntemiyle ilgili 1999 senesinde ISO 13320 [17] numarasıyla uluslar arası bir standart yürürlüğe girmiş olup, iki bölümden oluşan bu standardın birinci bölümünde yöntemle ilgili genel ilkeler, ikinci bölümünde ise matematik dönüşümler ve doğrulamayla ilgili bilgiler yer almaktadır. ISO 13320 [17]’de belli bir mühendislik veya endüstri alanıyla ilgili malzemelerin analizine ilişkin detaylı bilgiler bulunmamaktadır. Bu nedenle, her mühendislik alanı için, lazer kırınım yöntemiyle tane büyüklüğü dağılımının belirlenmesine ilişkin ilkelerin ayrıca belirlenmesi gerekmektedir. Lazer kırınım yöntemiyle zeminlerin tane büyüklüğü dağılımının belirlenmesinde dikkat edilmesi gereken bazı konular bulunmaktadır. Bunlar;

- Lazer kırınım yöntemiyle tane büyüklüğü dağılımının hesaplanması için Fraunhofer ve Mie kuramı olmak üzere iki farklı optik kuram bulunmaktadır. Fraunhofer kuramında, bütün tanelerin, ışınların dalga boyundan çok daha büyük olduğu ( $d \gg \lambda$ ) ve ışık geçirmeyen iki boyutlu dairesel halka şeklinde oldukları kabul edilmektedir [16]. Mie kuramında ise, bütün tanelerin şeffaf ve küre şeklinde olduğu ve tanelerle içinde buldukları ortamın (zeminler için genellikle su) saptırma indisleri arasındaki farkın küçük olduğu kabul edilmektedir [16]. ISO 13320 [17]’de Fraunhofer kuramının, tane çapı lazer ışınlarının dalga boyunun en az 40 katı kadar olan ve ışın geçirmeyen (mat) taneler için geçerli olduğu belirtilmiş ve Fraunhofer yaklaşımının yeterli olmadığı bir çok durumda Mie kuramının daha kesin sonuçlar vereceği ifade edilmiştir [17]. Her iki kuram arasındaki farklardan birisi de, Mie kuramında, ölçülecek malzemenin ve ölçüm sırasında içinde bulunduğu ortamın saptırma indislerinin ve ışın emme katsayılarının bilinmesi gerekirken, Fraunhofer kuramında bunlara gerek duyulmamasıdır [19]. Zemin minerallerinin bir



Şekil 2. Tanelerin büyüklüğü ile ışınların kırılma açıları arasındaki ters orantı ilişkisi [12]. (Inversely proportional relationship between particle size and diffracting angle [12])

- çoğunun saptırma indislerini ISO 13320 [17]'de bulmak mümkünken, ne yazık ki ışın emme katsayıları literatürde mevcut değildir [20]. Bazı araştırmacılar, saptırma indisi ve ışın emme katsayısı (optik parametreleri) bilinmeyen malzemeler için Farunhofer kuramının daha avantajlı olduğunu belirtmişler ve zeminlerin tane büyüklüğü dağılımının ve kil yüzdesinin belirlenmesinde Fraunhofer kuramının daha uygun olduğunu öne sürmüşlerdir [1,10]. Bazı araştırmacılar, ölçülecek tanelerin çapı, lazer ışınlarının dalga boyuna yakın veya daha küçük olduğunda Mie kuramının tercih edilmesinin daha uygun olduğunu ifade etmişlerdir [16,21-24]. Bununla birlikte, Buurman, vd. [20], Bavyel ve Jones [22] ve DeBoer vd. [25] ise, Fraunhofer kuramıyla kil yüzdesinin doğru belirlenmesinin mümkün olmadığını öne sürmüşlerdir. Bu durumda, her iki optik kuramın da güçlü ve zayıf yönleri değerlendirilerek zemin örneklerinin analizi için hangisinin daha uygun olduğuna karar verilmelidir.
- b) Kil-silt boyutundaki zeminlerin tane büyüklüğü dağılımının belirlenmesinde dikkat edilmesi gereken konulardan birisi de zemin topraklarının ayrıştırılmasıdır. Zemin topraklarının ayrıştırılmasında kullanılacak pek çok dağıtma maddesi bulunmasına karşın en uygun olanı ve standart olarak kullanılanı Calgon (Sodyum hegzametafosfat) çözeltisidir [26,27,28]. ASTM D 422 [5]'de de zemin topraklarının dağıtılması için Calgon çözeltisinin kullanılması önerilmekte ve bu çözeltinin etkili olabilmesi için pH değerinin 8-9 arasında olması gerektiği belirtilmektedir. Lazer kırınım analizlerinde de genellikle Calgon çözeltisi kullanılmaktadır [1,10,29-31].
- c) Örneklerin ayrıştırılmasında ultrasonik enerji son derece etkilidir. Calgon çözeltisi kullanılmasına rağmen, ultrasonik enerji uygulanmadığı takdirde zemin topraklarının ayrışması tam olarak sağlanamamaktadır [20,30]. Calgon çözeltisinin kullanılmasıyla birlikte eğer ultrasonik enerji uygulanmazsa, zemin örneğinde yeniden topaklanma meydana gelebilmektedir [20,30]. Bu nedenle, analiz boyunca mutlaka ultrasonik enerji uygulanmalıdır. Ancak, ultrasonik enerji uygulama süresi belli bir sınırı aştığında, bazı zayıf zemin tanelerinin kırılma olasılığı bulunmaktadır [30]. Bu durumda, ultrasonik enerji uygulama süresi, zemin topraklarının ayrışmasını sağlayacak kadar uzun, tanelerin kırılmasına neden olmayacak kadar da kısa tutulmalıdır.
- d) Lazer kırınım analizi için, zemin örneğinin kil-silt içeriğine göre değişmekle birlikte yaklaşık 0.1 ile 0.5 g arasında örnek yeterli olmaktadır. Ancak, bu kadar az örneğin bütünü temsil etmesi sorgulanabilir niteliktedir [9,20]. Zemin mekaniği laboratuvar deneylerinde, deney için alınan örneğin, malzemenin bütünü temsil etmesi sonuçların güvenilirliği açısından son derece

önemlidir. Araziden UD (örselememiş örnek) ve SPT (standart penetrasyon testi) gibi yöntemlerle veya gözlem çukurlarından alınıp laboratuvara getirilen malzeme, yapılacak deney için gerekenden fazlaysa, azaltılması veya içerisinden yeteri kadar örneğin alınması gerekir. Bu durumda, alınan veya azaltılan örneğin, geride kalan malzemenin bütünü temsil etmesi gerekir. Bunun için standart olarak uygulanan yöntemler çeyrekleme veya bölgeçlemedir. Ancak, 0.1 – 0.5 gram gibi oldukça az miktardaki örneğin elde edilmesinde bu yöntemlerin uygun olmadığı açıktır. Bu durumda, 0.1 – 0.5 gibi oldukça az bir örneğin, bütünü temsil edecek şekilde alınması veya azaltılması için uygulanabilecek bir yöntem eksikliği vardır.

- e) Bazı araştırmacılar lazer kırınım analizlerinde çeşme suyu kullanırken [20,30,32], bazıları havası alınmış çeşme suyu [33], bazıları ise havası alınmış damıtık su kullanmışlardır [10]. Bu durumda, zemin örneklerinin analizinde çeşme suyu mu kullanılmalı, yoksa damıtık su, havası alınmış damıtık su veya havası alınmış çeşme suyu mu kullanılmalıdır? Kullanılan suyun niteliği, içerdiği katyonlar açısından topaklanmaya neden olabilir mi?

Yukarıda bahsedilen konularda araştırmacılar tarafından henüz bir yöntem birliğine varılmamış olup, her birisi ayrı bir araştırma kapsamında ele alınarak incelenmelidir. Bu konuların bazıları diğer araştırmacıların yanı sıra Özer [34] tarafından da incelenmiş olup, bu çalışmada sadece (d) ve (e) maddesinde belirtilen konular ele alınmıştır.

### 3. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR (PREVIOUS STUDIES)

Lazer kırınım yöntemiyle zeminlerin tane büyüklüğü dağılımının belirlenmesiyle ilgili araştırmalar 1980'li yıllarda başlamış olup, içinde bulunduğumuz 2000'li yıllarda da devam etmektedir. Bu araştırmaların başlıcalarını, Wen vd. [1], Vitton ve Saddler [9], Beuselinck vd. [10], Konert vd. [18], Murray [19], Buurman vd. [20], McCave vd. [29], Chappel [30], Eshel vd. [31], Muggler vd. [32], Loizeau vd. [33], Pabst vd. [35] şeklinde sıralamak mümkündür. Bu çalışmaların çoğu lazer kırınım yönteminin sonuçlarıyla, pipet/hidrometre yönteminin sonuçlarının karşılaştırılması üzerine odaklanmış olup, örnek alma yönteminden ve analizde kullanılan suyun niteliğinden bahsetmiş olan çalışmalar aşağıda verilmiştir.

#### 3.1. Örnek Alma Yöntemiyle İlgili Çalışmalar (Studies Related to Sampling Method)

Loizeau vd. [33], örnekleri kuru bölme (dry split) yöntemiyle elde ettiğini ifade etmiş, ancak, bunun için nasıl bir araç kullandığını belirtmemiştir. Vitton ve Saddler [9], yeterli örnek elde edinceye kadar bölgeçleme yöntemi uyguladığını ifade etmiş, ancak,

bunun için nasıl bir bölgeç kullandığından bahsetmemiştir. Buurman vd. [20] ise, ıslak veya süspansiyon halindeki bir malzemeden lazer kırınım analizi için temsili örnek alınmasının uygulanabilir bir yöntem olmadığını, killi bir zemin numunesinden kuru veya nemli durumda iken örnek alınmasının daha uygun olduğunu ifade etmiştir. Fakat, yukarıda adı geçen araştırmacılar, uyguladıkları örnek alma yöntemiyle elde ettikleri örneklerin bütünü temsil ettiğini gösteren bir çalışma ortaya koymamışlardır.

### 3.2. Analizde Kullanılan Suyun Niteliğiyle İlgili Çalışmalar (Studies Related to Characteristic of the Analysis water)

Bazı araştırmacılar lazer kırınım analizlerinde farklı niteliklerde su kullanmışlardır. Örneğin, Buurman vd. [20] ve Muggler vd. [32] çeşme suyu kullanmıştır. Loizeau vd. [32] havası alınmış çeşme suyu kullanmıştır. Chappel [30], hem çeşme suyu hem de damıtık su kullanmıştır. Beuselinck vd. [10] havası alınmış damıtık su kullanmıştır. Eshel vd. [31] deiyonize su, Konert ve Vandenberghe [18] ise havası alınmış deiyonize su kullanmışlardır. Bu araştırmacılarından Loizeau vd. [33], çeşme suyunun kalitesine bağlı olarak, karıştırma esnasında hava kabarcıklarının oluşabileceğini belirterek havası alınmış su kullanılmasının gerekçesini açıklamıştır. Chappel [30] ise, çeşme suyu kullanarak yaptığı analizlerde, damıtık su kullanarak yaptığı analizlere kıyasla, örneklerin daha iyi ayrıştığını belirtmiş ve analizlerde çeşme suyu kullanılmasının daha uygun olduğunu öne sürmüştür. Chappel [30], basınç altında tutulan çeşme suyunun hava kabarcıkları oluşturabileceğini de ifade ederek, suyun örnek haznesine yavaşça ilave edilmesi suretiyle bu sorunun en aza indirilebileceğini belirtmiştir. Malvern kullanıcı el kitabında da [12], suyun içinde bulunan hava kabarcıklarının çıkması için pompa ve karıştırıcı %50, ultrasonik enerji ise %100 seviyede çalıştırılarak birkaç dakika beklenmesi önerilmiştir. Buurman vd. [20] ise, kalsiyum bikarbonat bakımından doygun çeşme suyu kullanıldığında örneklerde topaklanma riskinin olduğunu, ancak bir ayrıştırma maddesiyle birlikte ultrasonik enerji uygulandığında bu riskin ortadan kaldırılabilceğini öne sürmüştür.

## 4. MALZEME VE YÖNTEM (MATERIALS AND METHOD)

### 4.1. Malzeme (Materials)

Bu çalışmada Malvern Master SizerX (long bed) lazer kırınım cihazı kullanılmıştır. Şekil 3'de fotoğrafı görülen bu cihaz,  $\lambda = 0.633 \mu\text{m}$  dalga boyunda kırmızı renkli He-Ne lazer ışınları üretmekte olup, 4 farklı mercekle 0.1 – 2000  $\mu\text{m}$  arasındaki taneleri ölçebilmektedir [12]. Bu çalışmada, odak uzaklığı 45 mm olan ters Fourier merceği kullanılmış olup, bu merceğin tane büyüklüğü ölçüm sınırları 0.1 – 80

$\mu\text{m}$ 'dir. Çalışmada kullanılan zemin örnekleri ise 75  $\mu\text{m}$ 'lik (200 No.lu) elekten elenmiştir.

Çalışmada iki farklı örnek kullanılmış olup, bu örneklerin indeks özellikleri Çizelge 1'de verilmiştir. Zemin örneklerinin ayrıştırılması için ASTM D422 [5]'ye göre pH değeri 8 – 9 arasında olacak şekilde hazırlanan Calgon (Sodyum hegzametafosfat;  $\text{NaPO}_3$ ) çözeltisi kullanılmıştır. 200 No.lu eleğin altına geçen örnekleri koymak için, 55 mm çapında, 40 mm derinliğinde, pirinçten yapılmış, silindirik kesitli kaplar kullanılmıştır.



Şekil 3. Malvern Master SizerX-Long Bed Lazer kırınım cihazı.(Malvern Master Sizer X-Long Bed laser diffraction instrument)

Çizelge 1. Çalışmada kullanılan örneklerin indeks özellikleri (Index properties of test samples using in this study)

Örnek No.	Likit limit	Plastik limit	Plastisite indisi	200 No.lu elekten geçen (%P)	Zemin sınıfı*
1	89.1	38.3	50.8	81.7	CH
2	41.5	24.9	16.6	62.8	CL

\*USCS (Birleştirilmiş Zemin Sınıflandırma Sistemi)'ye göre

### 4.2. Yöntem (Method)

Bu çalışmada önerilen ve uygulanan örnek hazırlama ve azaltma yöntemi şöyledir; Araziden getirilen örnekler,  $110 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  etüvde kurutulduktan sonra bireysel taneler kırılmayacak şekilde lastik tokmakla nazikçe ezilip ufalanmış ve daha sonra 200 No.lu elekten elenmiştir. Eleğin altına geçen malzeme miktarı, başlangıçta elemeye tabi tutulan örneğin miktarına, örneğin kil-silt yüzdesine ve tokmakla ezme süresine bağlı olarak 10 – 30 g arasında değişebilmektedir. 200 No.lu eleğin altına geçen örnekler silindirik kapların içerisine konulmuştur. Lazer kırınım cihazının deneye hazır hale getirilmesi için aşağıda belirtilen işlemler yapıldıktan sonra, silindirik kabın içerisinde bulunan örnek, küçük bir spatulayla iyice karıştırılarak homojen hale getirilmiş ve daha sonra spatulanın ucuyla yeteri kadar örnek alınarak haznenin içerisine boşaltılmıştır (Şekil 4).



**Şekil 4.** Lazer kırınım analizi için örnek alınması.  
(Sampling for laser diffraction analysis)

Lazer ışınlarının durağan hale gelmesi için cihaz çalıştırıldıktan sonra yaklaşık yarım saat beklenmiştir [12]. Daha sonra, örnek haznesi düşük tazyikli suyla doldurulmuş ve içerisine 100 ml Calgon çözeltisi boşaltılmıştır. Ardından pompa, mekanik karıştırıcı ve ultrasonik enerji çalıştırılıp, “geri plan ölçümü” alınarak cihaz deneye hazır hale getirilmiştir. Sisteme örnek dahil edilmeden önce alınan geri plan ölçümüyle, gün ışığı, optik yüzeylerin parıldaması vb. gibi etkenlerden kaynaklanan ışın kırınım deseninin, sisteme örnek dahil edildikten sonra, örnek ölçümünün sonuçlarından çıkartılması sağlanmaktadır [12]. Bu nedenle, her analizin başlangıcında, sisteme örnek dahil edilmeden hemen önce mutlaka geri plan ölçümü alınmıştır. Bu işlemlerden sonra, yukarıda belirttiği gibi spatulanın ucuyla alınan örnek, azar azar haznenin içerisine boşaltılmıştır (Şekil 4). Calgon çözeltisi, ultrasonik enerji ve mekanik karıştırıcının etkisiyle zemin topraklarının ayrışması için yaklaşık 4–5 dakika beklendikten sonra, bilgisayar yazılımından uygun komut kullanılarak analiz gerçekleştirilmiş ve sonuçların çıktısı alınmıştır.

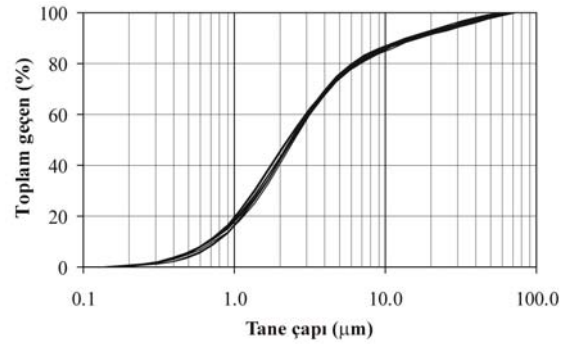
Lazer kırınım analizi için gereken örnek miktarı (0.1–0.5 g) her ne kadar ağırlık birimiyle ifade edilse de, bu örnek, tartılarak değil analiz sırasında bilgisayar ekranından gözlenebilen “ışın azalma yüzdesi”ne göre belirlenmektedir. Işın azalma yüzdesi ise, tanelere çarparak yayılma ve/veya emilme yoluyla azalan veya eksilen ışınların yoğunluğunun, lazer kaynağından çıkan ışınların yoğunluğuna oranını ifade etmektedir [12]. Lazer kaynağından çıkan ışınların yoğunluğu, sistemde örnek yokken geri plan ölçümüyle önceden belirlendiğinden, örnek ilave edildikten sonra “merkezi dedektör”e ulaşan ışınların yoğunluğu, sistemde bulunan örnek miktarını belirlemektedir [12]. Merkezi dedektör, hiçbir zemin tanesine çarpmadan doğrudan dedektöre ulaşan ışınları toplamaktadır (Şekil 1). Sağlıklı bir ölçüm yapılabilmesi için ışın azalma yüzdesinin %10 – 30 arasında olması gerekmektedir [12]. Bu nedenle, spatulanın ucuyla alınan örnek, azar azar hazneye boşaltılırken, diğer yandan da bilgisayar ekranından

ışın azalma yüzdesi gözlenmiştir. Işın azalma yüzdesinin %10 – 30 arasında olmasını sağlayacak örnek miktarı genellikle 0.1 – 0.5 g arasında değişmektedir. Silt içeriği yüksek zeminlerde bu miktar biraz daha artabilmektedir.

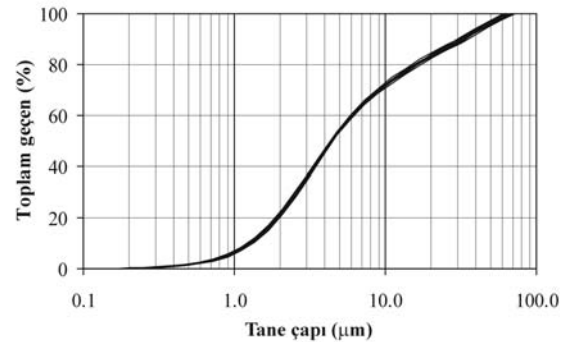
## 5. BULGULAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

### 5.1. Örnek Alma Yöntemi (Sampling Method)

Yukarıda anlatıldığı ve Şekil 4’de gösterildiği gibi uygulanan örnek alma yönteminin güvenilir olabilmesi için, spatulanın ucuyla alınan örneğin (alt-örnek), geride kalan örneğin tamamını temsil ediyor olması gerekir. Bunu belirlemek için, Örnek-1 ve Örnek-2’den yukarıda bahsedildiği yöntemle 10’ar kere örnek (alt-örnek) alınmış ve her birine lazer kırınım analizi yapılmıştır. Her bir alt-örnek alınmadan önce kaptaki bulunan örnek, spatulayla iyice karıştırılarak homojen hale getirilmiştir. Bu analizlerden elde edilen sonuçlar Şekil 5 ve 6’da verilmiştir.



**Şekil 5.** Örnek -1’den alınan 10 adet alt-örnek üzerinde yapılan analizlerin sonuçları. (Analysis results of the 10 sub-samples taken from Sample - 1)



**Şekil 6.** Örnek -2’den alınan 10 adet alt-örnek üzerinde yapılan analizlerin sonuçları. (Analysis results of the 10 sub-samples taken from Sample - 2)

Aynı örnekten alınmış alt-örnekler üzerinde elde edilen tane büyüklüğü dağılım eğrilerinin birbirine son derece yakın olduğu Şekil 5 ve 6’dan görülmektedir. ISO 13320 [17]’de tekrarlanabilirliğin ölçütü olarak, aynı örnekten en az 5 kere alınan alt-örneklerin  $d_{50}$  parametreleri arasındaki değişim

katsayısının % 3'den,  $d_{10}$  ve  $d_{90}$  parametreleri arasındaki değişim katsayısının ise % 5'den az olması gerektiği belirtilmiştir.  $d_{10}$ ,  $d_{50}$  ve  $d_{90}$  parametreleri, zemin örneğinin sırasıyla %10'nun %50'sinin ve %90'nının küçük olduğu tane çaplarıdır. Değişim katsayısı ise Eşitlik-1'de görülen bağıntıyla hesaplanmaktadır [17].

$$\sigma_d = \frac{\sigma}{\bar{x}} 100 \quad (1)$$

Eşitlik-1'de,  $\sigma_d$  : değişim katsayısını,  $\sigma$ : standart sapmayı,  $\bar{x}$  : ortalama değeri göstermektedir.

Örnek-1 ve Örnek-2'den 10'ar kere alınan alt-örneklerin  $d_{10}$ ,  $d_{50}$  ve  $d_{90}$  parametreleri belirlenip, Eşitlik-1 ile değişim katsayıları hesaplanmış ve ISO 13320 [17]'de belirtilen üst sınır değerleriyle karşılaştırılıp sonuçları Çizelge 2'de sunulmuştur.

Çizelge 2. Deney sonuçlarından elde edilen değişim katsayılarının ISO 13320 ölçütleriyle karşılaştırılması (Comparison of coefficient of variations obtained test results with ISO 13320 criteria)

Parametre	Örnek-1			Örnek-2		
	$d_{10}$	$d_{50}$	$d_{90}$	$d_{10}$	$d_{50}$	$d_{90}$
Ortalama, $\bar{x}$ ( $\mu\text{m}$ )	0.698	2.381	15.204	1.284	4.458	32.226
Standart sapma, $\sigma$	0.039	0.070	0.825	0.04	0.065	1.595
Değişim katsayısı, $\sigma_d$	5.6	2.9	5.4	3.1	1.5	4.9
İzin verilen en büyük değişim katsayısı*	5	3	5	5	3	5

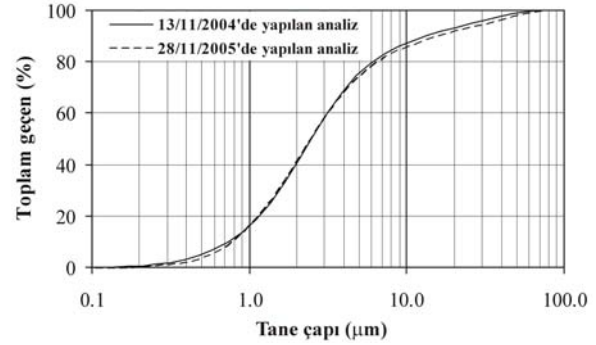
\*ISO 13320 [17]'ye göre

Çizelge 2'den görüldüğü gibi, Örnek-2'nin  $d_{10}$ ,  $d_{50}$  ve  $d_{90}$  parametrelerinin değişim katsayıları ISO 13320 [17]'de belirtilen üst sınır değerlerini geçmemiştir. Örnek-1'in ise  $d_{50}$  parametresinin değişim katsayısı ISO 13320 [17]'de belirtilen sınır değerinin altında kalırken,  $d_{10}$  ve  $d_{90}$  parametrelerinin değişim katsayıları ISO 13320 [17]'de belirtilen üst sınır değerlerin kabul edilebilir bir miktar üzerine çıkmıştır.

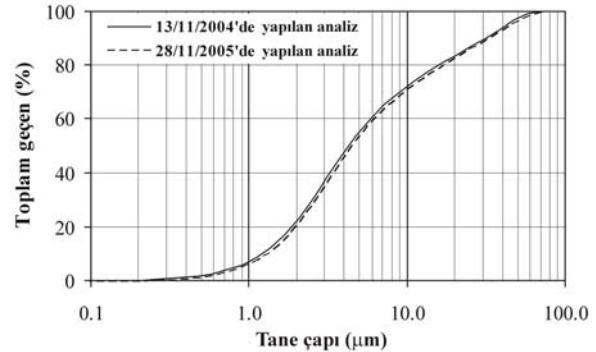
Tekrarlanabilirliğin ölçütü olarak kil yüzdesi ele alındığında ise, ölçülen en düşük ve en yüksek kil yüzdeleri arasındaki fark Örnek-1'de % 4, Örnek-2'de ise sadece % 2 olarak belirlenmiştir. Bir çok zemin mekaniği uygulaması için bunun kabul edilebilir bir fark olduğu düşünülmektedir. Bu sonuçlara göre, bu çalışmada önerilen örnek hazırlama ve alma yönteminin, lazer kırınım yöntemiyle zeminlerin tane büyüklüğü dağılımının belirlenmesinde uygulanabilir bir yöntem olduğu düşünülmektedir.

## 5.2. Tutarlılık Analizleri (Reproducibility Analysis)

Lazer kırınım cihazının tutarlılığını ve stabilitesini belirlemek için Örnek-1 ve Örnek-2'nin analizleri 1 yıl arayla tekrar edilmiş ve elde edilen sonuçlar Şekil 7 ve 8'de verilmiştir. Her iki örneğin de 1 yıl arayla tekrar edilen analiz sonuçlarının hemen hemen üst üste çakışması, lazer kırınım cihazının günden güne değişiklik göstermeyen, oldukça yüksek stabiliteye sahip bir cihaz olduğunu ve son derece tutarlı sonuçlar verdiğini göstermektedir.



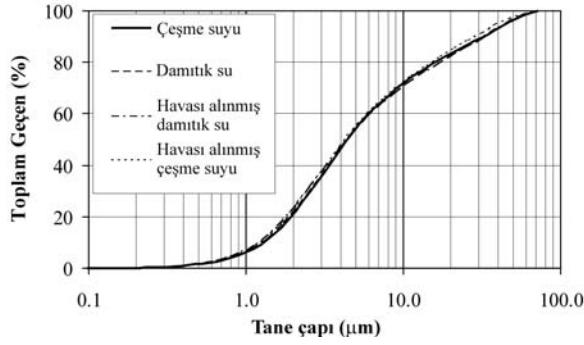
Şekil 7. Örnek-1'in yaklaşık bir yıl arayla tekrar edilen analiz sonuçları. (Analysis results of the Sample-1 repeated about one year interval)



Şekil 8. Örnek-2'nin bir yıl arayla tekrar edilen analiz sonuçları. (Analysis results of the Sample-2 repeated about one year interval)

## 5.3. Analizde Kullanılan Su (Water Used in the Analysis)

Lazer kırınım analizlerinde kullanılan suyun, sonuçlar üzerindeki etkisini ve çeşme suyunda bulunması muhtemel katyonların zemin örneğinde topaklanmaya neden olup olmayacağını belirlemek için, Örnek-2'den alınan dört adet alt-örnek, çeşme suyu, havası alınmış çeşme suyu, damıtık su ve havası alınmış damıtık su kullanılarak ayrı ayrı analiz edilmiş ve sonuçları Şekil 9'da verilmiştir.



**Şekil 9.** Analizde kullanılan suyun sonuçlar üzerindeki etkisi (Örnek-2) (Effect of water used in the analysis on the results (Sample 2))

Dört ayrı nitelikte su kullanılarak yapılan analizlerin sonuçlarının hemen hemen üst üste çakıştığı ve analizde çeşme suyu kullanılmasının zemin örneklerinde topaklanma meydana getirmediği Şekil 9'dan görülmektedir. Buurman vd. [20], kalsiyum bikarbonat bakımından doymuş çeşme suyu kullanıldığında killi zemin örneklerinde topaklanma meydana gelme riskinin olduğunu, ancak, bir ayrıştırma maddesiyle birlikte ultrasonik enerji uygulayarak bu riskin ortadan kaldırılabilceğini ifade etmiştir. Bu çalışmada da, Calgon çözültisi ve ultrasonik enerji uygulandığından, çeşme suyuyla yapılan analizlerde, zemin örneğinde topaklanma meydana gelmemiştir (Şekil 9). Chappel [30]'de çeşme suyu kullanılarak yapılan analizlerde Calgon çözültisi ve ultrasonik enerji kullanıldığında topakların dağıldığını ifade etmiştir. Bu sonuçlara göre, zemin örneklerinin analizinde çeşme suyu kullanılmasının her hangi bir sakıncasının olmadığı düşünülmektedir.

## 6. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Zeminlerden örnek alınması için önerilen yöntemin uygunluğunu belirlemek amacıyla, iki farklı örnekten 10'ar kere alınan alt-örneklerin  $d_{10}$ ,  $d_{50}$  ve  $d_{90}$  parametreleri belirlenip değişim katsayıları hesaplanmış ve ISO 13320 [17] ölçütleriyle karşılaştırılmıştır. Örneklerden birisinin  $d_{10}$ ,  $d_{50}$  ve  $d_{90}$  parametreleri için hesaplanan değişim katsayıları ISO 13320 [17]'de belirtilen sınır değerlerin altında kalırken, diğer örneğin  $d_{50}$  parametresinin değişim katsayısı ISO 13320 [17]'de belirtilen sınır değerinin altında,  $d_{10}$  ve  $d_{90}$  parametrelerinin değişim katsayıları ise ISO 13320 [17]'de belirtilen sınırların kabul edilebilir bir miktar üzerine çıkmıştır. Bu sonuçlara göre, bu çalışmada önerilen örnek alma yönteminin tekrarlanabilir sonuçlar verdiği ve önerilen yöntemle alınan örneğin, malzemenin bütününe yeterli ölçüde temsil ettiği ortaya konulmuştur. Önerilen yöntemin herhangi bir cihaz gerektirmeden basit araç ve gereçlerle kolayca uygulanabilmesi gibi avantajları da bulunmaktadır.

Lazer kırınım cihazının stabilitesini belirlemek için bir yıl arayla tekrar edilen analizlerin sonuçları hemen hemen üst üste çakışmıştır. Böylece, lazer kırınım cihazının oldukça yüksek stabiliteye sahip bir cihaz olduğu ve sonuçlarının güvenilir olduğu ortaya konulmuştur.

Analizde kullanılan suyun sonuçlar üzerindeki etkisini ve çeşme suyunun kullanılabilirliğini belirlemek için, çeşme suyu, havası alınmış çeşme suyu, damıtık su ve havası alınmış damıtık su kullanılarak yapılan analizlerin sonuçları hemen hemen üst üste çakışmıştır. Çeşme suyuyla birlikte Calgon çözültisi kullanıldığı ve analiz süresi iyi ayarlandığında zemin örneklerinde topaklanma meydana gelmemiştir. Bu nedenle, lazer kırınım analizlerinde çeşme suyunun kullanılmasının bir sakıncası olmadığı ortaya konulmuştur.

## TEŞEKKÜR (Acknowledgment)

Bu çalışmaya, 07-2004/22 proje kod numarasıyla maddi destek sağlayan Gazi Üniversitesi Bilimsel Araştırmalar Müdürlüğü'ne ve çalışma üzerindeki ön-değerlendirmeleriyle katkıda bulunan Hacettepe Üniversitesi Jeoloji Mühendisliği Bölümü'nden Prof. Dr. Reşat ULUSAY'a ve ODTU Jeoloji Mühendisliği Bölümü'nden Prof. Dr. Asuman Günel TÜRKMENOĞLU'na ve Gazi Üniversitesi Yapı Eğitimi Bölümünden Yrd. Doç. Dr. Nihat S. IŞIK'a teşekkür ederiz.

## KAYNAKLAR (REFERENCES)

1. Wen, B., Aydın, A., Aydın-Duzgoren, N.S., "A comparative study of particle size analysis by sieve-hydrometer and laser diffraction methods", **Geotechnical Testing Journal**, Cilt 25, No 4, 434 – 442, 2002.
2. ASTM D 2487 (American Society for Testing and Materials), Standard Practice for Classification of Soils for Engineering Purposes (Unified Soil Classification System). **Annual Book of ASTM Standards**, A.B.D., 2000.
3. TC Bayındırlık ve İskan Bakanlığı Karayolları Genel Müdürlüğü, **Yollar Fenni Şartnamesi**, Karayolları Genel Müdürlüğü Matbaası, Yayın No.170/2, Ankara, 2002.
4. Bardet, J. P., **Experimental Soil Mechanics**, Prentice-Hall, Inc., New Jersey, A.B.D., 1997.
5. ASTM D 422 (American Society for Testing and Materials), "Standart test method for particle-size analysis of soil", **Annual Book of ASTM Standards**, A.B.D., 1998.
6. BS 1377: Soils for Civil Engineering Purposes, Part 2: Classification Tests, 4. Determination of the Liquid Limit, **British Standard Institution**, England, 1990.



7. Lu, N., Ristow, G.H. and Likos, W.J., "The accuracy of hydrometer analysis for fine-grained clay particles", **Geotechnical Testing Journal**, Cilt 23, No 4, 487 – 495, 2000.
8. Zhang, Z., and Tumay, M.T., "Granulometric evaluation of particle size using suspension pressure during sedimentation", **Geotechnical Testing Journal**, 18 (1): 121 – 129, 1995.
9. Vitton, S.J and Sadler, L.Y., "Particle size analysis of soils using laser light scattering and X-Ray absorption technology", **Geotechnical Testing Journal**, Cilt 20, No 1, 63 – 73, 1997.
10. Beuselinck, L., Govers, G., Poesen, J., Degraer, G., Froyen, L., "Grain-size analysis by laser diffractometry: comparison with the sieve-pipette method", **Catena**, Cilt 32, 193 – 208, 1998.
11. Ma, Z., Merkus, H. G., de Smet, J.G.A.E., Heffels C., Scarlett, B., "New developments in particle characterization by laser diffraction: size and shape", **Powder Technology**, Cilt 111, 66 – 78, 2000.
12. Malvern, "Diffraction Reference, MAN 0073 and Instrument Manuel, MAN 0054", **Malvern Instruments Ltd**, Spring Lane South, Worcs, WR14 1AT, U.K. 1993.
13. Barth, H. G., in: **Modern Methods of Particle Size Analysis**, Wiley, New York, 1984.
14. Allen, T., **Particle Size Measurement**, Vol.1, fifth edition, Chapman&Hall, London, U.K., 1997.
15. Rawle, A., "The basic principles of particle size analysis" [www.malvern.co.uk](http://www.malvern.co.uk).
16. Hesseman, R., "Particle size analysis in ceramics manufacture", **International Ceramics**, Cilt 1, 31 – 34, 2002.
17. ISO 13320 – 1, "Particle size analysis – laser diffraction methods, Part 1: general principles, Annex A; Theoretical background of laser diffraction", Geneve, Switzerland, 1999.
18. Konert, M. and Vandenberghe, J., "Comparison of laser grain size analysis with pipette and sieve analysis: a solution for the underestimation of the clay fraction", **Sedimentology**, Cilt 44, 523–535, 1997.
19. Murray, M. R., "Is laser particle size determination possible for carbonate-rich lake sediments", **Journal of Paleolimnology**, Cilt 27, 173 – 183, 2002.
20. Buurman, P., Pape, T. and Muggler, C. C., "Laser grain-size determination in soil genetic studies. 1. Practical problems", **Soil Science**, Cilt 162, No 3, 211-218, 1997.
21. Planz, P. E., Particle-size Measurement from 1.0 to 1000  $\mu\text{m}$  based on light scattering and diffraction, In: **Modern Methods of Particle-size Analysis**, Editör: H.G. Barth, Wiley, New York, 173 – 209, 1984.
22. Bayvel, L.P. and Jones, A.R., **Electromagnetic Scattering and Its Applications**, Applied Science, London, U.K., 1981.
23. Coulter Corporation, **Coulter LS series product manuel PN 4237214A**, Coulter Corporation, Miami, Florida, A.B.D., 1994.
24. Hoff, E.V. & Bott, S.B., "Optical theory and refractive index: why it is important to particle size analysis", **Coulter Technical Bulletin, LS Series # 1010**. Coulter Scientific Instruments, Hialeah, Florida, A.B.D.
25. De Boer, G.B.J., De Weerd, C., Thoenes, D. And Goossens, H.W.J., "Laser diffraction spectrometry: Fraunhofer diffraction versus Mie scattering", **Part. Charact.**, Cilt 4, 14–19, 1987.
26. Head, K. H., **Manuel of Soil Laboratory Testing, Volume 1, Soil Classification and Compaction Tests**, Second Edition, John Wiley & Sons, inc, New York, A.B.D., 1992.
27. Andreola, F., Castellini, E., Manfredini, T., Romagnoli, M., "The role of sodium hexametaphosphate in the dissolution process of kaolinite and kaolin", **Journal of European Ceramic Society**, Cilt 24, 2113 – 2124, 2004.
28. Nettleship, I., Cisko, L. and Vallejo, L.E., "Aggregation of the clay in the hydrometer test", **Canadian Geotechnical Journal**, Cilt 34, 621 – 626, 1997.
29. McCave, I.N., Bryant, R.J., Cook, H.F. & Coughanowr, C.A., "Evaluation of laser diffraction size analyser for use with natural sediments", **Journal of Sedimentary Petrology**, Cilt 56, 561 – 564, 1986.
30. Chappell, A., "Dispersing sandy soil for the measurement of particle size distributions using optical laser diffraction", **Catena**, Cilt 31, 271 – 281, 1998.
31. Eshel, G., Lavy, G.J., Mingelgrin, U., Singer, M.J., "Critical evaluation of the use of laser diffraction for particle–size distribution analysis", **Soil Science Society of American Journal**, Cilt 68, 736 – 743, 2004.
32. Muggler, C. C., Pape, Th. and Buurman, P., "Laser grain-size determination in soil genetic studies. 2. Aggregation and clay formation in some Brazilian Oxisols", **Soil Science**, Cilt 162, No 3, 219-228, 1997.

33. Loizeau, J.L., Arbouille, D., Santiago, S. and Vernet, J.P., "Evaluation of a wide range laser diffraction grain size analyser for use with sediments", *Sedimentology*, Cilt 41, 353 – 361, 1994.
34. Özer, M., **Lazer Kırınım Yöntemi İle Zeminlerin Tane Büyüklüğü Dağılımının Belirlenmesi ve Hidrometre Yöntemi İle Karşılaştırılması**, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2006.
35. Pabst, W., Kuneš, K., Havrda, J., Gregorová, E. "A note on particle size analyses of kaolins and clays", *Journal of European Ceramic Society*, Cilt 20, 1429 – 1437, 2000.