

Dana Sitányiová \*

## VPLYV DEZINTEGRAČNÝCH METÓD NA VÝSLEDKY HUSTOMERNEJ SKÚŠKY

### THE INFLUENCE OF DISINTEGRATION METHODS ON TEST RESULTS FOR ASSESSMENT OF THE SOIL PARTICLE SIZE DISTRIBUTION

Článok nadväzujúci na výskumnú úlohu je zameraný na vykonávanie hustomernej skúšky na určenie zrnitosti zeminy pre zeminy neobsahujúce zrná nad 2 mm. Niektoré časti skúšky vyzerajú byť problematické a rôzne laboratória často získavajú rôzne výsledky. Príspevok sa zameriava na dokázanie skutočnosti, že rôzne metódy separácie zŕn majú podstatný vplyv na výsledok celej hustomernej skúšky a ukazuje, ako rôzne separačné metódy pôsobia na jednotlivé minerálne zrná spolu s pôsobením dispergačného činidla.

#### 1. Úvod

Skúška pre stanovenie zrnitosti zeminy je bežne používanou skúškou v geotechnickej laboratórnej praxi. Výsledky tejto skúšky je možné využiť pre ostatné geotechnické stanovenia a charakteristiky zemín, napr.: upresnenie výberu smerných normových hodnôt, orientačné stanovenie priepustnosti, namrzavosť podľa Schiebleho, aktivitu ílových minerálov, vhodnosť zeminového filtra pre malé vodné nádrže a pod.

Skúška sa môže vykonávať rôznymi spôsobmi v závislosti od veľkosti zŕn zeminy. Všeobecne sa pre zeminy, ktoré obsahujú zrná väčšie ako 2 mm, používa mokré alebo suché preosievanie a pre zeminy obsahujúce zrná menšie ako 2 mm hustomernej skúška a pipetová skúška. Pre iné typy zemín sa môžu použiť kombinované alebo iné metódy.

Článok nadväzuje na výskumnú úlohu – Fyzikálne a chemické vzťahy v systéme ílovitá frakcia – voda, na ktorej sa pracovalo v tomto roku na katedre geotechniky. Úloha bola zameraná na vykonávanie hustomernej skúšky pre určenie zrnitosti zeminy, ktorá neobsahuje zrná väčšie ako 2 mm. V laboratóriu boli testované viaceré vzorky a dve z nich, jedna z Martina a druhá z Lipovskej Ondrašovej boli podrobené úplnej a opakovanej analýze, vrátane mikroskopického pozorovania.

The article pertinent to the research activity focuses on the hydrometer test performed for assessment of the soil particle size distribution for soils not containing the particles of size over 2 mm. Some stages of the test seem to be problematic, and various laboratories often obtain different test results. The contribution is directed to prove the fact that various methods of particles separation substantially influence the result of a whole hydrometer test and trace how various separation methods effect the individual mineral particles together with dispersing agent.

#### 1. Introduction

The test for assessment of the soil particle size distribution is in common use in the geo-technical laboratory praxis. The results of the test can be utilized for other geo-technical determinations and characteristics of soils e.g.: choice specification of norm values, informative assignation of permeability, frost susceptibility by Schieble, activity of clay minerals, applicability of a soil filter for little dams, etc.

The test can be performed in different ways in dependence on the size of the soil particles. Generally the wet or dry sieving is used for the soils containing particles of a size over 2 mm, hydrometer test and pipette test for the soils containing particles of a size under 2 mm. For other type of soils combination method, or other method can be used.

The article relates to the research activity – Physical and chemical relations in a water clay suspension system, which have been carried out at the department of geotechnique this year. The research focused on the hydrometer test performed for assessment of the particle soil distribution for soils not containing particles of a size over 2 mm. Several samples of soils were tested in the laboratory and two of them, one from Martin and another from Lipovská Ondrašová, were completely and frequently analyzed, included a microscopic observation.

\* Mgr. Dana Sitányiová

Faculty of Civil Engineering, Department of Geotechnique, University of Žilina, Komenského 52, 010 26 Žilina,  
Tel: ++421-41-7634818, E-mail: dasit@fstav.utc.sk

## 2. Teória sedimentácie

Teória sedimentácie je založená na skutočnosti, že väčšie častice sa v suspenzii usadzujú rýchlejšie ako malé, za predpokladu, že všetky častice majú podobný tvar a hustotu [2]. Ak sú zrná približne guľovitého tvaru, vzťah medzi konečnou rýchlosťou -  $V$  a priemerom zrna -  $D$  je daný Stokesovým zákonom.

$$V \propto D^2 \quad (1)$$

Hoci ílovité zrná nemajú guľovitý tvar, aplikovanie Stokesovho zákona je dostatočne realistické pre väčšinu praktických prípadov. V zmysle Stokesovho zákona je konečná rýchlosť guľovitej častice klesajúcej v kvapaline daná vzťahom:

$$V = \frac{D^2 g(\rho_S - \rho_L)}{18\eta} \quad (2)$$

kde  $D$  = priemer zrna;  $\rho_S$  = hustota hmoty pevných zrn;  $\rho_L$  = hustota hmoty kvapaliny;  $\eta$  = dynamická viskozita kvapaliny;  $g$  = gravitačné zrýchlenie. V súlade s teóriou sedimentácie sú zrná rôznej veľkosti reprezentované ich konečnou rýchlosťou a približne ekvivalentnými priermi.

Počas hustomernej skúšky sa zrná nechajú usadzovať pod vplyvom gravitácie cez kvapalinový stĺpec vysoký 300 mm. Hneď, ako sa suspenzia domieša (čas  $t = 0$ ), sú všetky zrná rozptýlené po celej hĺbke suspenzie. Potom sa začnú usadzovať na dno. Ak predpokladáme, že zrná dosiahnu ich konečnú rýchlosť za krátky čas, po 10 sekundách každé zrno veľkosti hrubej prachovitej častice spadne 10 mm, stredne prachovitej častice 1 mm a jemne prachovitej častice 0,1 mm.

Po 30 000 sekundách (asi 8 hodín) všetky zrná vo veľkosti prachovitej častice dosiahnu dno a v suspenzii ostanú len zrná vo veľkosti ílovitých častíc. Z presných meraní vykonaných v známych časových intervaloch od začiatku sedimentácie je možné stanoviť zrnitosť zeminy. Prítomnosť hmoty pevných zrn môže byť stanovená pomocou vzorkovania zo stanovenej hĺbky (v pipetovej analýze), alebo meraním hustoty suspenzie pomocou hustomeru (hustomerová skúška).

## 3. Popis hustomernej analýzy

V tejto metóde sa na meranie hustoty suspenzie zeminy vo vode používa v rôznych časových intervaloch hustomer špeciálneho tvaru. Postup skúšky a reagenty sú uvedené v tabuľke 1.

Kompletná skúška sa obvykle vykonáva nasledovne:

1. *Výber a príprava*: z reprezentatívnej časti celej vzorky by sa mala vybrať primerane

The test stages and used reagents

Test procedural stages:	Reagents
Selection and preparation of the test specimen	Distilled water
Pretreatment for organic or calcareous matter	Hydrogen peroxide [20 volume solution]
Separation and dispersion	Dispersant solution
Wet sieving to 0.125 mm sieve	Hydrochloric acid
Hydrometer test	[ $c = 1 \text{ mol/l}$ ]
Calculation and result presentation	

Tab. 1

In this method a density hydrometer of special design is used to measure the density of a soil suspension in water at various time intervals. The test procedure and reagents are shown in the Table 1.

The complete test is usually performed as follows:

1. *Selection and preparation*: the appropriate size of specimen from representative part of

## 2. Sedimentation theory

The theory of sedimentation is based on the fact that large particles of suspension settle more quickly in liquid than small particles, assuming that all particles have similar shapes and densities [2]. If the particles are approximately spherical, Stokes' Law gives the relationship between a terminal velocity -  $V$  and a particle diameter -  $D$ .

$$V \propto D^2 \quad (1)$$

Although clay particles are not of a spherical shape, the application of Stokes' Law is sufficiently realistic for most practical purposes [2]. According to Stokes' Law, the terminal velocity of a spherical particle falling in fluid is given by:

$$V = \frac{D^2 g(\rho_S - \rho_L)}{18\eta} \quad (2)$$

Where  $D$  = diameter of particle;  $\rho_S$  = mass density of the solid particle;  $\rho_L$  = mass density of the fluid;  $\eta$  = dynamic viscosity of the fluid;  $g$  = acceleration due to gravity. According to theory of sedimentation, the particles of different size are represented by their terminal velocities and approximate equivalent diameters.

In a hydrometer sedimentation test the particles are allowed to settle under gravity through the water over 300 mm deep. Immediately after the suspension has been shaken up (time  $t = 0$ ), all particles are distributed throughout the depth of suspension. Then the particles started to settle to the bottom. If we assume that a particle reaches its terminal velocity within a very short time, after 10 s the coarse silt particles have each fallen 10 mm, the medium silt particles 1 mm and the fine silt particles 0.1 mm.

After 30 000 s (about 8 h) silt particles of all size have reached the bottom, leaving only the particles of clay size in suspension. From certain measurements made at known time intervals from the start of sedimentation, the distribution of particle sizes can be assessed. The mass of solid particles present can be determined by sampling from a specified depth (as in the pipette test) or by measuring the density of suspension with a hydrometer (the hydrometer test).

## 3. Description of the hydrometer analysis

- veľká vzorka (zároveň sa musí stanoviť vlhkosť zeminy pre výpočet hustoty suspenzie).
2. *Predpríprava*: táto fáza nie je potrebná vždy. Predpríprava v prípade prítomnosti organickej hmoty je vhodná pre organické zeminy a vykonáva sa pomocou oxidácie peroxidom vodíka. Predpríprava v prípade uhličitanovej hmoty s kyselinou chlórvoďíkovou zabezpečuje oddelenie jednotlivých zŕn, pretože vápnné prímеси môžu pôsobiť ako cementačné činidlo. Používa sa pri vápnných zeminách.
  3. *Separácia a disperzia*: pri separácii na jednotlivé zrná sa môžu použiť alternatívne postupy. Pred separáciou sa pripraví vodná suspenzia a do nej sa pridá dispergačné činidlo. Potom by sa suspenzia mala nechať dispergovať najmenej 24 hodín.
  4. *Preosievanie*: pripravená dispergovaná suspenzia sa preoseje cez 0,125 mm sito a prenesie sa do odmerného valca, kde prebieha samotná hustomerná skúška.
  5. *Hustomerná skúška*: keď suspenzia dosiahne izbovú teplotu, zamieša sa v odmernom valci. Hneď po domiešaní sa musí začať s odčítavaním na hustometri v rôznych časových intervaloch.
  6. *Výpočet a prezentácia výsledkov*: namerané hustomerné čítania sa vložia do počítača a sú vyhodnotené bežne používaným softvérom, v našom prípade pomocou programu Soilab. Výsledkom sú krivky zrnitosti, ktoré znázorňujú percentuálne zastúpenie zŕn zeminy.

Druhá a tretia fáza vyzerá byť problematická, pretože vykonanie týchto fáz je úplne závislé od osoby, ktorá vykonáva skúšku. Ona vyberá vhodné dispergačné činidlo, jeho množstvo, separačnú metódu a trvanie jednotlivých krokov. Tento fakt veľmi vplyva na výsledok skúšky a týmto spôsobom viaceré laboratória získavajú rôzne výsledky. Z tohto dôvodu sa výskumná úloha zameriava na nájdenie optimálnej metódy pre stanovenie zrnitosti zeminy. Konkrétne na druhý a tretí krok skúšky.

#### 4. Teória disperzie

Systém zeminy a destilovanej vody reprezentuje *disperzný systém* dvoch fáz. V našom prípade je pevná fáza reprezentovaná fázou zeminy (dispergovaná fáza - disperzum) a destilovaná voda zastupuje disperzné prostredie. Tento typ disperzného systému sa nazýva suspenzia a môžeme ju zaradiť medzi systémy lyofóbneho typu. *Lyofóbne sóly* sú charakteristické nízkou príťažlivosťou medzi dispergovanou fázou a disperzným prostredím. Z hľadiska stability a rozpúšťania koloidných častíc sú dôležité ióny adsorbované na koloidných časticiach. Z tohto dôvodu sú lyofóbne sóly veľmi citlivé na prídanie elektrolytov, ktoré znižujú veľkosť iónového náboja vo sfére medzi dvoma fázami. Proces, kedy sa koloidné častice zrážajú, je nazývaný *koagulácia*. Proces opačný, keď sa koagulované agregáty premieňajú na koloidné častice, sa nazýva *disperzia*. Na stabilitu koloidnej častice vplyva mnoho faktorov, ale najdôležitejším je existencia elektrického náboja. Preto sa pri koagulácii alebo disperzii používajú metódy, ktoré ovplyvňujú elektrický náboj častíc. Najpoužívanejšou metódou na ovplyvnenie elektrického náboja je použitie *disperzných činidiel*.

- whole sample should be chosen (hereby, it is necessary to assign the soil moisture for the calculation of suspension density).
2. *Pretreatment*: this stage is not necessary every time. Pretreatment for organic matter is suitable for organic soils and it's provided with oxidation process with hydrogen peroxide. Pretreatment for calcareous matter with hydrochloric acid is required for separation of individual grains, because the calcareous compounds could act as a cementing agent. It's used for calcareous soils.
  3. *Separation and dispersion*: for separation of the individual particles alternative procedures can be used. Before separation the water suspension is prepared and dispersing agent is added into suspension. Then the suspension should be allowed to disperse at least 24 hours.
  4. *Sieving*: prepared dispersed suspension is sieved through the 0.125 mm sieve and transferred to a cylinder, where the hydrometer test is realized.
  5. *Hydrometer test*: when suspension reached the room temperature, it's shaken in the cylinder. After stirring subsequently the readings of hydrometer at various intervals of time must be taken.
  6. *Calculation and result presentation*: measured readings are inserted into a computer and evaluated with a commonly used software, in our case with the Soilab program. The curve, which presents the per-cent representation of the soil particle sizes is obtained.

The stages number 2 and 3 seem to be problematic, because of the fact that the execution of these stages is absolutely dependent on a person who performs the test. S/he chooses a suitable kind of a dispersing agent, its amount, separation method and duration of single stages. This has a great influence on the test results and, in this way, various laboratories obtain different tests results. Because of that fact, the research activity aimed at finding an optimal method for the assessment of a soil particle size distribution. Concretely, it focuses on the second and third test stages.

#### 4. Dispersion theory

The system of soil and distilled water represents a *dispersed system* of two phases. In our case, the soil represents the solid phase (dispersed phase) and distilled water represents a dispersed medium. This type of a dispersed system is called suspension and it can be tabled among lyophobic types. *Lyophobic sols* are characteristic by a low attraction between a dispersed phase and a dispersed medium. The ions adsorbed on colloidal particles are important for stability and dissolution of colloidal particles. On account of that, lyophobic sols are very responsive to the adding of electrolyte, which lower the value of an ion charge in the sphere between two phases. The process, when the colloidal particles are flocked is called *coagulation*. The opposite process, when the flocked aggregates are turned to colloidal particle is known as *dispersion*. Many factors influence the stability of a colloidal particle, but the existence of an electrical charge is the most important. Therefore, the methods, which have impact on the electrical charge of the particle are used to coagulating or dispersion. The most common way to affect the charge is the use of *dispersing agents*.

## 5. Popis skúšok

V laboratóriu katedry geotechniky boli testované vzorky z dvoch lokalít, jedna z *Martina* (vzorka 1) a druhá z *Liptovskej Ondrašovej* (vzorka 2). Obe vzorky boli získané zo sedimentárneho ložiska (z vrchnej povrchovej vrstvy), kde sa ťaží materiál (paleogénna vápnito-ílovitá bridlica a neogénny vápnitý íl) pre tehliarsky priemysel. Najčastejšie sa vyskytujúcimi minerálmi sú: kremeň, kalcit, dolomit, pyrit, limonit, illit, kaolinit a montmorillonit. Vzorka 1 tiež obsahovala vápnité úlomky fosílií a uhoľnú drvinu (pigment). Vykonali sa nasledovné procedúry:

Primerané množstvo prirodzene vlhkej skúšobnej vzorky (asi 40 g) sa zalialo destilovanou vodou s dispergačným činidlom, ručne sa niekoľkokrát zamiešalo a nechalo sa dispergovať cez noc (24 hodín). Potom sa vzorka rozdrúžila rôznymi dezintegračnými metódami (mixovaním s vysokootáčkovým ponorným mixérom, vibračným miešaním s ultrazvukovým dezintegrátorom UZD-300 od firmy Belson Levice, varením a mletím s vibračným mlynom VM4 – s frekvenciou 50 Hz). Neskôr sa takto pripravená rozptýlená suspenzia preosiala cez 0,125 mm sito a preniesla do valca na sedimentačný test. Výsledky hustomerných čítaní sa vložili do počítača a vyhodnotili softvérom Soilab. Určenie hodnoty *zrnitosti zeminy* pre testované vzorky a získané *krivky* reprezentujú výsledky hustomernej skúšky (viď graf 1 - 4).

Cieľom našej výskumnej úlohy bolo dokázať, že prídanie roztokov *rôznych dispergačných činidiel a rôzne metódy separácie* majú vplyv na rozdrúženie zŕn zeminy. Na základe predchádzajúcich experimentov s rôznymi: antikoagulačnými činidlami, ich koncentraciami, množstvom vzorky a pod., bolo rozhodnuté použiť nasledujúce *antikoagulačné činidlá*:

- štandardne používaný antikoagulačný roztok, ktorým je 33 g hexametafosforečnanu sodného a 7 g uhličitanu sodného v 1 litri destilovanej vody (ďalej – H),
- roztok vodného skla 18 ml v 1 litri destilovanej vody (ďalej – WG).

Antikoagulačný roztok H sa používa najmä pre vápnité zeminy a patrí medzi aktívne antikoagulačné činidlá. Antikoagulant WG patrí medzi ochranné typy [3]. Vzorky boli testované s dvoma koncentraciami dispergačného roztoku (15 a 20 ml na liter). Ako *dezintegračné metódy* boli použité:

- mixovanie (30 s, 60 s, 120 s, 5 min, 15 min),
- mletie (60 s),
- varenie (1 h, 2 h),
- ultrazvukové vlnenie (120 s, štyri stupne intenzity 600 – 1200 W.dm<sup>-3</sup>) kombinované s mixovaním (120 s).

Výskumná úloha bola orientovaná na preukázanie faktu, že rôzne metódy separácie zŕn majú podstatný vplyv na výsledok celej hustomernej skúšky a objasniť ako jednotlivé separačné metódy vplyvajú na jednotlivé minerálne zrná spolu s pôsobením antikoagulantu. Z tohto dôvodu boli počas skúšky odoberané malé kvapky suspenzie na mikroskopické sklíčka (trikrát: po dispergácii cez noc, po separácii a po preosiati), aby sa demonštroval vplyv rôznych druhov antikoagulantu a metód rozdrúžovania.

## 5. Test Description.

The samples from two locations were tested in the laboratory of Geotechnique department, one from *Martin* (sample 1) and another one from *Liptovská Ondrašová* (sample 2). Both samples were obtained from the deposits (from upper layer-surface), where the raw material (paleogenic calcareous clay shale and neogenic calcareous clay) is exploited for bricks production. The most frequent minerals are: quartz, calcite, dolomite, pyrite, limonite, illite, kaolinite, montmorillonite. Sample 1 contains also calcareous tests of fossils and coal slack. The following procedures were performed.

An appropriate size of natural moist test specimen (about 40 g) was over-flooded with a dispersing agent solution, stirred manually several times and allowed to disperse overnight (24 hours). Then it was separated by various separation methods (mixing with high-speed stirrer-mixer; vibro-stirring with ultrasonic waving with disintegrator UZD-300 – by Belson Levice, boiling and milling with vibrating mill VM4 – frequency 50 Hz). Later the prepared dispersed suspension was sieved through the 0.125 mm sieve and transferred to a cylinder for a sedimentation test. The results of hydrometer readings were put into the computer and evaluated by Soilab software. The determination of *the soil particle size distribution* for tested samples and obtained *curves* represent the results of the hydrometer test (see Figures 1-4).

The aim of our research activity was to prove that the adding of *various dispersing agent solution and various methods of separation influence* the soil particle separation. On the basis of previous experiments with a different: dispersing agent, concentration of dispersing solution, size of specimen, etc., it was decided to use the following *dispersing agents*:

- standard used dispersant solution that is, 33g of sodium hexametafosphate and 7 g of sodium carbonate in distilled water to make 1 liter (further H),
- water glass solution 18 ml in distilled water to make 1 liter (further WG).

Dispersant solution H is used especially for calcareous soils and it belongs to active dispersants. WG is a protective type of dispersant [3]. The samples were tested with two strengths of dispersant solution (15 and 20 ml per liter). The following *separation methods* were used:

- mixing (30 s, 60 s, 120 s, 5 min, 15 min),
- milling (60 s),
- boiling (1 h, 2 h),
- ultrasonic waving (120 s, four rate level 600 – 1200 W.dm<sup>-3</sup>) combined with mixing (120 s).

The research activity was directed to prove the fact that various methods of particle separation have substantial influence on the results of the whole hydrometer test and trace how various separation methods effect the individual mineral particle together with a dispersing agent. On this account during the test the small drop of suspension was transferred onto the object plates (three times: after disperse overnight, after separation and after sieving) to demonstrate the influence of various kinds of dispersants and

Sklička sa pozorovali mikroskopom MEOPTA D v prechádzajúcom svetle pri 160 násobnom zväčšení (objektovom poli mikroskopu 0,82 mm a rozlišovacej schopnosti 2  $\mu\text{m}$ ). Vzorky sa testovali aj na obsah uhličitanov (hlavne  $\text{CaCO}_3$ ). Vzorka 1 obsahovala 25,476 % a vzorka 2 obsahovala 29,501 % uhličitanových zložiek. Z tohto dôvodu boli obe vzorky podrobené predpríprave pre prítomnosť uhličitanovej hmoty a vzorka 1 (obsahujúca uhoľný pigment) bola testovaná a pripravená aj pre prítomnosť organickej hmoty. Kvôli klasifikovaniu typu zeminy podľa STN-73 1001 (USCS) sa vykonali aj skúšky na určenie medze tekutosti a plasticity. Počas skúšky boli zachované štandardné podmienky a boli sledované hodnoty teploty a pH.

## 6. Výsledky

Pre vzorku 1 sa urobilo 17 hustomerných skúšok. Výsledky skúšok sú znázornené krivkami zrnitosti zeminy (viď grafy 1 - 4 a tabuľky 2 - 5).

methods of separation. The object plates were observed through a MEOPTA D microscope in crossing light by zooming 160x (object field of microscope 0.82 mm, distinctive capacity 2  $\mu\text{m}$ ). The samples were tested for volume of calcareous compounds (mainly  $\text{CaCO}_3$ ) too. The sample 1 contained 25.476 % and sample 2 contained 29.501 % of calcareous compounds. For that reason both samples were deferred to pretreatment for calcareous matter and sample 1 (containing coal slack) was tested and prepared also for organic matter. The tests for liquid and plastic limits were done to classify the type of soil by STN-73 1001 (USCS) too. During the hydrometer test the standard conditions were saved, and the temperature and pH noted.

## 6. Results

The hydrometer tests in total number of 17 were carried out for sample 1. The results of the test are presented by curves of the soil particle size distribution (see Figures 1 - 4 and Tables 2 - 5).

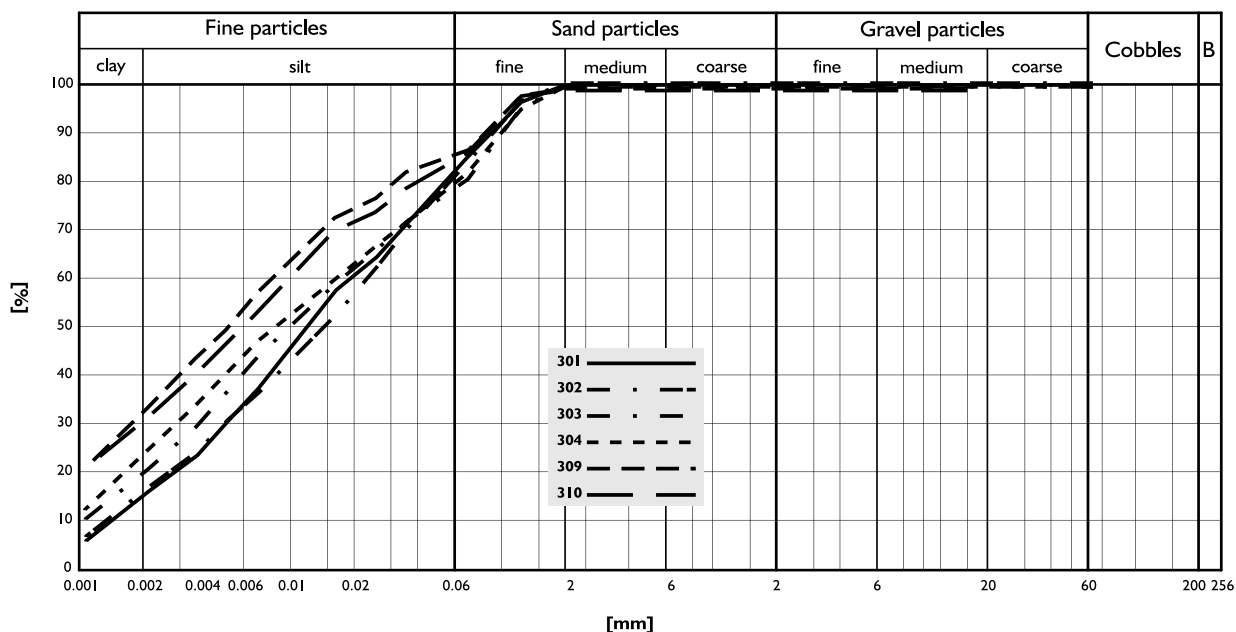


Fig. 1. The curves of the soil particle size distribution for sample 1

Volume of the particles of clay size for single curves

Tab. 2

Sample 1 Dispersing agent - water glass (WG), separation method - mixing			
Curve number	Dispersing agent concentration (ml per liter)	Time of separation (sec, min)	Volume of the particles of clay size (%)
301	15	30 sec	15
302	20	30 sec	16
303	15	60 sec	19
304	20	60 sec	23
309	20	5 min	32
310	20	15 min	30

Prvá skupina kriviek pre vzorku 1 reprezentuje antikoagulačné činidlo vodné sklo a ako separačná metóda bolo použité mixovanie. Je zrejme, že zmena koncentrácie antikoagulačného roztoku z 15 na 20 ml nemá podstatný vplyv na obsah ílovitých zŕn (krivky 301, 302, 303, 304), ale predĺženie doby mixovania zvyšuje obsah ílovitých zŕn zo 16 % na 32 %. Mikroskopické pozorovanie pre túto skupinu skúšok je znázornené na obrázku 1 a 4. Fotografia 1 znázorňuje 60 sekundové mixovanie. Tento mikroskopický preparát bol použitý ako štandard pre ostatné. Fotografia 4 znázorňuje 15 minútové mixovanie. Zrná sú úplne oddelené. Medzi 5 minútovým a 15 minútovým mixovaním nie je podstatný rozdiel, percentuálne zastúpenie ílovitých častíc je 32 % a 30 %.

The first group of curves for sample 1 represents dispersing agent water glass and the mixing was used as a separation method. It is obvious that the change of a dispersant concentration from 15 to 20 ml doesn't essentially affect the volume of clay particles (the curves 301, 302, 303, 304), but the extension of the mixing increases the clay particle volume from 16 % to 32 %. The microscope observation for this group of tests is presented on the Photos 1 and 4. Photo 1 represents a 60 seconds mixing. This microscopic preparation was used as standard for others. Photo 4 represents a 15 minutes mixing. The particles are completely separated. There is no substantial difference between 5 minutes and 15 minutes mixing, the percent volume of the clay particle is 32 and 30 %.

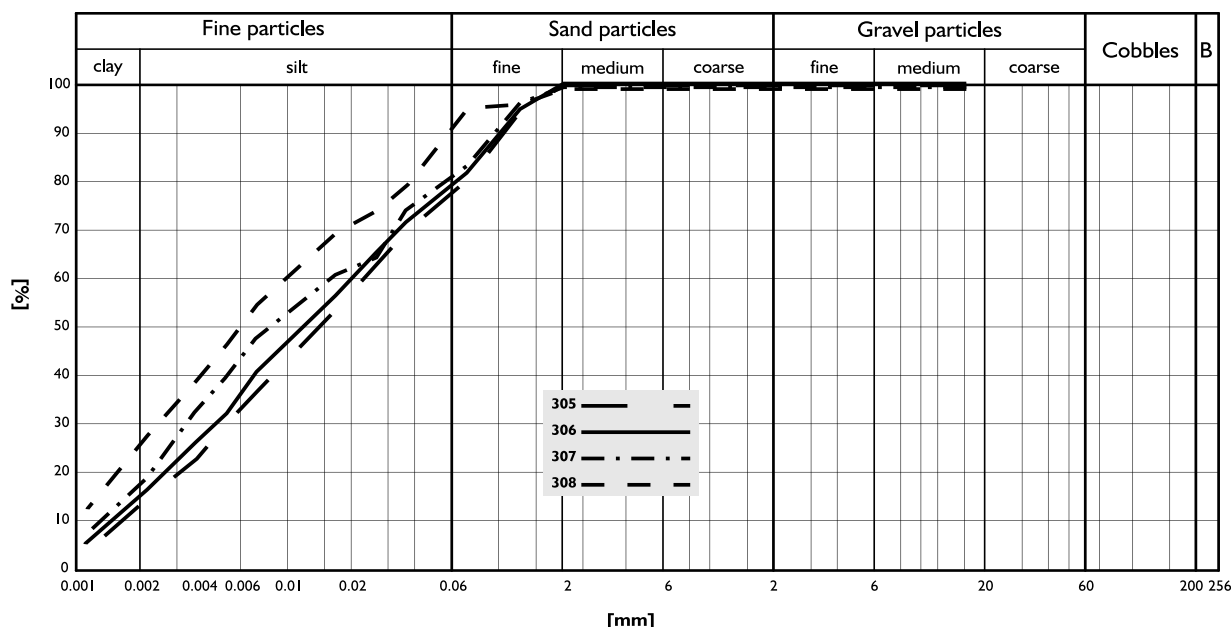


Fig. 2. The curves of the soil particle size distribution for sample 1.

Volume of the particles of clay size for single curves

Tab. 3

Sample 1 Dispersing agent - water glass (WG) and hexametaphosphate (H), Separation method - boiling (BOI), milling (MIL)			
Curve number	Dispersing agent concentration (ml per liter)	Time of separation (sec, hours)	Volume of the particles of clay size (%)
305	15 WG	2 hours BOI	13
306	20 WG	2 hours BOI	15
307	15 WG	60 sec MIL	17
308	15 H	60 sec MIL	26

Druhá skupina kriviek reprezentuje separačné metódy varenie a mletie. Pri varení koncentrácia dispergačného roztoku nie je dôležitá (13 % a 15 % ílovitých zŕn). Nárast obsahu ílovitých častíc z 15 % pri použití WG na 26 % pri použití H je zjavný pri mletí. Tento fakt môže byť zapríčinený prílišným rozdrvením niektorých minerálov alebo rôznym účinkom dvoch typov antikoagulantov.

The second group of curves represents boiling and milling as separation methods. Concentration of dispersing agent is not important with boiling (13 % and 15%). The increase of the clay particle volume from 17 % by using WG to 26 % by using H is clear with milling. This fact could be caused by too much crushing of some minerals particles, or by different actions of two types of dispersing agents.

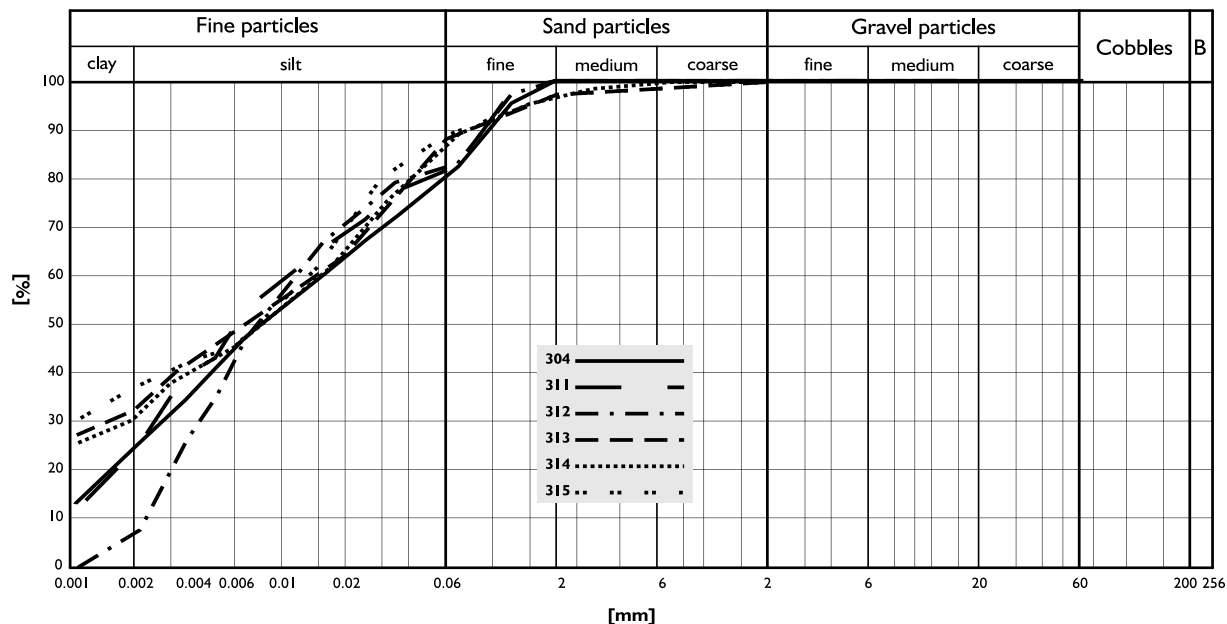


Fig. 3. The curves of the soil particle size distribution for sample 1.

Volume of the particles of clay size for single curves

Tab. 4

Sample 1 Dispersing agent - water glass (WG) and hexametaphosphate (H), Separation method - mixing (MIX), ultrasonic waving (intensity - I2,I3,I4) with mixing (SS/MIX) Pretreatment with H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> and HCl				
Curve number	Pretreatment with HCl with H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Dispersing agent concentration (ml per liter)	Time of separation (sec, min)	Volume of the particles of clay size (%)
304	-	20 WG	60 sec MIX	24
311	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	20 WG	60 sec MIX	23
312	HCl	20 WG	60 sec MIX	7
313	-	20 H	2 min I2 SS/ 2 min MIX	32
314	-	20 H	2 min I3 SS/2 min MIX	30
315	-	20 H	2 min I4 SS/2 min MIX	37

Pri krivke 312 je viditeľný značný úbytok častíc pod 0,002 mm z 23 % na 7 %. Je to výsledok rozpustenia uhličitanových minerálov, napr. kalcitu, dolomitu atď. Krivka 311 znázorňuje test s predprpravou s H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Tento spôsob predprpravy príliš neovplyvnil výsledok skúšky. Skúška bez predprpravy, ktorú znázorňuje krivka 304 bola vykonaná kvôli porovnaniu vplyvu chemickej predprpravy. Krivky číslo 313, 314, a 315 reprezentujú použitie separačnej metódy ultrazvukového vlnenia a mixovania. Vplyv intenzity vlnenia nebol preukázaný. V tomto prípade sa obsah ílovitých častíc pohybuje od 30 % do 37 %. Ultrazvukový prístroj bol zrejme nepresný, alebo táto kombinovaná metóda rozdzušovania nie je vhodná.

Všetky testy (pre vzorku 1) klasifikujú typ zeminy (podľa STN 73 1001) ako íl s vysokou plasticitou F8 CH a krivky nadobúdajú približne podobný tvar, ale percentuálny obsah ílovitej frakcie kolíše od 7 % do 37 %. Krivka 312 vyzerá dosť odlišne. V tomto prípade bola vzorka podrobená predprprave pre prítomnosť uhličitanov. Obsah ílovitých častíc je tu len 7 %. Mikroskopická kontrola ukazuje

The massive loss of the particles of size under 0.002 mm from 23 to 7 % is visible at curve 312. That is the result of the resolution of the calcareous minerals e.g. calcite, dolomite etc. The curve 311 illustrates the test with pretreatment with H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. This type of the pretreatment did not affect the test so much. The test without pretreatment represented by curve 304 was performed to compare the effect of chemical pretreatment. The curves number 313, 314, 315 present the usage of ultrasonic waving with mixing as a separation method. The influence of the waving intensity was not documented. The percent volume of clay particles varies from 30 to 37 %. The ultrasonic instrument seems to be uncertain, or this combination method of separation is not suitable.

All the tests (for sample 1) classify (by STN 73 1001) the soil type as clay with high plasticity F8 CH and the curves take comparatively similar form, but the per-cent volume of the clay particle size fluctuate from 7 to 37 %. Test 312 seems to be quite different. In this case the sample was deferred to pretreatment for calcare-

zmeny vo farebnosti a množstve pozorovaných zŕn (pozri fotografiu 3). Minerály, ktoré sa rozpúšťajú v HCl, sa samozrejme stratili. Napriek tomu, že chemická predpríprava vážne ovplyvňuje test, v mnohých prípadoch (priepustnosť, filtračná stabilita zemin a pod.) je potrebná a mali by sa vykonať dva paralelné testy, s predprípravou a bez nej. Podobné výsledky vykazujú testy 301, 302, 305, 306, 307 (okolo 15 % ílovitej frakcie) pri použití WG ako antikoagulantu a 30 sekundového mixovania, dvoch hodín varenia a 60 sekundového mletia. Mikroskopické pozorovanie neukazuje závažné zmeny (pozri fotografie 5, 6). Rozdiel je viditeľný medzi vzorkou pred a po preosiati (zrná sú po preosiati lepšie oddelené). Druhú skupinu podobných kriviek (20-26 % ílovitej frakcie) reprezentujú testy 303, 304, 308 a 311 pri použití WG a 60 sekundového mixovania; H a 60 sekundového mletia; WG a predprípravy s H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> a 60 sekundového mixovania. Mikroskopické pozorovanie dáva podobné výsledky ako v predchádzajúcich prípadoch. Predpríprava z dôvodu prítomnosti organickej hmoty veľmi neovplyvňuje výsledok testu (pozri graf 3). Avšak rozdrvené zrná uhoľného pigmentu sa od ostatných zŕn dosť líšia (napr. nižšou hustotou a pevnosťou). Poslednú skupinu reprezentujú krivky 309, 310, 313, 314, 315, 316, 317 (28-37 % ílovitej frakcie). V týchto prípadoch bolo použité mixovanie trvajúce 5 a 15 minút a kombinácia ultrazvuku a 120 sekundového mixovania. Mikroskopické pozorovanie vykazujú slabý pokles obsahu väčších častíc a lepšie oddelenie všetkých zŕn (pozri fotografiu 4).

ous matter. The volume of the clay particles is only 7 % there. Microscope checking shows changes in color and amount of observed particles (see Photo 3). Minerals, which are soluble in HCl were, of course, lost. No matter how serious effect the chemical pretreatment has, in many cases (permeability, filtration stability of the soils etc.) is necessary, and parallel tests should be carried out without and with pretreatment. The tests 301, 302, 305, 306, 307 (about 15 % clay particles) give similar results by using WG as dispersing agent and mixing 30 s, boiling 2 h and milling 60 s. Microscope observation does not show significant changes (see Photos 5, 6). The divergence is visible between the sample before and after sieving (the particles are better discrete after sieving). A second group of similar curves (20-26 % clay particles) represents the tests 303, 304, 308 and 311 by using WG and 60 s mixing; H and 60 s milling; WG and H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> pretreatment and 60s mixing. The microscope observation gives results similar to the previous case. The pretreatment for organic matter does not seem to have big effect on the test results (see Figure 3). But the coal slack particles are quite distinct from other mineral elements (e.g. lower density and resistance). The last group is represented by curves 309, 310, 313, 314, 315, 316, 317 (28-37 % clay particles). The mixing continued 5 and 15 minutes, and combination of ultrasonic vibro-stirring and 120s mixing was used in these cases. Microscope observation shows the slight fall of larger size particles and a better separation of all the particles (see Photo 4).

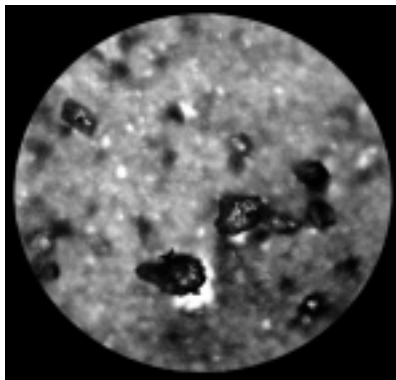


Photo 1. The standard microscopic preparation - WG, 60 seconds mixing.

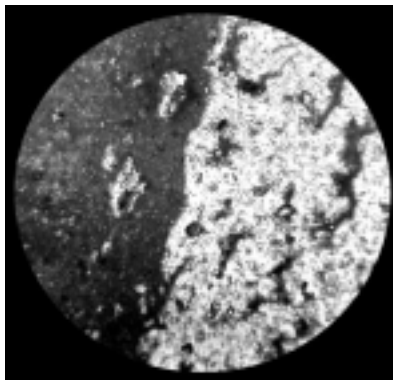


Photo 2. The microscopic preparation - WG, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> pretreatment, 60 seconds mixing.

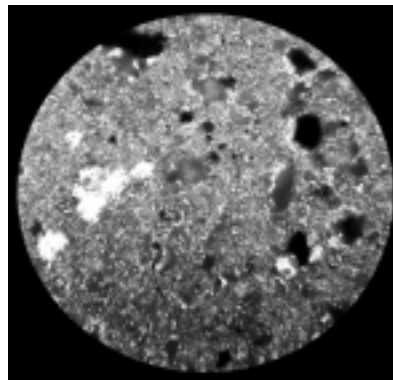


Photo 3. The microscopic preparation - WG, HCl pretreatment, 60 seconds mixing

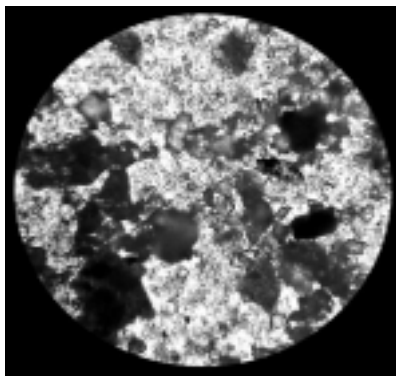


Photo 4. The microscopic preparation - WG, 15 minutes mixing.

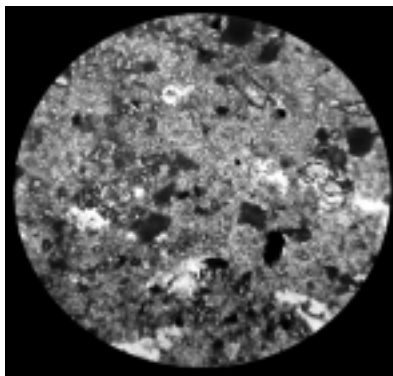


Photo 5. The microscopic preparation - WG, 2 hours boiling.

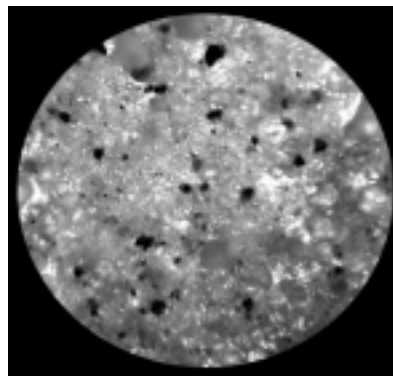


Photo 6. The microscopic preparation - WG, 60 seconds milling.

Pre vzorku 2 bolo urobených 22 testov. Výsledky sú porovnateľné s výsledkami pre vzorku 1.

For sample 2 the hydrometer tests in total number of 22 were done. The results are comparable to results of sample 1.

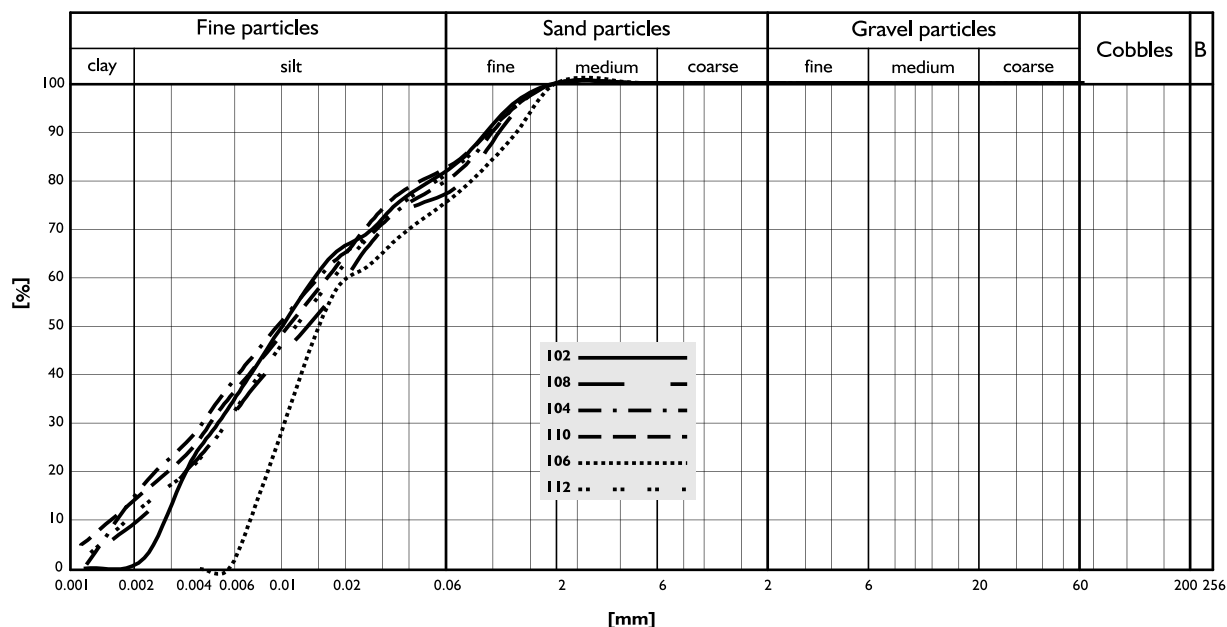


Fig. 4. The curves of the soil particle size distribution for sample 2

Volume of the particles of clay size for single curves

Tab. 5

Sample 2 Dispersing agent - water glass (WG), hexametaphosphate (H); Separation method - mixing, boiling			
Curve number	Dispersing agent concentration (ml per liter)	Time of separation (sec, min)	Volume of the particles of clay size (%)
102	20 H	30 sec MIX	2
108	20 WG	30 sec MIX	9
104	20 H	60 sec MIX	15
110	20 WG	60 sec MIX	14
106	20 H	1 hour BOI	0
112	20 WG	2 hours BOI	12

Tak, ako pri vzorke 1, podobné výsledky boli dokázané i pre vzorku 2 pri krivkách 104 a 110, naopak krivky 102 a 108 sú rôzne (2 % a 9 % ilovitej frakcie). To dokumentuje, že mixovanie trvajúce 30 sekúnd je ako separačná metóda nepostačujúce. Krivka 106 demonštruje, že hodinové varenie suspenzie je príliš krátke na separáciu, krivka je úplne zlá.

Ostatné krivky pre vzorku 2 boli podobné ako krivky pre vzorku 1. To je dôvod, prečo nie sú uvedené v tomto článku. Všetky skúšky (pre vzorku 2) klasifikujú (podľa STN-73 1001) typ zeminy ako íl so strednou plasticitou F6 CI. Percentuálny obsah ilovitej frakcie sa pohybuje od 0 do 36 %.

## 7. Zhrnutie

V zhrnutí môžu byť načrtnuté tieto závery:

Similar results were proved for sample 2 in the case of curves 104 and 110 as well as in the case of results for sample 1. By contrast the curves 102 and 108 are different (2 and 9 % clay particles). It manifests that the mixing as separation method in duration of 30 seconds is insufficient. The curve number 106 demonstrates that an hours boiling of the suspension is too short for separation, the curve is quite bad.

Other curves for sample 2 were similar to the curves for sample 1. That is why they are not presented in this article. All the tests (for sample 2) classify (by STN-73 1001) the soil type as clay with middle plasticity F6 CI. The percent volume of the clay particle size fluctuates from 0 to 36 %.

## 7. Conclusions

To sum up, the following conclusions can be drawn:

- rôzne metódy rozdrúžovania zŕn majú podstatný vplyv na výsledky hustomernej skúšky, hlavne na množstvo ílovitých častíc.
- vplyv *chemickej predprípravy* v prípade uhličitanovej hmoty bol preukázaný, ale v opodstatnených prípadoch by mala byť táto predpríprava napriek tomu vykonaná, napr.: pri určovaní vhodnosti zeminy pre zeminový filter pre skládky, naopak agregátovú štruktúru je vhodné zachovať v prípade stanovovania šmykovej pevnosti zemín. *Predpríprava v prípade organickej hmoty nemá veľký vplyv* (oxidácia trvala asi 1,5 dňa) na výsledok testu.
- *mikroskopické pozorovanie neukazuje masívny úbytok väčších zŕn* alebo viditeľný nárast obsahu malých častíc pri použití alternatívnych metód separácie, dokonca ani v prípade 15 minútového *mixovania* (táto doba je navrhovaná K. H. Headom v Manual of soil laboratory testing [2]) častice uhoľnej drviny s nízkou pevnosťou nie sú príliš porušené, tento efekt bol viditeľný len po mletí.
- ako *problematická časť* stanovenia sa javí *mikroskopické pozorovanie*; pri rozlišovacej schopnosti 2  $\mu\text{m}$  je ideálne pozorovanie nemožné. Z tohto dôvodu boli pozorované a počítané zrná vo veľkosti 5,5  $\mu\text{m}$  a 2,525  $\mu\text{m}$ .
- kvôli *štatistickému vyhodnoteniu* je potrebné vykonať *väčší počet testov*.

Z výsledkov testov vyplýva, že správna príprava vzorky zeminy pre hustomernú skúšku je veľmi dôležitá. Vhodný typ antikoagulantu a jeho dávkovanie je možné vybrať na základe predošlých skúseností. Použitie rôznych metód rozdrúžovania sa zdá byť komplikovanejšie. Skúšky ukazujú, že mixovanie po dobu 60 sekúnd až 5 minút je najvhodnejšia separačná metóda pre tento typ zeminy. Optimálny čas mixovania sú dve minúty. Výhodou tejto metódy je aj jej jednoduchosť. Dezintegrácia pomocou varenia a mletia sa zdá byť nevhodná. Dve hodiny varenia sú príliš dlhé a neefektívne a mletie môže poškodiť zrná s nižšou pevnosťou (pozri fotografiu 6). Výsledky pri použití kombinácie mixovania a pôsobenia ultrazvuku nie sú jednoznačné. Mohli byť spôsobené chybou prístroja. Samozrejme, pri určovaní zrnitosti zeminy je možné použiť i moderné prístroje. Laserový analyzátor veľkosti zŕn alebo fotosedimentačný prístroj sú tiež použiteľné. Výhodou týchto metód je ich jednoduchosť a doba realizácie a nevýhodou je hlavne malé množstvo vzorky (vzorka nie je reprezentatívna) [4]. Preto je v súčasnosti použitie hustomernej skúšky v našej laboratórnej praxi najrozšírenejšie. Na základe predchádzajúcich záverov a berúc na vedomie výskumné aktivity známych autorov sa zdá, že *zjednotenie laboratórnych skúšok a vypracovanie normy pre určovanie zrnitosti zeminy* bude v budúcnosti nevyhnutné.

- *Various methods of particle separation have substantial influence on the results* of a hydrometer test, mainly on the mass of clay particles.
- *The effect of pretreatment for calcareous matter* in case of calcareous soil was proved, but this type of pretreatment should be done in relevant matter e.g. applicability of the soil filter for the dumps, by contrast the conservation of soil aggregate structure is desirable in the case of assessment of shear strength of soil. *Pretreatment for organic matter did not show big influence* (the oxidation came off about 1.5 day) on the test results.
- *Microscopic observation did not show massive reduction of larger particles* or visible increase of the small particles volume by using alternative methods of separation, *even in the case of 15 min mixing* (this time is suggested by K.H. Head in Manual of soil laboratory testing [2]) the particles of coal slack with lower resistance were not broken too much, this effect was visible only after milling.
- *Problematic part* of the assessment seems to be *microscopic observation*; by distinctive capacity 2  $\mu\text{m}$  the ideal observation is impossible. For that reason the particles of size 5.5  $\mu\text{m}$  and 2.525  $\mu\text{m}$  were observed and counted.
- *A larger number* of the tests is necessary for statistic evaluation.

The results of the tests show the fact that the correct preparation of the soil specimen for a hydrometer test is very important. A suitable type of dispersing agent and its dosing can be chosen for various types of soils on the basis of previous experiences. The use of different separation methods seems to be more complicated. The tests showed that 60 seconds – 5 minutes mixing is the most suitable method for this type of soil. The optimal time of mixing is 2 minutes. The advantage of this method is its simplicity. Disintegration through boiling and milling does not seem to be convenient. Two hours boiling is too long and not effective and milling can damage the particles of low resistance (see Photo 6). The results of the combining mixing and ultrasonic waving are not clear. They could be incurred by on apparatus disorder. Of course, the test for assessment of the soil particle distribution can be carried out with the help of more modern instrumentation. The laser analyzer of the particles sizes, or photo settling apparatus could be used too. The advantages of these methods are simplicity and rate of realization and main disadvantage is the very small amount of specimen (the specimen is not representative) [4]. Therefore the use of hydrometer test is a dominant method in our laboratory praxis at present. On the basis of foregoing conclusions and mind the research activities of the known authors *the unification of soil laboratory testing and elaborating of standard* for assessment of the particle soil distribution seems to be inevitable in future.

## 8. Literatúra – References

- [1] Research team: *Metodiky laboratorných zkoušek v mechanice zemin a hornin*. Český geologický úřad, Praha 1987, 17-47.
- [2] HEAD, K. H.: *Manual of soil laboratory testing*. Pentech Press Limited, London 1992, 201-233.
- [3] KLUKANOVÁ, A.: *Faktory ovlivňující kvalitu laboratorných zkoušek*. Rigorózná práca. PRIF UK, Bratislava 1980.
- [4] KIŠOVÁ, M., ADAMCOVÁ, R.: *Obsah ílovitéj frakcie – problematický bod posúdenia vhodnosti zeminy do minerálnych tesnení skládok odpadu*. Zborník referátov z 2. konferencie Geológia a životné prostredie, Bratislava 2001, 98-101.