

ELJÁRÁS A FAJSÚLY SZERINTI ELVÁLASZTÁS PONTOSSÁGÁNAK FOKOZÁSÁRA

IFJ. PESTHY LÁSZLÓ*

Összefoglalás: A leírt készülék segítségével a centrifuga csőben elkülönített fajsúly frakciók kvantitatív pontossággal szétválaszthatók. Elv az, hogy a két frakció közé jutattott nehéz folyadékkal a felszínen úszó könnyű frakciót a centrifuga csőből kimossuk. Az új készülék pontosságát ismert összetételű mesterségesen előállított ásványporral ellenőriztük. A gyakorlatban gyakrabban használatos eljárásokkal való összehasonlításból kitűnt, hogy az új készülékkel elérhető a kvantitatív pontosság.

A homokszemcsék fajsúly szerinti szétkülönítésére az üledékes közettani laboratóriumokban használatos módszerek két csoportra oszthatók. Az egyik közönséges tölcser (1) vagy erre a célra specializált rázóitölcser (2, 3, 4, 5) segítségével végzi az elválasztást olyan folyadékokban, amelynek fajsúlya az elválasztandó osztályokat elhatárolja. Ennek a módszernek az a hátránya, hogy a használt nehéz folyadékokhoz — (többnyire a 2,89 fajsúlyú bromoformot alkalmazzák) — közelálló, valamint a viszonylag nagy felületű szemcsék jelentős része lebegve marad és a különböző frakciókba tartozó összetapadó szemcsék szennyezik egymás frakcióit. A másik módszer centrifugálással csökkenti ezeket a hibákat. A centrifugálásakor nehézséget okoz, hogy a vizsgálat szempontjából lényegesebb nehéz frakciót nehéz kivenni a könnyű frakció alól a szétválasztott minta összekeverése nélkül. Minthogy a nehéz osztály mennyisége rendszerint igen csekély, az így előálló hiba viszonylagos százalékos kihatása igen jelentékeny. Az osztályok kivételét különböző speciálisan kiképzett centrifuga-csővekkel (6, 7, 8) végzik, azonban ezek is utólag gyakran ismét összekeverik a mintát, végül pedig centrifugálás közben fellépő feszültség a bonyolultabb kiképzésű csövet törékennyé teszi.

Eljárásunk e nehézségeket úgy küszöböli ki, hogy a centrifugált két fázis közé bromoformot juttatunk oly módon, hogy közben egyik frakciót se zavarjuk meg lényegesen és a csőben megnövekedő bromoform oszlop felszínén úszó könnyű frakciót a cső pereméig emeljük, majd az ezen túlülő könnyű frakciót mintegy kimossuk a centrifuga-csőből.

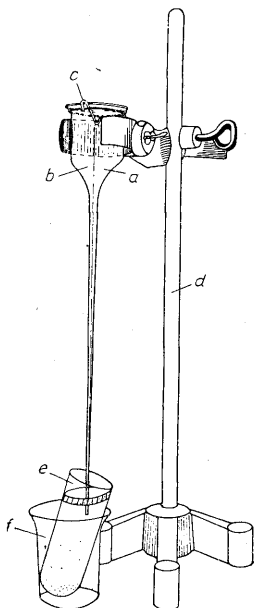
Erre két megoldást alkalmaztunk. Első kísérletül egy kb. 20 cm hosszú és 1,5 mm \varnothing szájú tölcser¹ használtunk (lásd 1. ábra), amelyben vékony huzal húzódik. A huzalt a tölcser felső peremén átmérő irányban fekvő gumiszalag rögzíti, a huzal végére forrasztott kis kúp pedig gumiszigetelést szorít a tölcser alsó pereméhez (3. ábra). Ez a szelep azt a célt szolgálja, hogy a bromoform áramlása tetszés szerint megindítható vagy elzárható legyen. A tölcser² Bunsen-állványba befogva használjuk, úgy, hogy a bromoformban centrifugált anyagot tartalmazó csövet egy főzőpohárba helyezzük. A folyadék felszínén úszó könnyű frakciót a tölcser szárával átszúrva a bromoformot a könnyű frakció alá folytathatjuk. Ennek a kezdetleges eljárásnak egyik hibája, hogy a könnyű frakciót nem lehet egyetlen függőleges egyenes mentén átszúrni és emiatt az alatta levő bromoformba belekeveredik. Másrészt a főzőpohárba beállított centrifugacső rendszerint ferdén, billenékenyen helyezkedik el, s így a cső elérhető maximális bromoform szintje felett nem mossa ki a könnyű frakciót (lásd 4. ábra).

A másik megoldás teljesen pontos eredményt adott. Ennél a tölcser függőleges egyenes mentén történő eltolása külön készülékkel történik, amely egyszersmind a centrifuga-cső peremének vízszintes elhelyezkedését is biztosítja. A készülék megbízható

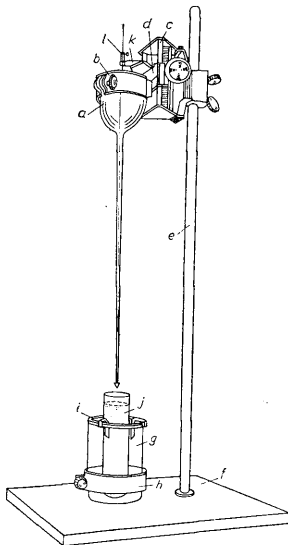
* Előadta a MTA Geokémiai Főbizottságának 1958. február 3-i ülésén.

és ötletes kivitelezését Molnár J. az Eötvös Loránd Tudományegyetem Ásvány-Közöttani Intézetének műszerésze végezte.

Az új készülékben (2. ábra és I. táblázat) a tölcser (a) egy kinyitható, gumi-
lemezzel bélelt bilincs (b) fogja, amelyet két sinként alkalmazott gömbacél-rúdon (c)



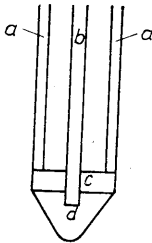
1. ábra. Bunsen-állványba fogott elválasztó tölcser. Magyarázat: a) tölcser, b) rézdrót, c) gumiszalag, d) Bunsen-állvány, e) centrifuga cső, f) főzőpohár — Fig. 1. Separatortrichter eingefasst in einen Bunsenständer. Erklärung: a) Trichter, b) Kupferdraht, c) Gummiband, d) Bunsenständer, e) Zentrifugenküvette, f) Glaskolben



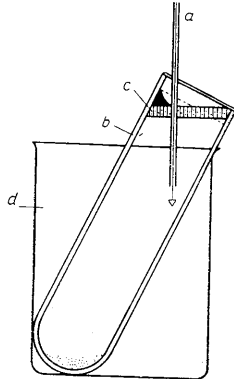
2. ábra. Az új elválasztó készülék. Magyarázat: a) tölcser, b) tölcser rögzítő bilincs, c) gömbacél sín, d) szán, e) állvány, f) lap, g) főzőpohár, h) főzőpohár rögzítő bilincs, i) centráló gyűrű, j) centrifuga cső, k) lemez rugó, l) rögzítő csavar és gyűrű — Fig. 2. Die neue Separationsapparat. Erklärung: a) Trichter, b) Klemme zum Festhalten des Trichters, c) Schiene aus Rundstahl, d) Schlitten, e) Ständer, f) Platte, g) Glaskolben, h) Klemme zum Festhalten des Kolbens, i) Zentrierung, j) Zentrifugenküvette, k) Blattfeder, l) Arretierschraube und Ring

mozgó szán (d) tart. A szán egy fogasléc-fogaskerék-áttétel segítségével függőleges egyenes mentén elmozdítható. Ez a szerkezet két csavarral egy acélrúdra (e) pontos beállításra alkalmas módon van erősítve. Az acélrúd egy márványlapon (f) áll, amely egyszersmind az egész készülék talpa és amely a főzőpohárba helyezett elválasztandó anyag aljzata.

A márványlapon egy csavarral rögzített és gumilemezzel bélelt elforgatható bilincs (*h*) egy főzőpohár (*g*) rögzítésére szolgál. Ennek felső peremén centráló gyűrű (*i*) van, amelyben a centrifuga-cső (*f*) foglal helyet. A centráló gyűrű bordás kiképzésű, így a centrifuga-csövet csupán három függőleges egyenes mentén érinti. Ilyenkor a csőből a bromoformmal kiömlő könnyű frakció nem rakódik a centráló gyűrű és a cső fala közé (5. ábra).

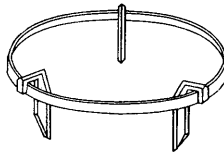


3. ábra. Az elválasztó-tölcsér alsó nyílása. M a g y a r á z a t: *a*) üvegcső, *b*) rézdrót, *c*) gumilemez, *d*) forrasztóon kúp — Fig. 3. Untere Öffnung des Separatortrichters. E r k l ä r u n g: *a*) Glasröhre, *b*) Kupferdraht, *c*) Gummiplatte, *d*) Kegél aus Lötzinn



4. ábra. A főzőpohárba helyezett centrifuga-cső. M a g y a r á z a t: *a*) leválasztó tölcsér, *b*) centrifuga cső, *c*) könnyű frakció, *d*) főzőpohár — Fig. 4. Zentrifugenküvette im Glaskölbchen. E r k l ä r u n g: *a*) Stiel des Separatortrichters, *b*) Zentrifugenküvette, *c*) leichte Fraktion, *d*) Glaskölbchen

A szelep elzárását biztosító gumiszalag helyett lemezs rugót (*h*) alkalmaztunk amelyen egy rögzítőcsavarral (*l*) ellátott gyűrű van. A szelepet elzáró s egyben rögzítő rézhuzal ezen fut keresztül. Amikor a szelep zárva van és a bromoform áramlás szünetel,



5. ábra. Centráló gyűrű — Fig. 5. Zentrierring

a rugó felfelé húzza a rézhuzalon keresztül a huzal végén levő kis kúpot, illetőleg a kúp és a cső közötti gumipárnával elzárja a cső száját.

Az elválasztás a következő módon történik: a főzőpoharat a talpon elhelyezett bilincsbe rögzítjük és ennek a közepén helyezzük el függőlegesen a centráló gyűrű segít-

I. táblázat

Elvál. módszer.	Nehéz ásványok	Biotit	Gránát	Augit	Turmalin	Összeg
Új elv. tölésérés	Szám, db %	19	16	32	33	100
	Súly %	7,1	15,8	32,7	44,4	100,0
	Bemért menny. g	0,0224	0,0500	0,1033	0,1400	0,3157
Centrifugás fagyasztásos	Szám. db %	12	17	34	37	100
	Súly %	4,0	16,8	33,6	45,6	100,0
	Bemért menny. g	0,0120	0,0504	0,1013	0,1372	0,3009
Brögger tölésérés	Szám, db %	21	15	30	34	100
	Súly %	7,7	15,9	31,6	44,8	100,0
	Bemért menny. g	0,0239	0,0491	0,0978	0,1383	0,3091
Két tölésérés	Szám, db %	18	15	32	35	100
	Súly %	6,2	15,8	32,1	45,9	100,0
	Bemért menny. g	0,0192	0,0486	0,0990	0,1413	0,3081

ségével a centrifugált homokot tartalmazó csövet. A csavar körül befordítjuk a főző-poharat úgy, hogy a tölésér szára a centrifuga-cső középpontja fölé essen. A lezárt tölésért megtöltjük bromoformmal és a fogaslécen elmozduló csavar segítségével a tölésért lefelé csúsztatjuk addig, amíg az alsó vége átszűrve a könnyű frakció „kérget”, kb. felúton helyezkedik el a két frakció között. Most kioldva a feszítőrugó csavarját, a drót csekély lenyomásával megnyitjuk a szelepet, miáltal a bromoform áramlása megindul. Az emelkedő bromoform-szint, a felszínén szállítva a könnyű frakciót, 5–10 perc alatt éri el a cső felső peremét, ahonnan a csövet körülvevő pohárba ömlik. A cső belső falára tapadt néhány szem vékony üvegbotra húzott gumicsővel óvatosan eltávolítható. A vastag falú centrifuga-edény peremét élesre köszörüljük, mert különben a vastag vízszintes peremre rakódó homokszemcsék a bromoformot „megszűrve” bocsátják át és a lassú áramlásban utánuk érkező szemcséket nem engedik a perem fölé emelkedni.

A készülék pontossági fokának megállapítása végett analitikai pontossággal ismert ásványos összetételű, mesterséges porítással előállított, szintetikus homokot vizsgáltam. Az új készüléket összehasonlítottam a három gyakrabban használt elválasztási módszerrel, a két-tölésérés, a Brögger-tölésérés és centrifugás-fagyasztásos eljárással. Az alkalmazott szintetikus homok könnyű frakciója kvarcból, a nehéz frakciója pedig augit, turmalin, gránát és biotitból állt. Az ásványokat mozsárban szakaszosan törve a vizsgálatra kiszemelt 0,15–0,20 mm-es szemnagyságot szitálással különítettük el. A szitált szemnagysági frakciót iszapolással tisztítottuk meg a rátapadt finom ásványportól, majd alkoholos mosás és kiszáritás után mind az 5 ásványt centrifugával és az

új elválasztó készülékkel szabadítottuk meg az esetleges másik frakcióba tartozó szennyező ásványzemséktől, amelyek inkább csak zárvány formájában lehettek jelen. A megfelelő tisztaságú monominerális, 150–200 μ -es szemnagyságú ásványport alkoholos mosás és szárítás után kaptuk, ezeket kevertük össze az összehasonlítható négyféle elválasztási módszerhez (I. táblázat).

Egy leválasztandó minta súlya kb. 2 g volt, ennek 15,4% \pm 0,3%-a a nehézfrakció (II. táblázat). Ez a természetben megszokott nehézfrakció mennyiségénél azért nagyobb, hogy a kapott hibákat ezáltal arányosan megnövelve pontosabban kiértékelhessük (V. táblázat).

II. táblázat

Elválasztó módszer	Két tölcéses		Brögger tölcéses		Centrifugás fogyasztás		Új elválasztó tölcéses	
	Menny. g	Súly %	Menny. g	Súly %	Menny. g	Súly %	Menny. g	Súly %
Nehéz frakció	0,3081	15,4	0,3091	15,4	0,3009	15,1	0,3157	15,7
Könnyű frakció	1,6984	84,6	1,6978	84,6	1,6943	84,9	1,6977	84,3
Bemért össz. mennyiség	2,0065	100,0	2,0069	100,0	1,9952	100,0	2,0134	100,0

Mivel a fajsúly szerinti szétválasztás után mindkét frakció szennyeződését mikroszkóposan vizsgáltam, ahol csak darab százalékot mérhettem, szükségessé vált egy megközelítő átszámítás, hogy az első táblázatban látható súlyszázalékos és a mikroszkópos vizsgálatból származó darab százalékos eredmény összehasonlítható legyen. Ennél a számításnál az ásványok fajsúlyát és a homokszemcsék átlagos térfogatát kellett tekintetbe venni.

Azonos fajsúlyú, de különböző méretű ásványok súly- és db%-a közül a nagyobb szemcsékből állók darabszázaléka kisebb, mint a kisebb szemekből állóké. Az azonos méretű, de különböző fajsúlyú ásványok súly- és darabszázalékai közül a nehezebb ásványok darabszázaléka kisebb mint a könnyebbeké. Ebből a két fordított arányból a következő képlet adódik :

$$\text{darab arány} = \frac{\text{súly \%}}{\text{fajsúly} \times \text{térfogat}}$$

Az így kapott arányszámokat százalékra átszámítva kaptuk a vizsgált mesterséges homok elméleti darabszázalékos összetételét. Kiszámításához ismerni kell az alkalmazott ásványok fajsúlyát és statisztikus térfogatát. A fajsúlyt piknométerrel meghatároztam a III. táblázatban használt adatokat kaptam.

A darabszázalékos eloszláshoz szükséges térfogatot úgy számítottuk ki, hogy mikroszkópon mikrométer-okulárral mértük a szemcsék leggyakoribb, legnagyobb egymásra merőleges átmérőit. Az így kapott méretekből szerkesztett szögletes téglatestek, valamint 2 illetőleg 3 tengelyű ellipszoidok térfogatának geometriai középarányosát tekintettük a szemcsék statisztikus térfogatának. A biotit speciális alakjára való tekintettel egy alacsony négyzetes prizma, illetőleg hasonlóan alacsony henger szerkesztése látszott célszerűbbnek, amelynek ugyancsak a geometriai középarányosát vettük. (A szemcsék méreteit és a belőlük kapott szemcsetérfogatokat lásd a III. táblázatban.)

III. táblázat

Ásvány	Fajsúly	Méret mm-ben			Szögletes idom térf. mm ³ -ben	Gömbölyű idom térf. mm ³ -ben	Geom. térf. átlag mm ³ -ben
		a	b	c			
Biotit	2,91	0,18	0,18	0,05	0,0016	0,0008	0,0011
Gránát	3,45	0,17	0,15	0,15	0,0038	0,0020	0,0027
Augit	3,37	0,14	0,14	0,19	0,0037	0,0020	0,0027
Turmalin	3,25	0,16	0,17	0,18	0,0049	0,0026	0,0036
Kvarc	2,62	0,15	0,17	0,19	0,0048	0,0025	0,0035

Ezeknek az adatoknak, valamint a nehézfrakcióba bemért ásványok súly %-os összetételének ismeretében kiszámíthatjuk a nehézfrakció elméleti darab %-os összetételét (I. l. táblázat).

A különböző fajsúly szerinti elkülönítések után kapott nehézfrakciókat visszamérve a következő súlyváltozásokat kaptuk (lásd IV. táblázat) :

IV. táblázat

Módszerek	Kéttölcséres	Bróger tölcéres	Fagyasztásos	Új elválasztó-tölcséres
Elválasztás előtti súly	0,3081 g	0,3091 g	0,3009 g	0,3157 g
Elválasztás utáni súly	0,3004 g	0,3387 g	0,2317 g	0,3141 g
Súlyváltozás	-0,0077 g	+0,0296 g	-0,0692 g	-0,0016 g
%-os súlyváltozás	-2,5%	+9,6%	-23,0%	-0,5%

Ezek után mikroszkóposan megvizsgáltam az egyes frakciók darabszázalékos szennyezését és az V. táblázatban levő eredményeket kaptam :

V. táblázat

Módszer	Kéttölcséres	Bróger tölcéres	Fagyasztásos	Új elválasztó-tölcséres
Könnyű frakcióban	0,5%	1,0%	4,0%	0,15%
Nehéz frakcióban	0,6%	13,0%	8,0%	0,0%
Centrifuga csőben levő kvarc-tartalom			15,0%	

A mérési eredmények szerint az új elválasztó tölcéres módszernek elválasztott nehézfrakció ásványos összetétele alig különbözött az eredetitől. Ennek a mintának mikroszkóposan is meghatároztam a mikromineralógiai spektrumát (VI. táblázat).

VI. táblázat

	Számított db %	Mért db %
biotit	19	17
gránát	16	17
augit	32	31
turmalin	33	35

Ezek az értékek szintén tökéletesen egyeztek, feltételezve tehát a számított darabszázalék azonosságát a valódi darabszázalékkal, meghatároztam a könnyű frakciókba átcúsított szennyező nehézásványok darabszázalékos összetételét is (VII. táblázat).

VII. táblázat

Módszer	Kéttölcséres		Brögger tölcéres		Fagyasztásos			Új leválasztó-tölcséres	
	Eredeti szám db %	Szennyezés db %	Eredeti szám db %	Szennyezés db %	Eredeti szám db %	k. frakció szenny. db %	c cső szenny. db %	Eredeti szám db %	Szennyezés db %
biotit	18	68	21	50	12	22	4	19	100
gránát	15	6	15	8	17	37	43	16	—
augit	32	10	30	15	34	16	28	32	—
turmalin	35	16	34	27	37	25	25	33	—
	100	100	100	100	100	100	100	100	100

A két nem centrifugás elválasztó eljárásnál elsősorban a biotit szökött át a könnyű frakcióba, mert ennek a viszonylagos felülete a legnagyobb és a fajsúlya ennek áll legközelebb a bromoforméhoz. A fagyasztásos eljárás könnyű frakció szennyezésének jelentős eltérése az eredeti összetételtől abból adódik, hogy a megfagyasztott bromoform üvegcső melletti felszínét a centrifuga-csőből történő kicsúsztatás előtt kissé meg kell olvasztani és ebben a megolvasztott részben levő ásványszemcsék a megolvadt bromoformmal kiömölve szennyezik a másik frakciót. Figyelembe kell itt még venni, hogy a nehéz frakció szemcsék eloszlása a bromoformban nem homogén, mert fajsúlyuk, valamint felület-térfogat hányadosuk függvényében különböző sebességgel ülepedtek le és így nyilván a legnagyobb fajsúlyú és viszonylag kis felület-térfogat hányadosú gránát mintegy „kibélelte” a centrifuga-cső alját.

Ezért a gránát szerepel a legnagyobb mennyiségben a megolvadt könnyű frakció szennyező részben. A bromoform „rúdnak” a centrifuga-csőből történő kicsúsztatása után visszamaradt anyag 15%-a volt a könnyű frakcióba tartozó kvarc. A nehézfrakció ásványspektrumát az V. táblázat „centrifuga”-cső jelölésű oszlopa mutatja, ugyanezen módszer könnyű frakciójának szennyeződési értékei mellett.

Az új leválasztó-tölcséres módszernél a biotitnak könnyű frakcióba történt átjutását az okozza, hogy a hasadási lemezei közé szoruló levegőbuborékok a szemcsék látszólagos fajsúlyát csökkentik.

A különböző módszerekkel szétválasztott, azonos összetételű homok nehézfrakciója az elválasztás során összetételében annyira megváltozhat, hogy az eloszlási adatokat jelentékenyen meghamisítjuk. Ezért vizsgáltuk tehát a könnyű frakció szennyeződését külön is. Fontos, hogy az elkerülhetetlen nehézásvány veszteség az eredeti összetételnek megfelelő legyen, főképp pedig az, hogy a veszteséget mennyiségileg a minimálisra redukáljuk. Ennek a követelménynek az új elválasztó-tölcséres eljárás teljes mértékben megfelel.

IRODALOM — LITERATUR

1. Van Werveke, L.: Ueber Regeneration der Kaliumquecksilberjodidlösung und über einen einfachen Apparat zur Trennung mittelst dieser Lösung. Neues Jahrb. f. Min. etc. Bd. 2. pp. 86—87. 1883.
2. Krumbein, W. C. — Pettijohn F. J.: Manual of Sedimentary Petrography, New York, pp. 335—340.
3. Church, A. H.: A test of specific gravity Min. Mag. vol. 1. pp. 237—238. 1876—1877.
4. Oebbecke, K.: Beiträge zur Petrographie der Philippinen und der Palau-Inseln.

N. Jarb. f. Min. etc. B. B. 1. p. 457. 1881. — 5. Klein, S.: Quantitative und beschleunigte Trennung grösserer Proben etc. Centralbl. f. Min. etc. Abt. A. pp. 244—248. 1931. — 6. Frasier, F. J.: A simple apparatus for heavy mineral separation Econ. Geol. vol 23. pp. 99—100. 1928. — 7. Müller, H.: Über ein abgeändertes Zentrifugenglas zum Trennen nach dem spec. Gew. Centralbl. f. Min. etc. Abt. A. pp. 90—91. 1932. — 8. Schroeder, F.: Scheidetrichter zum Einsetzen in die Zentrifuge beim Trennen von Mineralgemischen mit schweren Flüssigkeiten. Centralbl. f. Min. etc. Abt. A. pp. 38—46. 1930. — 9. Kunitz, W.: Eine Schnellmethode der gravimetrischen Phasenanalyse mittels der Zentrifuge. Centralbl. f. Min. etc. Abt. A. pp. 225—232. 1931.

Ein Verfahren zur Erhöhung der Genauigkeit der Mineralseparation nach spezifischem Gewicht

L. PESTHY jr.

Der beschriebene Apparat dient zur Separierung der mittels der Zentrifuge gewonnenen Fraktionen nach spezifischem Gewicht. Er besteht im wesentlichen aus einem speziellen Trichter mit sehr dünnem Stiel, dessen untere Öffnung von oben her abgeschlossen werden kann. Man lässt durch diesen Trichter Bromoform zwischen beide Fraktionen fließen, wobei die über dem Rand der Zentrifugenküvette sich erhebende Bromoforsäule die oben schwimmende leichte Fraktion ausspült. Die Genauigkeit der neuen Apparatur wurde mit einem künstlich hergestellten Mineralstaub von einer mit analytischer Genauigkeit bekannten Zusammensetzung erprobt. Die Ergebnisse wurden unter Anwendung des gleichen Mineralstaubes mit den in Sedimentlaboratorien üblichen Separationsverfahren verglichen, um die systematischen quantitativen und qualitativen Fehler der letzteren analysieren zu können. Die Ergebnisse haben gezeigt, dass die Separation nach dem spezifischen Gewicht mit der neuen Apparatur eine quantitative Genauigkeit liefert.