

VELIMIR VOUK

FRAKCIONIRANJE SUSPENZIJA UGLJENE PRAŠINE*)

Opisano je priređivanje frakcija ugljene prašine metodom ponavljanja sedimentacije. Uspješna metoda za sedimentacijsko frakcioniranje prašine treba da zadovoljava ove uvjete: 1. suspenzija, koja sedimentira, ne smije sadržavati nikakvih agregata, 2. temperaturne promjene u suspenziji treba da budu svedene na minimum, 3. treba sprječiti stvaranje vrtložnih struja kod dekantacije ili odjeljivanja sedimentacijske tekućine od taloga, 4. raspodjela veličine čestica nefrakcionirane prašine mora biti povoljna, inače je broj potrebnih sedimentacija vrlo velik. Na osnovu teorijskih razmatranja izvedene su jednadžbe, koje omogućuju izračunavanje broja ponovljenih sedimentacija, koji je potreban, da se postignu frakcije tražene homogenosti. Jednadžbe su izvedene na osnovu pretpostavke, da većina industrijskih i prirodnih prašina zadovoljava logaritamsko-normalnu raspodjelu funkciju. Upotrebom opisane metode priređeno je pet frakcija ugljene prašine u području od 1—20 mikrona. Priloženi su podaci o raspodjeli veličine čestica nefrakcionirane prašine i svih frakcija.

Prirodne i industrijske prašine su polidisperzni sistemi. Kod istraživanja njihovih svojstava, a naročito utjecaja veličine čestica na fizička svojstva ili fiziološko i toksičko djelovanje prašine treba da se priprave veće količine prašine sa što užim područjem veličine čestica. U ovom radu je opisano priređivanje približno monodisperznih suspenzija ugljene prašine metodom ponavljanja sedimentacije. Tu je metodu E. C um m i n g s (1) uspješno primijenio na frakcioniranje kvarcne prašine, te se ona i kasnije upotrebljavala kao standardna metoda. Nedavno je S. R. R a b s o n (2) opisao mikrometodu za frakcioniranje prašine, koja se također osniva na Cummingsovu postupku. G e s s n e r (3) raspravlja u svojoj monografiji o uvjetima, koji treba da budu ispunjeni, da bi sedimentacija bila uspješna. Frakcioniranje suspenzija može se provesti i metodom elutrijacije. Prikladnu aparaturu za preparativnu elutrijaciju opisali su T. M. L o w r y i M. C. M a r s h (4). Obje metode imaju i prednosti i nedostataka. Mi smo upotrebili sedimentacijsku metodu uglavnom zato, što treba manje disperzijske tekućine, koja je u našem slučaju bila 30%-na vodena otopina etilnog alkohola.

Cummingsova metoda se čini na prvi pogled upravo idealnom. On navodi, da 5—6 uzastopnih sedimentacija i ispiranja dovodi do odličnih rezultata. Naša iskustva pokazuju, da kod ugljene prašine broj po-

*) Izvadač iz disertacije (London 1948.). Autor se zahvaljuje Rockefellero-voj fondaciji, Svjetskoj zdravstvenoj organizaciji, Ujedinjenom američkom fondu za pomoć Jugoslaviji i Britanskom savjetu, koji su mu omogućili studij u Londonu (1946.—1949.).

novljenih sedimentacija, koji je potreban, da bi odjeljivanje pojedinih frakcija bilo dobro, često prelazi i 30.

Osnovni zahtjevi, koji se postavljaju na uspješnu metodu za sedimentacijsko odjeljivanje frakcija, mogu se rezimirati ovako:

1. Prašinu treba jednoliko dispergirati i sprječiti stvaranje agregata.

Da bi se taj zahtjev ispunio, treba odabratи takvu tekućinu, koja potpuno kvasi čestice prašine. To se može postići dodavanjem sredstava za kvašenje (detergenata) vodi ili upotrebom tekućine s malom napetošću površine. Premda je prva mogućnost jednostavnija, jer je dobava destilirane vode gotovo neograničena, mi smo se ipak morali poslužiti smjesi alkohola i vode. Visokomolekularni detergenti i u malim količinama uzrokuju zamućenje vode (Tindalov fenomen), pa se ni naknadnim ispiranjem adsorbirani detergent ne može potpuno odstraniti. Na taj način bismo kod istraživanja optičkih svojstava prašine — a to je bila svrha priređivanja monodisperznih suspenzija — uveli pogrešku nepoznate veličine.

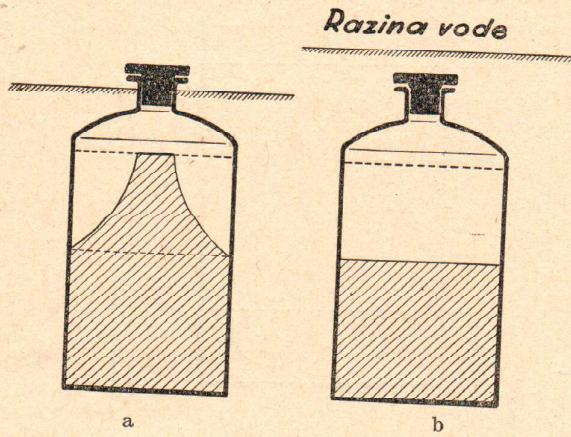
Smjesa etilnog alkohola i vode dobro kvasi ugljenu prašinu, a i većinu drugih industrijskih prašina. Količina alkohola u smjesi treba da bude dosta velika. Našli smo, da treba dodati najmanje 30—35 težinskih procenata, da kvašenje bude potpuno.

Drugi faktor, koji djeluje na stvaranje aggregata i na taj način sprečava uspješno frakcioniranje, jest koncentracija suspenzije. To predstavlja znatan problem, osobito, ako sedimentacijsku tehniku upotrebljavamo u preparativne svrhe. Niska koncentracija suspenzije osigurava dobro odjeljivanje, ali je količina materijala, koji se može odjednom obraditi, tako malena, da se čitav postupak mora ponoviti mnogo puta. Visoke koncentracije smetaju odjeljivanju toliko, da broj uzastopnih sedimentacija postaje suviše velik. Taj broj, i kod umjerenih koncentracija, naraste na 25—30, ako treba da se prirede frakcije s uskim područjem veličine čestica.

2. Temperaturne promjene i razlike u suspenziji i okolini treba da budu svedene na minimum. Ako taj uvjet nije ispunjen, stvaraju se u suspenziji konvekcijske struje, koje potpuno poremete pravilnu sedimentaciju.

Upotrebom dobrog termostata mogu se temperaturne promjene gotovo potpuno ukloniti. Ipak je i kod toga potrebna pažnja. Navest ćemo primjer iz našeg iskustva, koji pokazuje, do koje je mjere potreban oprez. U početku rada, prema Cummingsovoj uputbi, nismo upotrebili termostatsku kontrolu. Budući da napredovanje sedimentacije nije zadovoljavalo, odlučili smo, da upotrebimo termostat. Kristalizacijske zdjelice, koje preporučuje Cummings, zamijenili smo staklenim bocama od 350 ccm s ubrušenim čepovima. Te su boce bile uronjene u vodu termostata, a samo je gornji dio grla virio malo iz vode, tako da bi se nakon propisanog sedimentacijskog vremena suspen-

zijska tekućina mogla ukloniti teglicom. Upotrebom dobrog uređaja za miješanje i živina kontaktog termometra sa »Sunvic« relejom sveli smo temperaturne promjene na $\pm 0,05^{\circ}\text{C}$. Smatrali smo, da mala površina staklenih čepova, koji su virili iz vode, ne može uzrokovati neko znatno hlađenje suspenzije i na taj način stvarati konvekcijske struje, to više, što je razlika između temperature prostorije i temperature termostatske kupelji iznosila samo $3-4^{\circ}\text{C}$. Naše se očekivanje nije ispunilo. Utjecaj hlađenja mogli smo opaziti tek onda, kad je odjeljivanje frakcija toliko napredovalo, da je granica između suspenzionske tekućine i suspendiranih čestica, koje su sedimentirale, postala jasno obilježena. Hlađenje je kroz površinu staklenih čepova bilo dovoljno, da potpuno iskrivi granicu. Iskrivljenje granične površine prikazano je shematski na sl. 1a. Značajna je simetrija iskrivljene površine. Pošto smo boce potpuno uronili u vodu, iskrivljenja je nestalo, i granična je površina postala horizontalna (sl. 1b). Taj nas je kvalitativni eksperiment naveo, da ponovo modificiramo sedimentacijsku tehniku. Boce su za čitavo vrijeme sedimentacije bile potpuno uronjene u vodu. Neposredno prije odsisavanja tekućine razina je vode u termostatu bila snižena tek toliko, da se omogući vađenje čepa i uvođenje teglice.

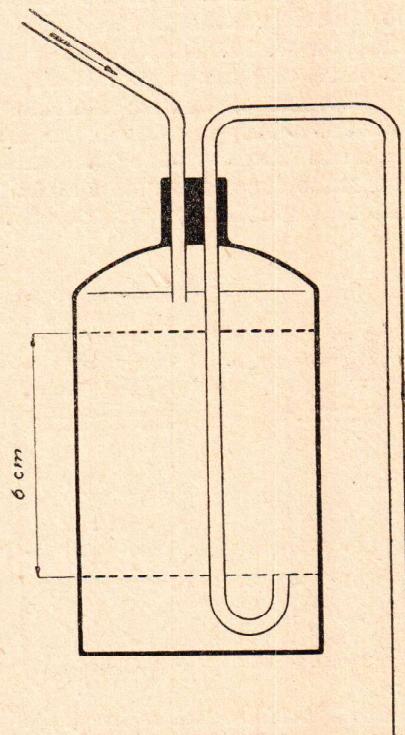


1. Utjecaj temperaturnih razlika na tok sedimentacije.
 - A. Grlo boce viri iz vode termostata. Hlađenje kroz površinu staklenog čepa je dovoljno, da iskrivi graničnu površinu.
 - B. Ako je boca potpuno uronjena u vodu, iskrivljenje se potpuno izgubi.

3. Odjeljivanje sedimenta od suspenzionske tekućine treba provoditi tako, da se spriječi stvaranje vrtložnih struja zbog mehaničkih vibracija i poremećaja.

Da bi se zadovoljio taj uvjet, Cummings preporučuje upotrebu niskih kristalizacijskih zdjelica. Po njegovu mišljenju dekantacija se mnogo lakše izvodi u takvim zdjelicama nego u visokim cilindrima, koji se obično upotrebljavaju kod sedimentacije. Nakon nekoliko orientacijskih pokusa odustali smo od dekantacije i uveli odstranjivanje suspenzijske tekućine teglicom. Teglica, koju smo upotrebljavali kod našeg rada, prikazana je na sl. 2. Rad je teglice bio iskušan s obojenim slojevima vode.

4. Gustoća i raspodjela veličine čestica prasine prije frakcioniranja.



2. Teglica za uklanjanje sedimentacijske tekućine.

Od ostalih faktora, koji utječu na efektivnost sedimentacijskog frakcioniranja, treba svakako spomenuti gustoću čestica i raspodjelu veličine čestica u prasini prije sedimentacije. Ako je gustoća svih čestica jednaka, čestice će biti odijeljene prema veličini. Ako nije jednaka, odjeljivanje će se vršiti prema sedimentacijskom vremenu, koje je za čestice iste veličine, a različite gustoće, različito. Naša iskustva s ugljenom prasinom pokazuju, da postoji nehomogenost u gustoći

kod nekih mineralnih prašina. Usprkos najbržnjoj kontroli svih faktora, koji utječu na sedimentaciju, ipak nismo bili kadri da potpuno uklonimo iz sitnih frakcija neke čestice sa znatno većim promjerom. Kod toga smo se mikroskopskim pregledom uvjerili, da te veće čestice nisu bili agregati malih čestica.

Velik broj uzastopnih sedimentacija, koji je bio potreban, da dobijemo relativno homogene frakcije, naveo nas je na razmatranje utjecaja raspodjele veličine čestica na brzinu frakcioniranja. Na žalost smo dosta kasno došli do zaključka, da neprikladna početna raspodjela veličine čestica može znatno povećati broj potrebnih sedimentacija. Smatramo, da treba prije svakog preparativnog frakcioniranja odrediti raspodjelu veličine čestica. Da bismo objasnili veliku razliku između broja potrebnih sedimentacija, koji navodi Cummings (5—6), i naših podataka, pokušali smo da teorijski ocijenimo broj ponovljenih sedimentacija, koji je potreban, ako se traži neka određena homogenost frakcija.

D r i n k e r (5) je opazio, da se raspodjela veličine čestica velikog broja industrijskih i prirodnih prašina može dobro opisati logaritamski — normalnom raspodjelnom funkcijom:

$$f(d) = \frac{1}{\ln \sigma_g \sqrt{2\pi}} \frac{1}{d} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{\ln d/M_g}{\ln \sigma_g} \right)^2} \quad (1)$$

gdje je M_g = geometrijski srednji promjer = $\sqrt[n]{d_1 \cdot d_2 \cdot d_3 \dots d_n}$
 $\ln \sigma_g$ = standardna devijacija logaritama =
 $= \sqrt{\frac{\sum (n [\ln d - \ln M_g])^2}{\sum n}}$

d = karakteristični promjer čestica (na pr. Stokesov promjer)

Uzmimo, da je početna raspodjela veličine čestica prašine dana jednadžbom (1). Pustimo li suspenziju da sedimentira za vrijeme t_k , koje je potrebno, da sve čestice promjera $d \geq d_k$ stignu na dno sedimentacijske posude, talog će biti sastavljen od svih čestica s promjerom $\geq d_k$ i od nekog određenog broja čestica s promjerom $d < d_k$. Ako je početna raspodjela čestica u posudi jednolika, t. j. ako nema akumulacije ili manjka suspendiranih čestica u bilo kojem dijelu posude, onda je relativni broj tih manjih čestica, koje stignu na dno posude u vremenu t , proporcionalan odnosu njihovih sedimentacijskih brzina. Drugim riječima: broj čestica s promjerom d , koji u vrijeme t_k

stigne na dno posude, bit će jednak $f(d) \frac{v}{v_k}$ gdje je $f(d)$ frekvencija čestica promjera d , a v njihova sedimentacijska brzina. Ako upotre-

Izimo Stokesov zakon: $v = k d^3$, dobit ćemo $\frac{v}{v_k} = \left(\frac{d}{d_k}\right)^3$. Ako je $d = d_k$ omjer postaje jednak jedinici, a to znači da su sve čestice vrste k , koje su se nalazile u suspenziji, prešle u talog. Ako sa S_p označimo onaj dio taloga, koji sadržava samo parcijalno sedimentiranu frakciju prvotne suspenzije (t. j. čestice s promjerom $d < d_k$), a sa S_c onaj dio taloga, koji sadržava čestice s promjerom $d > d_k$, od kojih nijedna nije ostala u suspenziji, onda je sastav taloga dan sa $S = S_c + S_p$, gdje je

$$S_c = \frac{1}{\ln \sigma_g \sqrt{2\pi}} \int_{d_k}^{\infty} \frac{1}{d} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{\ln d/M_g}{\ln \sigma_g} \right)^2} d(d) \quad (2)$$

$$S_p = \frac{1}{\ln \sigma_g \sqrt{2\pi}} \int_0^{d_k} \frac{1}{d} \left(\frac{d}{d_k} \right)^2 e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{\ln d/M_g}{\ln \sigma_g} \right)^2} d(d) \quad (2a)$$

Integrand u jednadžbi (2a) predstavlja raspodjelu funkciju promjera svih čestica, koje su manje od d_k , a nalaze se u talogu. Ako nakon prve sedimentacije odstranimo sedimentacijsku tekućinu, i kod svake nove sedimentacije talog razmulinimo u svježoj tekućini, i tu suspenziju ponovo pustimo da sedimentira za vrijeme t će sada sadržavati manje sitnih čestica ($d < d_k$). Ako takav postupak ponovimo n puta, postepeno ćemo ukloniti gotovo sve sitne čestice. Relativni broj sitnih čestica u talogu nakon n ponovljenih sedimentacija bit će dan sa:

$$nS_p = \frac{1}{\ln \sigma_g \sqrt{2\pi}} \int_0^{d_k} \frac{1}{d} \left(\frac{d}{d_k} \right)^{2n} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{\ln d/M_g}{\ln \sigma_g} \right)^2} d(d) \quad (3)$$

Jednadžba (3) pokazuje, da je postupkom ponavljanja sedimentacije nemoguće potpuno ukloniti sitne čestice iz taloga, jer bi za to trebalo izvesti neizmjerno velik broj sedimentacija. Ipak, ako je broj ponovljenih sedimentacija dovoljno velik, možemo postići svaki traženi stepen točnosti.

Integracija jednadžbe (2) daje:

$$S_c = \frac{1}{2} [1 \mp \Phi(x_k)] \quad (4)$$

gdje je:

$$x_k = \frac{1}{\sqrt{2}} \left(\frac{\ln d_k/M_g}{\ln \sigma_g} \right)$$

Predznak + u jednadžbi (4) uzima se, ako je $x_k < 0$.
Jednadžba (3) se također može integrirati dajući

$${}_n S_p = \frac{1}{2} e^{-x_k^2} + \frac{(a_n - x_k)^2}{2} [1 \mp \Phi(a_n - x_n)] \quad (5)$$

gdje je: $a_n = n \sqrt{2} \ln \sigma_g$, a $\Phi(x)$ je dobro poznata funkcija pogreške (»error function«).

Predznak + u jednadžbi (5) odgovara vrijednosti $(a_n - x_k) < 0$.

Ukupna količina sedimenta nakon n sedimentacija jest: $S_n = S_c + {}_n S_p$, tako da je sastav sedimenta u procentima:

$$\begin{aligned} 100 \frac{S_c}{S_n} &= \% \text{ čestica s } d \geq d_1 \\ 100 \frac{{}_n S_p}{S_n} &= \% \text{ čestica s } d \leq d_1 \end{aligned} \quad (6)$$

Dosadašnje jednadžbe omogućuju ocjenjivanje broja sedimentacija, koji je potreban, da se prvočna suspenzija razdijeli u dva dijela s određenim područjem veličine čestica. U većini slučajeva treba pripraviti frakciju, koja sadržava samo čestice nekog uskog područja veličine ($d_1 \leq d < d_2$). Puštajući suspenziju da sedimentira određeno vrijeme t odstranit ćemo najprije sve čestice promjera $d \geq d_1$ i neki određeni broj čestica s $d < d_1$, kao što smo to naprijed opisali. Nakon toga ćemo primijeniti proces ponavljanja sedimentacije na sedimentacijsku tekućinu, koja više ne sadržava česticu s promjerom većim od d_1 . Početna raspodjela veličine čestice u sedimentacijskoj tekućini ne će više biti logaritamski — normalna, već će biti dana ovom funkcijom:

$$F(d) = \left[f(d) - \left(\frac{d}{d_1} \right)^2 f(d) \right] \cdot C \quad (7)$$

gdje je $f(d)$ log-normalna raspodjelna funkcija (jednadžba 1). Supsticijom jednadžbe (1) u jednadžbu (7) dobivamo raspodjelu funkciju veličine čestica u sedimentacijskoj tekućini nakon uklanjanja čestica većih od d_1 :

$$F(d) = \frac{C}{\ln \sigma_g \sqrt{2\pi}} \frac{1}{d} \left[1 - \left(\frac{d}{d_1} \right)^2 \right] e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{\ln d/M_g}{\ln \sigma_g} \right)^2} \quad d(d) \quad (7a)$$

Konstanta C se izračunava iz uvjeta:

$$\int_0^{d_2} F(d) d(d) = 1 \quad (8)$$

i glasi:

$$C = \frac{1}{1 - S_c(x_1) - {}_nS_p(x_2)} \quad (9)$$

Nakon n ponovljenih sedimentacija uklonit ćemo iz taloga gotovo sve čestice s promjerom $d < d_2$. Njihov broj u talogu izračunat ćemo kao i prije:

$${}_nS'_p = \frac{c}{2} \left\{ e^{-x_2^2 + (a_n - x_2)^2} [1 \mp \Phi(a_n - x_2)] - \left(\frac{d_2}{d_1} \right)^2 e^{-x_2^2 + (a_m - x_2)^2} [1 \mp \Phi(a_m - x_2)] \right\} \quad (10)$$

gdje je $m = n+1$.

Predznak \pm uzima se, ako je $(a_n - x_2) < 0$.

Ako je $(a_n - x_2) \gg 1$, možemo upotrebiti aproksimaciju:

$$1 - \Phi(a_n - x_2) = \frac{e^{-(a_n - x_2)^2}}{(a_n - x_2) \sqrt{\pi}} \left(1 - \frac{1}{2(a_n - x_2)^2} + \dots \right) \quad (11)$$

Ako je broj sedimentacija 20 ili više, a standardna devijacija logaritama malena, prvi član u radu (11) dostaje i jednadžba (10) se svodi na:

$${}_nS'_p = \frac{c}{2} \frac{e^{-x_2^2}}{\sqrt{\pi}} \left[\frac{1}{(a_n - x_2)} - \left(\frac{d_2}{d_1} \right)^2 \frac{1}{(a_m - x_2)} \right] \quad (12)$$

Onaj dio sedimenta, koji sadržava samo čestice veće od d_2 , izračunava se na sličan način kao i prije:

$$S'_c = 1 - \frac{c}{2} \left\{ \left[1 \pm \Phi(x_2) \right] - e^{-x_2^2 + (a_1 - x_2)^2} \left[1 \pm \Phi(x_2 - a_1) \right] \right\} \quad (13)$$

Predznak $+$ odgovara vrijednosti x_2 , odnosno $(x_2 - a_1) > 0$

Prema tome kumulativna funkcija raspodjele veličine čestica glasi:

$$Y_1 = 1 - \frac{S'_c}{S'_n} \quad \text{za } x_2 < x_k < x_1$$

$$Y_2 = \frac{{}_nS'_p}{S_n} \quad \text{za } -\infty < x_k < x_2 \quad (14)$$

Primijenit ćemo sada naprijed navedene jednadžbe na suspenziju

ugljene prašine s log-normalnom raspodjelom i parametrima $M_g = 24,9$ i $\sigma_g = 1,27$.

Neka granice frakcije budu dane sa $d_1 = 30$, a $d_2 = 20\mu$. Ako je broj ponovljenih sedimentacija 10, bit će sastav frakcije prema jednadbama (10) i (15):

$$\begin{aligned} & 8,84\% \text{ čestica sa } d \geq 20 \\ & 91,16\% \text{ čestica sa } d < 20 \end{aligned}$$

a to pokazuje, da nakon 10 sedimentacija frakcija još nije dovoljno isprana. Ako izračunamo kumulativnu raspodjelu funkciju, dobivamo:

d_{max}	% čestica sa $d \leq d_{max}$
10μ	0.014
15μ	2.40
18μ	7.91
20μ	8.84
25μ	82.30
28μ	96.80
30μ	100.00

Vidimo, da se veći dio od 8,84% čestica s promjerima manjim od 20μ nalazi u području između 15 i 20μ , i da za praktične potrebe ne treba da se frakcioniranje nastavlja. Prema tome se čini, da je Cummingsova tvrdnja, da broj potrebnih sedimentacija iznosi samo 5—6, teorijski opravdana, i da je neobično velik broj ispiranja, koji je bio potreban za dobro odjeljivanje ugljene prašine posljedica aglomeracije čestica, koja je izrazitija kod ugljene prašine nego kod kvarcnih prašina.

Kao drugi primjer za upotrebu prednjih jednadžba dajemo grafički prikaz teorijske raspodjelne funkcije prašine s geometrijskim srednjim promjerom $M_g = 1.93$ i standardnom devijacijom logaritama $\ln \sigma_g = -0.765$ (slika 3). Pune krivulje pokazuju teorijsku raspodjelu prije frakcioniranja (krivulja 1) i nakon 20 sedimentacija (krivulja 3). Gornja granica frakcije je 8μ , a donja 4.2μ . Isprekidane krivulje prikazuju eksperimentalno dobivene raspodjelne funkcije naše ugljene prašine. Opoža se previelik broj sitnih čestica u eksperimentalnoj frakciji, a to je posljedica agregacija za vrijeme sedimentiranja. Eksperimentalne su krivulje dobivene mikroskopskim mjeranjem. Kod toga su upotrebljene okularne mrežice po Patterson-Cavoodu (6) i K. R. Mayu (7). Kod mikroskopskog mjerenja je koncentracija bila kud i kamo manja, pa je i agregacija bila mnogo slabija. Otuda veliki broj sitnih čestica u raspodjelnoj krivulji.

Eksperimentalni podaci

Ugljen, koji smo upotrebili za naše pokuse, jest antracit iz južnog Walesa (»washed peas«) sa 3.7% pepela. Gustoća ugljena je određena piknometrom nakon mljevenja, sijanja i odjeljivanja svih čestica, koje nisu prolazile kroz sito s 300 otvora na palac (inch). Promjer otvora = 50 μ . Upotrebljen je piknometer s ubrušenim čepom i kapilarom, a kao suspenzijska tekućina smjesa etilnog alkohola i vode. Bile su uzete u obzir sve mjerne opreza, koje su propisane za određivanje gustoće prašina (8). Gustoća smjese alkohola i vode bila je $\varrho_4^{25} = 0.9381$, a to odgovara koncentraciji alkohola od 38.1 težinskih %. Srednja vrijednost gustoće ugljene prašine (9 uzoraka) iznosila je 1.628 kod temperature od $25 \pm 0.05^\circ\text{C}$.

Smjesa etilnog alkohola i vode za pripravljanje suspenzija ugljene prašine dobivena je miješanjem destilirane vode i etilnog alkohola. Obična destilirana voda nije zadovoljavala što se tiče optičke čistoće, pa je destilacija vode bila ponovljena u destilacijskom aparatu od »Pyrex« stakla. Prva redestilacija je bila izvedena uz dodatak kalijeva permanganata i sumporne kiseline, a druga bez ikakva dodatka, ali vrlo polako. Jednom redestilacijom komercijalnog etilnog alkohola postignuta je dovoljna optička čistoća. Podaci o sastavu i viskozitetu smjese alkohola i vode dobiveni su na osnovu mjerjenja gustoće.

Da bi se osigurala što bolja disperzija agregata, bila je 1%-na suspenzija ugljene prašine podvrgnuta šest sati intenzivnom mučkanju. Tek nakon toga započeta je sedimentacija.

Sedimentacijsko vrijeme smo izračunali po Stokesovu zakonu:

$$t = \frac{18 \cdot \eta \cdot s}{g \cdot \Delta \varrho \cdot d^2} \quad (15)$$

gdje je: t = vrijeme potrebno, da sve čestice promjera d i veće padnu na dno sedimentacijske posude,

d = promjer čestica u cm. To je Stokesov promjer, t. j. promjer čestica s jednakim sedimentacijskim vremenom. (Nije identičan s promjerom čestica, koji je dobiven kojom drugom metodom, na pr. mikroskopski).

s = duljina sedimentacijskog puta (6 cm),

$\Delta \varrho$ = razlika u gustoći između čestice prašine i tekućine,

η = viskozitet suspenzijske tekućine,

g = ubrzanje sile teže.

Kako je poznato, Stokesov zakon je ograničen na određeno područje brzina sedimentacije i veličine čestica. Za naše potrebe nisu ta ograničenja važna, budući da je računanje sedimentacijskih vremena samo približno. Kod računanja nam je dobro poslužio nomogram konstruiran prema W. a. O s t w a l d u (9), koji omogućuje određi-

vanje sedimentacijskog vremena grafičkim putem iz podataka o viskozitetu i razlici gustoće. Bila su odabrana ova vremena i pripadna područja veličine čestica:

Frakcija broj:	Sedimentacijsko vrijeme:	Područje veličine čestice:
—	20 min	20.4 i više μ
1.	40 min	20.4 — 15.2 μ
2.	90 min	15.2 — 10.3 μ
3.	240 min	10.3 — 6.2 μ
4.	24 sata	6.2 — 2.6 μ
5.	15 min centrifug. (2000 r. p. m.)	—
6.	45 min centrifug.	—

Kontrola, kako napreduje frakcioniranje, vršena je mikroskopskim mjerjenjem veličine čestica. Tehnika mikroskopskog mjerjenja veličine čestica s pomoću okularnih mrežica opisana je detaljno u disertaciji (10) i radovima G. L. Fairsa (11) i H. Heywooda (12).

Svaka frakcija je prošla kroz 25 uzastopnih sedimentacija i ispiranja.

Rezultati

Rezultati rada su izneseni u priloženim tablicama, dijagramima i mikrofotografijama. Tablica 1. daje (primjera radi) podatke o mikroskopskom mjerenu rasподјеле veličine čestica u nefrakcioniranoj prašini. Značenje pojedinih oznaka vidljivo je iz tablice. Tablica br. 2 daje podatke o aritmetičkom srednjem promjeru čestica, površinskom srednjem promjeru, standardnoj devijaciji, brojčanoj koncentraciji, težinskoj koncentraciji i o volumnom faktoru oblika pojedinih frakcija i nefrakcionirane prašine. Do volumnog faktora oblika dolazi se na ovaj način:

Srednji volumen neke grupe nepravilnih čestica jest:

$$V = \alpha_v \cdot D^3 \quad \text{ili} \quad \bar{V} = \frac{1}{\varrho \cdot n_g}$$

gdje je D = volumni srednji promjer = $\left(\frac{\sum f d_p^3}{\sum f} \right)^{1/3}$

ϱ = gustoća materijala,

n_g = broj čestica po gramu.

Budući da je $n_g = n_0 / c_0$, (c_0 = koncentracija u gramima po ccm), dobijemo

$$\alpha_v = \frac{c_0}{\varrho \cdot n_0 \cdot D^3}$$

Volumni faktor oblika pokazuje, koliko se oblik čestica udaljuje od sferičnosti. Za sferične čestice je volumni faktor $= \frac{\pi}{6} = 0.524$.

Ima različitih parametara, kojima se karakterizira veličina čestica nepravilna oblika. Po Heywoodovoj nomenklaturi (13) mogu se ti parametri klasificirati ovako:

1. promjer kruga, koji ima istu površinu kao čestica: d_{φ} . Taj promjer se dobiva mjerenjem spomoću okularnih mrežica po Patterson Cawoodu ili K. R. Mayu;

2. promjer kruga s istim opsegom kao i čestica, D ;

3. dužina pravca, koji raspolavlja površinu profila čestice (Martinnov statistički promjer) M ;

4. okomita udaljenost između paralelnih tangenta, koje dotiču dvije protivne strane profila (Feretov statistički promjer) F . Budući da su homogene frakcije uglejene prašine bile pripravljene zato, da se istraže njihova optička svojstva, a naročito ekstinkcija svjetla, odbrali smo kao parametar, koji određuje veličinu, d_p . Sl. 4. i 5. prikazuju kumulativnu krivulju raspodjele veličine čestica pojedinih frakcija i nefrakcionirane prašine. Krivulje su izrađene na papiru logaritamske vjerojatnosti. Karakterističan je za sve krivulje suviše velik broj sitnih čestica. Sl. 6, 7, 8, 9, 10. i 11. prikazuju mikrofotografije pojedinih frakcija uz povećanje od 500 x.

Ova je radnja izrađena u naučnom laboratoriju Savjeta za medicinska istraživanja, Londonska škola za higijenu i tropsku medicinu.

T a b l i c a 1
Podaci o raspodjeli veličine čestica nefrakcionirane prašine

Razred veličine	\bar{d}	d_m	f	f%	$d \cdot f\%$	$d^2 \cdot f\%$	No · % $\leq d_m$
0.51 — 0.71	0.71	0.61	37	2.82	1.70	1.01	2.82
0.72 — 1.00	1.00	0.86	190	14.50	12.47	10.72	17.32
1.00 — 1.41	1.41	1.21	372	28.41	34.38	41.60	45.73
1.42 — 2.00	2.00	1.71	315	24.05	41.13	69.94	69.78
2.01 — 2.83	2.83	2.42	169	12.91	31.24	75.56	82.62
2.84 — 4.00	4.00	3.42	119	9.08	31.03	106.12	91.77
4.01 — 5.65	5.65	4.83	55	4.20	20.29	98.00	95.97
5.66 — 8.00	8.00	6.83	34	2.59	17.69	120.82	98.56
8.01 — 11.30	11.3	9.66	13	0.99	9.56	92.34	99.65
11.31 — 15.90	15.9	13.61	4	0.31	4.22	57.42	99.86
15.91 — 22.50	22.5	19.21	1	0.07	1.34	2.57	99.93
22.51 — 31.70	31.7	27.11	0	0.00	0.00	0.00	99.93
31.71 — 50.00	50.0	40.86	1	0.07	2.86	17.86	100.00

1310 00.00 207.90 693.11

δ = 2.08
 A = 2.63
 σ = ± 1.60
 $K\sigma = \pm 60.9\%$

Mikroskop: »Reichert«
 Objektiv: »Busch« 0.65/45
 Okular: »Ramsden« 15x
 Mrežica: »K. R. May«
 Duljina tubusa: 182

Oznake:

- d_m = maksimalni promjer razreda
 \bar{d} = srednji promjer razreda
 f = broj čestica u pojedinom razredu
 $No \cdot \% \leq d_m$ = procenat čestica s promjerom manjim ili jednakim promjeru razreda
 δ = aritmetički srednji promjer
 A = površinski srednji promjer
 $\sigma = \left(\frac{\sum f(\bar{d} - \delta)^2}{\sum f} \right)^{1/2}$ = standardna devijacija = $(A^2 - \delta^2)^{1/2}$
 $K\sigma = \frac{\sigma}{\delta} \cdot 100$

T a b l i c a 2
Podaci o veličini i koncentraciji frakcioniranih suspenzija

Broj frakcije:	δ	A	σ	$K\sigma$	n_o	$c_o \text{ g/cm}^3$	a_v
0.	2.08 μ	2.63 μ	1.60 μ	60.9 %	—	—	—
1.	21.32 μ	22.69 μ	6.52 μ	30.7 %	6.35×10^5	0.0029	0.215
2.	14.44 μ	15.02 μ	4.14 μ	28.7 %	7.04×10^5	0.00093	0.218
3.	9.46 μ	10.03 μ	3.34 μ	33.40 %	2.06×10^7	0.0060	0.205
4.	4.15 μ	4.25 μ	0.91 μ	21.9 %	1.97×10^7	0.00072	0.276
5.	1.92 μ	1.99 μ	0.51 μ	26.6 %	1.38×10^8	0.00054	0.275
6.	0.99 μ	1.05 μ	0.35 μ	35.95 %	3.27×10^8	0.00020	0.282

n_o broj čestica u 1 ccm suspenzije

c_o masa prašine u 1 ccm suspenzije

LITERATURA

- Cummings, D. E. Journ Ind. Hyg. and Tox., 11 (1929) 254.
- Rabson, S. R. Journ. Chem. Metal. and Min. Soc. S. Africa, 45 (1941) 34.
- Gessner, H. Die Schlämmanalyse. Kolloidforschung in Einzelndarstellungen, Bd. X. Leipzig, 1931.
- Lowry, T. M., Marsh, M. C. Trans. Farad. Soc., 24 (1928) 1925.
- Drinker, P. C. Journ. Ind. Hyg. and Tox., 7 (1925) 305.
- Patterson, H. S. and Cawood, W. Trans. Farad. Soc., 32 (1936) 1084.
- May, K. R. Journ. Sci. Instr., 22 (1945) 187.
- Harms, H. Die Dichte flüssiger u. fester Stoffe, 1941.

9. Ostwald, W. *Kolloid Z.*, **26** (1920) 213.
10. Vouk, Velimir *Scattering and extinction of light by dust particles, Thesis, London 1948.*
11. Fairs, G. *Lowry Chemistry and Industry*, **62** (1943) 374.
12. Haywood, H. *Proc. Inst. Mech. Eng.*, **125** (1933) 383.
13. Haywood, H. *Loc. cit. 12*

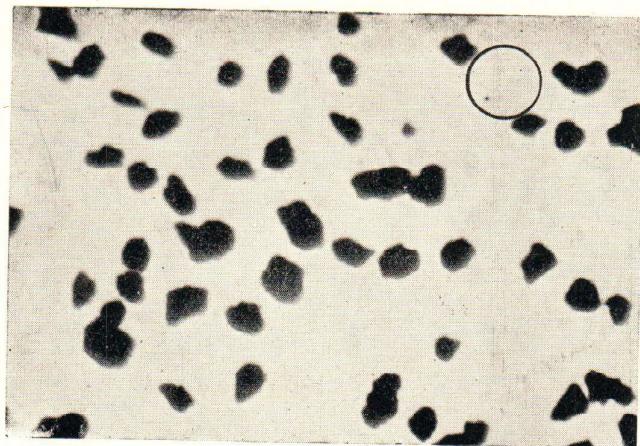
S U M M A R Y

PREPARATION OF GRADED COAL DUST FRACTIONS*

The preparation of graded coal dust fractions by a modified sedimentation technique is described. A successful fractioning method has to fulfil the following conditions: 1. the sedimenting suspension must contain no aggregates, 2. temperature variations in the suspension and in the environment must be reduced to a minimum, 3. the formation of eddy currents during separation of the supernatant liquid from the sediment must be avoided, and 4. the particle size distribution of the original dust must be favourable, otherwise the number of repeated sedimentations becomes very large. Equations have been deduced enabling the estimation of the number of repeated sedimentations necessary for obtaining a desired degree of homogeneity of fractions. The equations are based on the assumption that most industrial dusts obey the log-normal particle size distribution. Using the described method a series of six fractions in the size range from 1 to 20 microns was prepared. The results are satisfactory within the limits set by the tendency of coal dust to form aggregates during sedimentation, and by the unequal density of coal dust particles. Enclosed are the data on size distribution of graded fractions and of the original dust. The work described in the paper was carried out in the Research Laboratory of the Medical Research Council, London School of Hygiene and Tropical Medicine. Author's thanks are due to Dr. T. Bedford and C. N. Davies, M. Sc. for their help and friendly criticism.

* Extracted from a Ph. D. Thesis, University of London, 1948. The author wishes to express his appreciation to the Rockefeller Foundation, the World Health Organisation, the United Yugoslav Relief Fund of America and the British Council, whose granting of fellowships made this work possible.

TABLA IV.

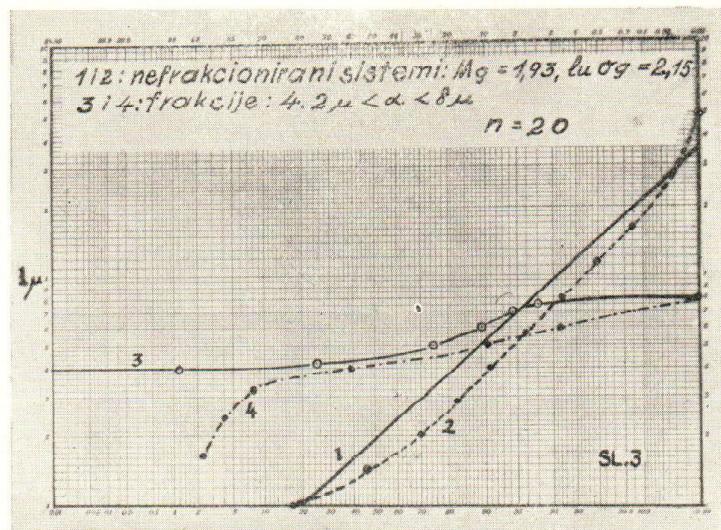


9. Mikrofotografija frakcije 3. Povećanje 500 ×.

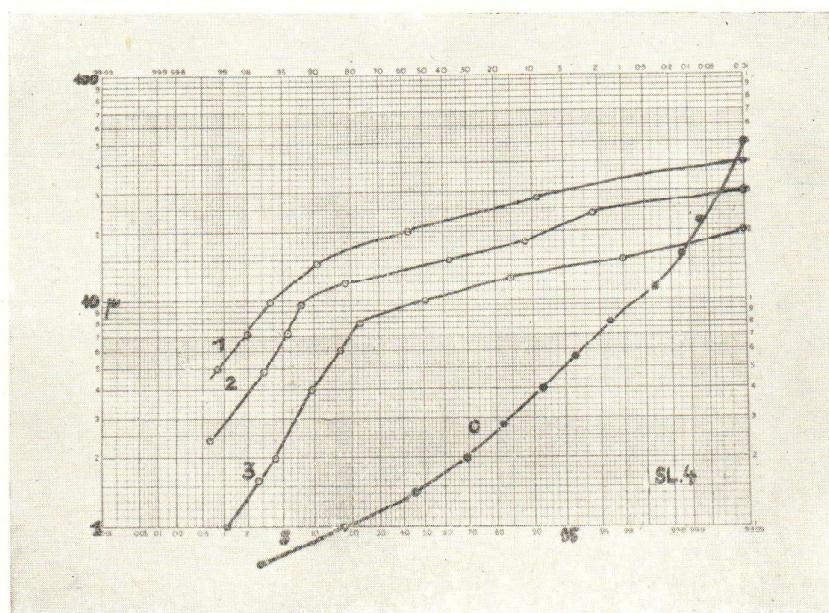


10. Mikrofotografija frakcije 4. Povećanje 500 ×.





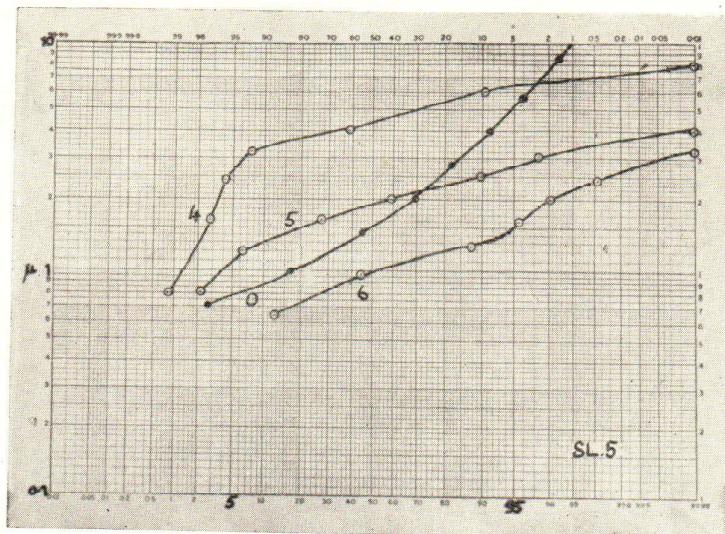
3. Kumulativne raspodjelne krivulje prasine s $Mg = 1.93$ i $\sigma_g = 2.15$ ordinante označuju logaritam promjera čestica, a apscise procenat čestica veličine, koju označuje ordinata.



4. Kumulativna raspodjelna privulja za frakciju 1, 2, 3, i 0 (nefrakcionirana prasina).



TABLA II.



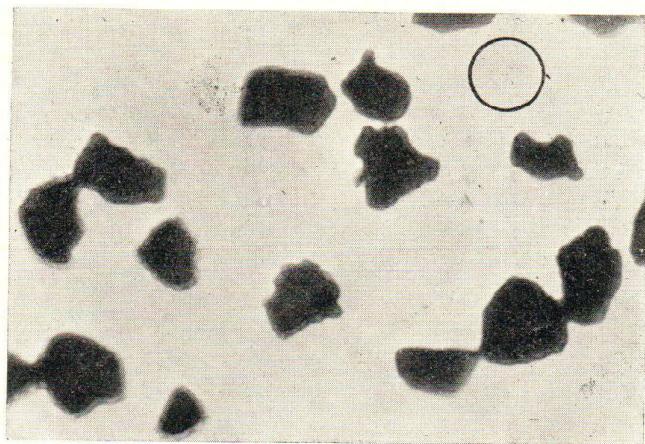
5. Kumulativne raspodjelne krivulje za frakcije 4, 5, 6.



6. Mikrofotografija nefrakcionirane prašine. Povećanje $50\times$. Promjer standardnog kruga: 20μ .



TABLA III.



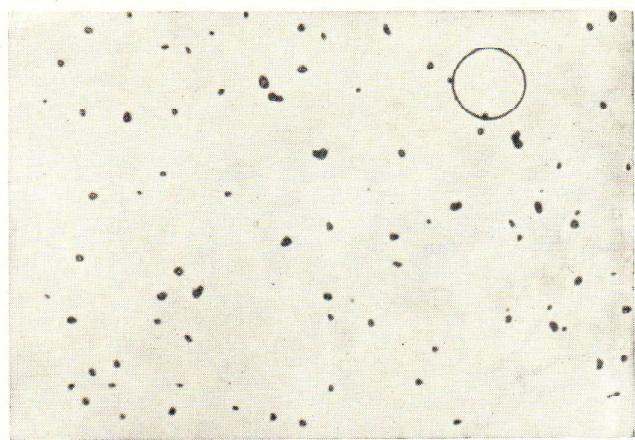
7. Mikrofotografija frakcije 1. Povećanje 500×. (Promjer kruga = 20 μ).



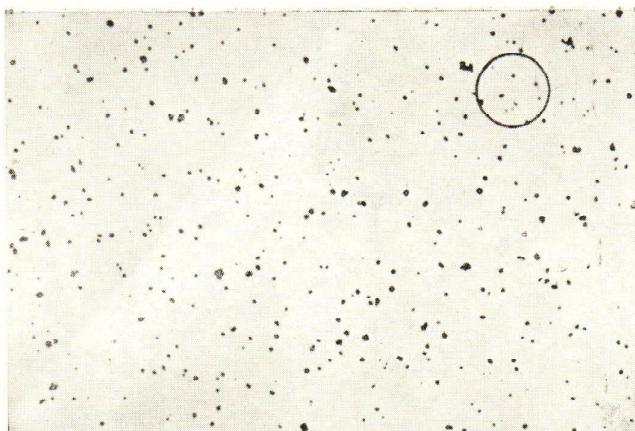
8. Mikrofotografija frakcije 2. Povećanje 500 ×.



TABLA V.



11. Mikrofotografija frakcije 5. Povećanje 500 ×.



12. Mikrofotografija frakcije 6. Povećanje 500 ×.