

HENRYK KUCHA, WITOLD SALAMON

Akademia Górniczo-Hutnicza

MIKROSKOPOWA METODĄ OZNACZANIA CIĘŻARU WŁAŚCIWEGO MAŁYCH PRÓBEK MINERAŁÓW

UKD 549.12:531.423

Wzorując się na rękopisie pracy M. M. Wasilewskiego (7) adoptowano metodę mikroskopowego oznaczania ciężaru właściwego ciał stałych.

Istnieje kilka metod oznaczania ciężaru właściwego minerałów: metoda piknometryczna, metoda oparta na prawie Stokesa, metoda wykorzystująca prawo Archimedesesa. Każda z wymienionych metod posiada jednak zasadniczą cechę ujemną — albo wymaga dużych próbek, albo wykazuje duży błąd pomiaru.

Metoda przedstawiona w niniejszym opracowaniu wyróżnia się możliwością oznaczania ciężaru właściwego małych próbek ciał stałych z dużą dokładnością i stosunkowo szybko, pod warunkiem dużego stopnia czystości badanego materiału. Określanie ciężaru właściwego małych próbek polega na pomiarze objętości cieczy wypartej przez zanurzone w niej okruchy badanego ciała. Pomiaru objętości wypartej cie-

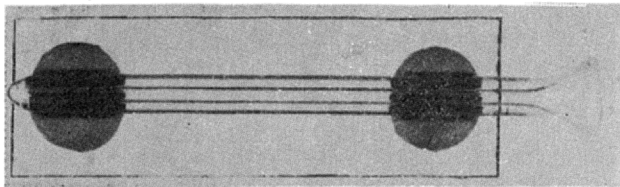
czy dokonuje się w szklanej rurce o małej średnicy za pomocą mikroskopu uzbrojonego w okular mikrometryczny.

TOK PRACY

1. Rurkę pomiarową (ryc. 1) umocowuje się za pomocą plasteliny na płytce, przy czym oś rurki musi być równoległa do dłuższej krawędzi płytki szklanej.

2. Mikroskop do badań w świetle przechodzącym z okulem mikrometrycznym ustawia się tak, aby oś optyczna przyjęła położenie poziome, a wtedy stolik mikroskopu przyjmie położenie pionowe.

3. Za pomocą urządzenia saneczkowego (stolika krzyżowego) zamocowuje się wspomnianą płytkę z



Ryc. 1. Rurka pomiarowa przymocowana do płytki szklanej za pomocą plasteliny.

Tabela I

ZAPIS ODCZYTÓW

Mineral	Wynik ważenia (g)	Odczyt na mikrometrze n (działek)	Poprawka na parowanie n_1 (działek)	Suma odczytu i poprawki $n+n_1$ (działek)	Wysokość wypartego słupa cieczy h (mm)	Objętość wypartej cieczy V (mm ³)	Ciężar właściwy
Gale- na	0,04042	754	2	756	1,6632	5,333	7,54

ruką na stoliku mikroskopowym tak, aby znajdowała się w pozycji idealnie pionowej (ryc. 2). Do rurki nalewamy alkoholu etylowego i ruchem śrub stolika krzyżowego ustawiamy górną granicę mikroskopowego obrazu menisku alkoholu na zerze skali mikrometru. Na statywie (ryc. 2) należy umocować kapilarę opuszczaną do rurki i połączoną z pompą ssącą. Kapilara służy do osuszania ścianek wewnętrznych rurki ponad meniskiem oraz do ustawienia poziomu alkoholu w miejscu, gdzie mierzone średnicę rurki. Osuszanie rurki przed pomiarem kapitalnie rzutuje na dokładność wyników.

4. Badane ciało po zważeniu wysypuje się do rurki i po 2–3 min. odczytuje się nowe położenie menisku alkoholu. Odczyt ten jest przyrostem słupa wypartej cieczy. Objętość wypartej cieczy wyraża się wzorem:

$$V = \frac{D^2}{4} h \quad [1]$$

gdzie: V — objętość wypartej cieczy równa objętości badanego ciała,
 D — średnica rurki,
 h — wysokość słupa wypartej cieczy.

Wysokość słupa wypartej cieczy h określona jest równaniem:

$$h = nf \quad [2]$$

gdzie: n — ilość działek skali mikrometru, o które podniosła się ciecz,
 f — wartość jednej działki mikrometru.

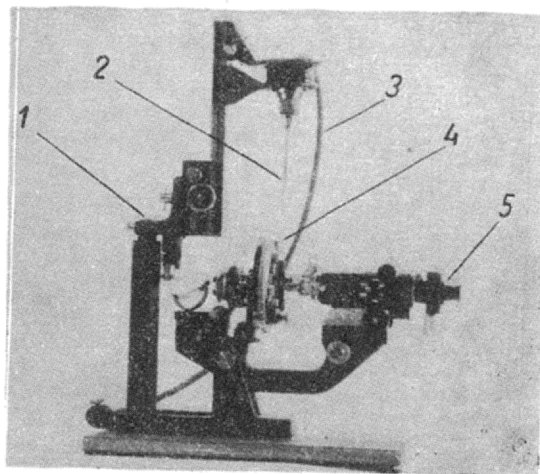
Ponieważ ciężar właściwy

$$d = \frac{G}{V} \quad [3]$$

gdzie: d — ciężar właściwy,
 G — ciężar próbki

stąd po podstawieniu:

$$d = \frac{4G}{D^2 nf} \quad [4]$$



Ryc. 2. Zestaw do pomiaru ciężaru właściwego opisaną metodą w położeniu roboczym.

1 — statyw, 2 — rurka kapilarna, 3 — przewód do pompy próżniowej, 4 — rurka pomiarowa przymocowana do stolika mikroskopu za pomocą stolika krzyżowego, 5 — okular mikrometryczny od mikrotwardościomierza PMT-3.

Dla przejrzystości wskazane jest zapisywanie odczytów w odpowiedniej tabeli (tab. I).

Średnica rurki D oraz wartość jednej działki mikrometru f są wielkościami stałymi dla danego zestawu i należy je wyznaczyć przed wykonaniem pomiarów.

WSKAZÓWKI

Szklaną rurkę można wykonać ze szkła laboratoryjnego (rurki miareczkowe). Średnica wewnętrzna rurki powinna być stała i niewielka (2–3 mm), a długość rurki nie przekraczać 8–10 cm. W toku obliczania wyników pomiarów stwierdzono, że średnica rurki do pomiaru ciężaru właściwego ciał stałych przy d powyżej 3,0 powinna wynosić około 2 mm, przy d poniżej 2,0–2,5 — 3,0 mm. Średnicę rurki należy zmierzyć z dokładnością do 0,001–0,0001 mm. Pomiaru takiego dokonano można interferometrem lub wyznaczyć drogą przekształcenia wzoru [4], stosując ciało stałe o znanym ciężarze właściwym, np. czysty chemicznie ołów, cynk, cynę, żelazo etc. (5) i wyliczyć ze wzoru:

$$D = \frac{4G}{dnf} \quad [5]$$

Ponieważ trudno jest uzyskać rurkę o idealnie stałej średnicy na całej długości, autorzy zalecają wyznaczenie średnicy rurki przy pomocy wyżej podanego sposobu, na określonym małym odcinku rurki. Następne pomiary należy wykonywać również w tym odcinku rurki.

Do opisanego metody oznaczania ciężaru właściwego wymagana jest próbka ziarnowa o wielkości ziarn 0,2–1,0 mm (najlepiej ziarna o przybliżonej wielkości 0,5 mm i ciężarze 5–50 mg. Ziarna muszą być czyste, bez inkluzji ciekłych, gazowych i bez wrostków innego ciała stałego. Wyboru takiej ilości materiału można dokonać szybko pod lupą binokularną.

Pomiaru ciężaru próbki dokonuje się na wadze analitycznej z dokładnością do 0,0001 g. W przypadku próbek 5–12 mg konieczne jest ważenie z dokładnością do 0,00001 g. W celu usunięcia pyłów i zanieczyszczeń mechanicznych należy przed pomiarami przemycić próbkę w alkoholu lub acetonie.

Ciecz używana do doświadczeń powinna charakteryzować się niską lepkością i stosunkowo wolnym parowaniem. Wchodzi tu w rachubę: eter, aceton, acet-skin, alkohol metylowy i alkohol etylowy. Doświadczenia wykazały, że eter, aceton, alkohol me-

Tabela II

ZESTAWIENIE WYNIKÓW POMIARÓW CIĘŻARU WŁAŚCIWEGO MINERAŁÓW Z DANYMI Z LITERATURY

Minerał	Miejsce pobrania próbki	Pomierzony ciężar właściwy	s_{cw}	R_{cw}	S_{cw}	X_{cw}	Ciężar właściwy wg			
							A. G. Bietiechtina (1955)	A. Bolewskiego (1965)	A. Bolewskiego i S. Jaskólskiego (1961)	P. Raandohra (1960)
Galena	kopalnia Bolesław	7,54	$\pm 0,03$	$\pm 0,012$	$\pm 0,018$	$\pm 0,014$	7,4—7,6*	7,58*	—	7,6*
Sfaleryt	—	—	—	—	—	—	3,5—4*	3,9—4,1*	3,9—4,2*	4,08* (dla ZnS czystego)
Sfaleryt klejofanowy	kopalnia Bolesław	3,91	$\pm 0,02$	$\pm 0,009$	$\pm 0,012$	$\pm 0,0098$	—	—	—	—
Sfaleryt marmatowy	"	4,02	$\pm 0,02$	$\pm 0,008$	$\pm 0,011$	$\pm 0,0088$	—	—	4,0—4,2* (17% Fe)	—
Chalkozyn	kopalnia Lubin	5,69	$\pm 0,02$	$\pm 0,010$	$\pm 0,015$	$\pm 0,012$	5,5—5,8*	5,6—5,8*	—	5,5—5,8*
Bornit	kopalnia Lubin	5,02	$\pm 0,02$	$\pm 0,011$	$\pm 0,016$	$\pm 0,013$	4,9—5,0*	5,07*	—	5,0—5,1*

s_{cw} — błąd średni kwadratowy dla pojedynczych pomiarów;

R_{cw} — bezwzględny, maksymalny błąd określenia ciężaru właściwego, liczony względem błędu prawdopodobnego R_A — średniej poszczególnych pomiarów;

S_{cw} — bezwzględny, maksymalny błąd określenia ciężaru właściwego, liczony względem błędu średniego kwadratowego S_A średniej;

X_{cw} — bezwzględny, maksymalny błąd określenia ciężaru właściwego, liczony względem błędu przeciętnego X_A średniej; pomiarów ciężaru właściwego dokonano w temperaturze 19,6°C;

* — ciężary właściwe minerałów z różnych złóż światowych, zaczerpnięte z literatury.

tyłowy wykazują szybkie parowanie, rzutużące na dokładność pomiarów i z tego względu są nieprzydatne. Acet-skin zaś pozostawia osad na ściankach rurki, co wyklucza jego użycie. Najlepsze własności w tym względzie wykazuje czysty chemicznie alkohol etylowy, którego lepkość w temperaturze pokojowej wynosi 0,01200 puaza, a parowanie w rurce o średnicy 2 mm w temperaturze 19°C — 0,00198 mm/min.

Do pomiaru wysokości słupa cieczy można używać mikroskopu biologicznego lub mineralogicznego do badań w świetle przechodzącym, np. MIN-4, MIN-5, zaopatrzonego w okular mikrometryczny. Mikroskopy te wyposażone są w stolik krzyżowy, który jest niezbędny do umocowania rurki na pionowo ustawionym stoliku mikroskopu. Większą dokładność pomiarów można uzyskać stosując w miejsce zwykłego okularu mikrometrycznego okular mikrometryczny posiadający ruchomą skalę (ryc. 2), np. od mikrotwardościomierza PMT-3. Autorzy dokonali pomiarów na mikroskopie MIN-5 stosując obiektywy 3,7 × i 9,0 ×. Obiektywy o większym powiększeniu są nieużyteczne ze względu na grubą ściankę rurki. Dla próbek 5—12 mg należy stosować w miarę możliwości obiektywy o największym powiększeniu.

Przy przeprowadzaniu orientacyjnego pomiaru ciężaru właściwego z dokładnością 0,1 jednostki ciężaru właściwego, osuszanie ścianek rurki ponad meniskiem można pominąć. Chcąc uzyskać dokładność pomiaru w granicach 0,01—0,00 × zabieg ten jest niezbędny.

Urządzenie do osuszania można łatwo zestawić z pompy ssącej, przewodu gumowego, statywu i kapilary szklanej (ryc. 2). Kapilare połączoną przewodem z pompą ssącą opuszczamy za pomocą urządzenia saneczkowego statywu do wnętrza rurki pomiarowej. Suszenie ścianek rurki trwa 5—10 min, po czym wrzuca się do niej próbkę w celu zmierzenia

objętości. Odczytu dokonujemy po ustabilizowaniu się poziomu cieczy. Aby wyeliminować błędy związane ze zmianami ciepłoty otoczenia, pomiary należy wykonywać w stałej temperaturze 19—20°C; czas jednego pomiaru nie powinien przekraczać 3 min, bo w tak krótkim czasie temperaturę otoczenia można praktycznie uważać za stałą. W trakcie doświadczeń stwierdzono, że przy pomiarach objętości w alkoholu etylowym najlepiej jest dokonywać odczytu na mikrometrze po 2 min od chwili wrzucenia próbki do rurki pomiarowej, tj. po czasie stabilizacji poziomu cieczy. Aby wykluczyć próbki porowate należy uprzednio przeprowadzić ich kontrolę w preparacie polerowanym pod mikroskopem kruszcowym.

W czasie adaptacji metody oznaczono ciężary właściwe kilku minerałów, które w zestawieniu z danymi z literatury przedstawiono w tabeli II.

DYSKUSJA BŁĘDÓW

Ciężar właściwy stanowi funkcję kilku mierzonych wielkości: ciężaru, średnicy rurki, wysokości przyrostu słupa cieczy i współczynnika zamiany jednej działki mikrometru na milimetry. Jak wskazuje wzór [4], ciężar właściwy jest iloczynem potęg mierzonych wielkości, a więc przy wyznaczaniu błędu posłużyć się można różniczkowaniem logarytmicznym (4).

Matematyczne opracowanie wyników pomiarów ciężaru właściwego zamieszczone jest w tabeli II. Dyskutowane błędy, to błędy bezwzględne, maksymalne, liczone względem różnych wskaźników dokładności pomiarów. W praktyce przy opracowywaniu wyników podaje się najczęściej błąd maksymalny, liczony względem błędu średniego kwadratowego S_A średniej (4). W przedstawionym opracowaniu autorzy podają błędy liczone względem trzech, powszechnie przyjętych wskaźników dokładności. Przy dokładnym

przeprowadzeniu oznaczeń ciężarów właściwych tą metodą, bezwzględny, maksymalny błąd określenia ciężaru właściwego, liczony względem błędu średniego kwadratowego S_A średniej, nie powinien przekroczyć 0,009—0,018 (dla minerałów o ciężarze właściwym 3,0—8,0). Błąd ten należy przyjąć jako wskaźnik dokładności pomiarów. Aby uzyskać przytoczone dokładności należy wykonać na tej samej próbce 10—15 pomiarów ciężaru właściwego.

Dokładność określenia ciężaru właściwego według opisanej metody zależy od następujących błędów:
— błędu określenia D rurki (około dwa razy większy od sumy pozostałych błędów);
— błędu ważenia;
— błędu określenia objętości;
— błędu przeliczenia jednej działki mikrometru na mm.

Z powyższego wynika, że pomiar średnicy rurki musi być dokonany szczególnie dokładnie.

SUMMARY

On the basis of a work made by the Soviet scientist M. M. Vasiljevskij entitled "Прибор для ускоренного определения удельного веса твердых тел на микролитрешевках" a method of microscope determination of specific weight of solid bodies has been worked out.

There are some methods of determining the specific weight of minerals. Each method discloses, however, a negative feature here, i.e. either it requires large samples, or it reveals a considerable measurement error.

The method discussed in the article allows the specific weight of small samples of solid bodies to be determined with utmost accuracy, and relatively quick, provided that the material examined distinguishes itself by a high degree of purity. The specific weight of small samples consists in the measurement of the volume of the liquid squeezed out by the immersed fragments of the body examined. The measurement is made in a glass pipe of small diameter by means of a microscope equipped with the micrometric eyepiece.

LITERATURA

1. Bietiechtin A. G. — Podstawy mineralogii. Wyd. Geol., 1955.
2. Bolewski A. — Mineralogia szczegółowa. Wyd. Geol., 1965.
3. Bolewski A., Jaskólski S. — Oznaczanie minerałów. Warszawa, 1951.
4. Dryński T. i in. — Ćwiczenia laboratoryjne z fizyki. Warszawa, 1965.
5. Jeżewski M., Kalisz J. — Tablice wielkości fizycznych. Warszawa, 1957.
6. Ramdohr P. — Die Erzminerale und ihre Verwachsungen. Berlin, 1960.
7. Wasilewskij M. M. — Прибор для ускоренного определения удельного веса твердых тел на микролитрешевках (15—20 mg). Рękopis.

РЕЗЮМЕ

На основании работы советского ученого М. М. Василевского п.з. „Прибор для ускоренного определения удельного веса твердых тел на микролитрешевках" был приспособлен метод микроскопического определения удельного веса твердых тел.

Существует несколько методов определения удельного веса минералов, но все они страдают недостатками: или требуют крупных образцов, или дают большую ошибку определения.

Рассмотренный в статье метод позволяет определить удельный вес на небольших количествах твердых тел, с большой точностью и сравнительно быстро, при условии, что исследуемый материал обладает высокой степенью чистоты. Определение удельного веса малых образцов состоит в измерении объема жидкости, вытесненной погруженными в ней обломками исследуемого тела. Объем жидкости измеряется в стеклянной трубке малого диаметра с помощью микроскопа, вооруженного микрометрическим окуляром.