

Rosszminőségű bauxitok javításának lehetősége mechanikai szétválasztás útján

A hazai teljes bauxitkészlet ismert hátrányos minőségeloszlása a nyersanyag-gazdálkodás szempontjából veti fel a Bayer-technológia számára nem alkalmas minőségű készletek feljavíthatóságának vizsgálatát. Az alapprobléma a gazdaságilag elviselhetőnél nagyobb SiO_2 -tartalmú bauxitok magas részaránya és az, hogy a megmaradó alkalmas minőségű készlet nagysága nem elegendő a timföldipar problémamentes fejlesztéséhez.

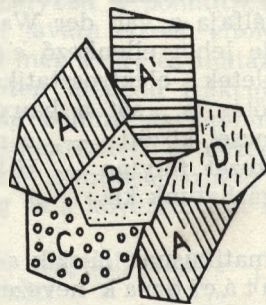
A gyenge minőségű bauxitok felhasználhatóságának megoldása elvileg két irányban kereshető: a technológiának a nyersanyag adottságaihoz való illesztésével, vagy a nyersanyagok a jelenlegi technológia számára történő alkalmassá tételével. Jelen tanulmány az utóbbi irányzat keretei között a bauxit ama alapvető ásványtani és szövettani vizsgálatával foglalkozik, amely nélkülözhetetlen a minőség megváltoztatására gazdaságossági szempontból egyedül számításba jövő mechanikai módszerek várható eredményességének megítéléséhez. Ezek révén, a bauxit minőségét lerontó kovasavtartalmú ásványokat (főleg kaolinitet), mechanikai úton kell eltávolítani a bauxitból, s ez két probléma lehet a tökéletes megoldását kívánja meg. Egyfelől a bauxit mineralógiai feltárását az aprítási művelet gazdaságosságának határain belül, másfelől az így nyert ásványkeverékből a kaolinit szemcséinek szelektív kiválasztását.

Mindazok a tapasztalatok és ismeretek, melyeket a bauxitminták konkrét dúsítási kísérletei közben szereztünk, egyre inkább arra mutattak, hogy a bauxit ásványszemcséi az eddig általában feltételezettnél több nagyságrenddel kisebbek lehetnek. Nincsenek azonban ismereteink arra vonatkozólag, hogy az egyes ásványok szemcsenagyságai milyen határértékek között mozoghatnak, eloszlásukat általában milyen görbe írja le és miként változnak az adott telep genetikájától függően. A bauxitrodalom gazdag tárházában teljesen megoldatlan problémaként kell megjelölnünk a nemesítés szempontjából oly alapvetően fontos ún. „cementáció” problémáját is. Minthogy mindezek alapos feltárása nélkül a bauxit egyes ásványai elkülönítésére még elgondolást sem lehet adni, a véletlenül alapozó technológiai szeparáló kísérletek helyébe a kutatás elsőrendű céljaul az adott fázisban a szemcseloszlás és sajátosságainak lehető pontos feltárását állítottuk.

A bauxit szövetére vonatkozó elvi meghatározások és definíciók

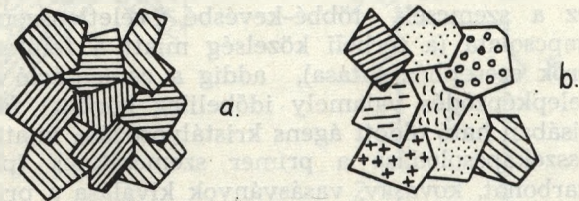
A bauxit mint üledékes kőzet, három fő ásványcsoport: az allitos, sziallitos és vasásvá-

nyok kis szemcséiből álló heterogén rendszer. Primer szemcsének a kristálytani értelemben homogén anyag által kitöltött teret nevezzük. Minthogy ennek kapcsán figyelembe vesszük az atomelrendezés orientációját is, az egymással érintkező, de eltérő orientációjú azonos fázisokat külön szemcséknek tekintjük (1. ábra).



1. ábra. Primer szemcsékből álló halmaz. A—D az a—d fázis primer szemcséje. A' az a fázis A-étől eltérő orientációjú szemcséje

Agglomerátum alatt a szemcsék ama együttesét értjük, amelyek bármily csekély kötérorvén összetartva, több primer szemcsét magába foglaló térrészt töltenek ki. A benne szereplő ásványok (fázisok) szerint az agglomerátum lehet homogén és heterogén (2. ábra).

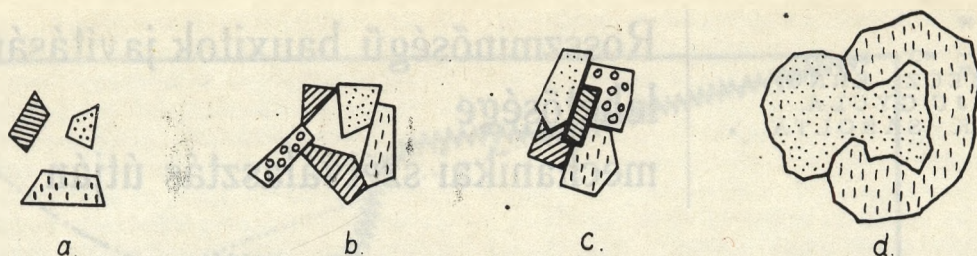


2. ábra. a) homogén, b) heterogén agglomerátum

A primer szemcsék egymáshoz való térbeli viszonya lehet

- kapcsolat nélküli,
- adhéziós erők útján,
- cementáló közeg révén,
- geometriai oknál fogva összetartott.

a) Kapcsolat nélküli primer szemcsék rendszere feltehetően elméleti szélsőséges eset (3. ábra), amely az elvi követelményeket kielégítően soha nem fordul elő. Látni fogjuk azonban, hogy bauxitmetsetekben gyakran figyelhetünk meg egyedülálló — mintegy lebegő — szemcséket, amelyek feltehetően rendkívül kis felületen érintkeznek más szemcsékkel.



3. ábra. A primer szemcsék kapcsolatának négy típusa. a) kapcsolat nélküli, b) él- és csúcsminti érintkezés, c) cementáció a primer szemcsék felületén kivált fázis révén, d) geometriai kapcsolat (konvex és konkáv teretek egymásba ékelődése)

b) Azok a primer szemcsék, melyek pl. elektronmikroszkópi képen érintkezni látszanak (3b ábra) feltehetőleg adhéziós kötőerők útján is kölcsönhatásban vannak egymással. Ennek leggyengébb válfaja a van der Waals erők útjáni kapcsolat, de lehet ellenkező előjelű töltéseket viselő felületek elektrosztatikus vonzásából származó kötés is, sőt a bauxit ásványainak primer szemcséi között — a nagyon hasonló kristályszerkezet folytán — H-híd útjáni erős kötést sem zárhatunk ki.

c) Problematikusnak látszik a geológusok által cementációnak nevezett szemcséközi kapcsolat egzakt értelmezése. A cementáció fogalma involválja a primer szemcséktől eltérő kémiai összetételű fázisok útjáni erős adhéziós vagy genetikai kapcsolat fennállását, ami voltaképpen a heterogén agglomerátum kapcsolatának esetét meríti ki. Mégis megkülönböztetett figyelmet kell szentelnünk a cementációnak, mert a nyersanyag genetikájával szorosan összefüggő speciális adhéziós jelenséget kell értenünk alatta, amely a természetben gyakran előfordulhat. A cementáció abban különbözik a heterogén agglomerátum adhéziójától, hogy míg ez a szemcsék többé-kevésbé véletlenszerű kapcsolata (a térbeli közelség miatt a felületi erők szerepéhez jutása), addig a cementáció a telepképződés valamely időbelileg körülírt fázisában ható oldott ágens kristályosodása miatti összekapcsolódása a primer szemcséknek (pl. karbonát, kovasav, vasásványok kiválása a primer szemcséket átítató rendszerben (3c. ábra). A cementáció általában erős mechanikai kapcsolatot jelent a szemcsék között, megszüntetése csak a cementáló közeg oldatbavitelével lehetséges. A cementáló közeg főleg erős geometriai kapcsolás révén hoz létre erős összeköttetést a részecskék között.

d) A geometriai kapcsolat az időben egymás után kristályosodó fázisok egymáson keresztüli kristályosodása, vagy negatív formaelemek kitöltése révén áll elő (3d ábra). Ennek során elsősorban az intruzív kőzetekben, és mint jeleztük, a cementáció esetében van szerepe.

Annak a vizsgálatnak, mely a bauxit mechanikai szeparálás útjáni minőségjavítását tűzi ki céljául, mindenképp a primer szemcsék méreteloszlását és a fentiekben vázolt kapcsolatát (ill.

ezek egymáshoz viszonyított arányát vagy telepek szerinti változását) kell tisztázni.

A vizsgált minták származása és ásványos összetétele

A kutatásra kiválasztott minták a következők voltak:

B—1 jelű bauxit. A bauxitmintát az Alumíniumipari Tröszt geológiai részlege, hazai alacsony modulusú bauxitminták összekeverése útján úgy állította elő, hogy az tükrözze a böhmities (kevés gibbsitet tartalmazó) típusú rossz bauxitok átlagos ásványos összetételét.

E minta darabos bauxitot tartalmazott, melyet előbb durván, majd golyósmalomban nedvesen őrltünk és 0,63 mm-es szitán átejtvé alaposan homogenizáltunk.

B—3 jelű bauxit. Gibbsites, alárendelten kevés böhmities tartalmazó kaolinites bauxit. Származási helye: Malomvölgy VI. sz. kőfejtés. Az előkészítés során hasonlóan jártunk el, mint a B—1 minta esetében. A mintát a Bauxitkutató Vállalat (Balatonalmádi) bocsájtotta rendelkezésünkre.

Felix II. bauxit. E minta a halimbai bányakörzet Felix II. telepének 620. sz. fúrása közvetlen közeléből, a dolomit fekvő szinttől számított 2,5 m-es magasságból, nagyjából a telep centrális részéből származik.

A minták ásványos összetételét az 1. táblázat foglalja össze.

1. táblázat

A vizsgált minták ásványos összetétele (%)

Árvány	B—1	B—3	Felix II.
Böhmít	32,5	12,0	12,3
Gibbsit	12,8	23,2	10,0
Goethit	10,3	8,2	
Hematit	9,1	10,1	18,8
Kaolinit	31,6	41,8	55,4
Nedvesség	1,0	1,5	1,0
Egyéb (csillám, anatáz, rutil, kvarc)	2,7	3,2	2,5

A vizsgálat során alkalmazott szétválasztási módszerek

Ülepítés. Bauxitból, vagy kezelt bauxitból készült szuszpenzió szemcsenagyság (fajsúly) szerinti szétválasztása gravitációs erőterben, szokásos módon.

Centrifugálás. A mesterséges erőterben való szétválasztás szakaszos (küvetés) Janetzki T24 típusú és a Vegyipari Gépgyár FC—45 típusú folyamatosan működő szupercentrifugájában történt. Utóbbi esetben az abszolút szemcsenagyságot a kísérletek során nem határoztuk meg, hanem 1-től 10-ig terjedő fordulatszám-fokozattal (0—40 000 fordulat min^{-1}), ezen belül az ülepedési tér három magasságával és a túlfolyással jellemeztük.

Az ülepítést és centrifugálást elsősorban nem mint technológiailag számításba jövő szétválasztási módszert használtuk, hanem a gravitációs úton való szétválaszthatósággal jellemezhető mineralógiai feltártság tisztázása céljából.

Flotálás és habkolonnában történő szétválasztás. A flotálást a 4. ábrán feltüntetett aluról levegőbefúvós, keverővel ellátott kísérleti flotáló cellában végeztük. A különböző szerekkel kezelt és időben levett habok ásványos összetételét röntgenvizsgálattal követtük. Az 5. ábra szemlélteti az alkalmazott kísérleti habkolonnát, amelynek A—D gyűrűin 1—3-mal je-

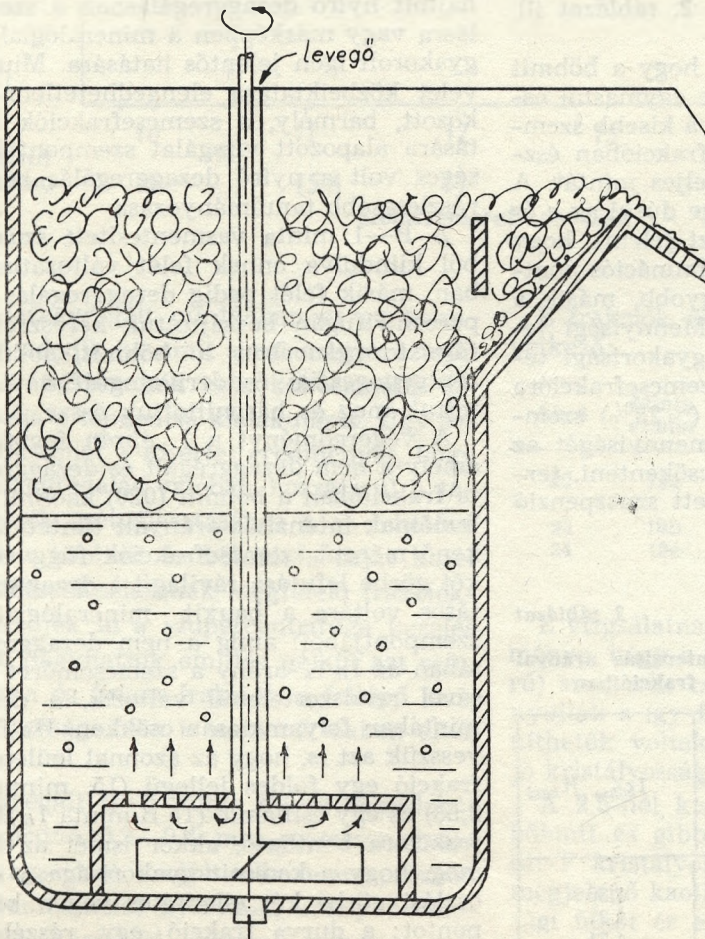
lölt helyein vettük le a habot és összetételét ugyancsak röntgenanalízissel határoztuk meg.

A szemcsefrakciók ásványos összetétele böhmítes bauxitban

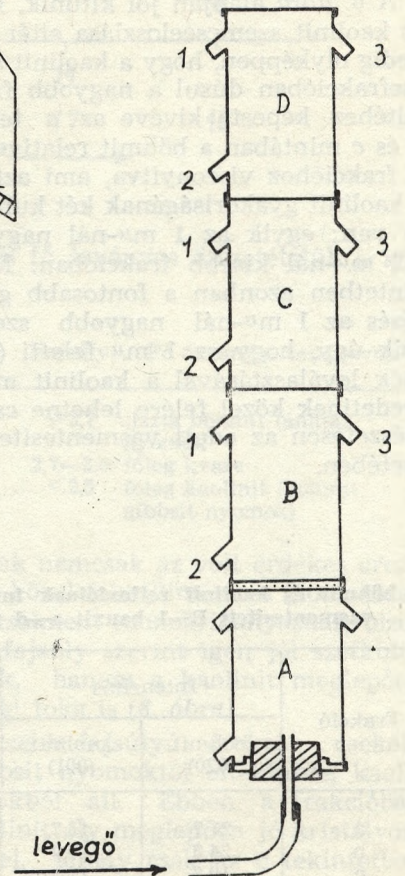
Vizsgálatunk célját tekintve mindenképp fontos volt képet alkotni a bauxit szemcseeloszlásáról és arról, hogy a bauxit ásványai a különböző frakciókban egyenlő módon oszlanak-e meg, vagy pedig van kitüntetett szemcseméret tartománya az egyes ásványoknak.

E kérdés tisztázására a B—1 minta 10%-os sósavval vastalanított, majd NaHCO_3 oldattal ~ 7 pH-ra beállított szuszpenziójából indultunk ki. E szuszpenzióból, egy durva frakció azonnal leülepedett, amelyben a böhmít/kaolinit arány (7,27) a böhmít javára erősen eltolódott. A két ásványon kívül még kvarc és anatóz volt a mintában. A nehezen ülepedő frakció röntgenképe gyakorlatilag böhmít és kaolinit keverékét mutatta. A vasmentesített és dezaggregált stabilis szuszpenzió szemcseeloszlását ülepítéssel határoztuk meg és a következőket találtuk:

1 $\text{m}\mu$ -nél nagyobb	28,3%	} a } b } c } d
0,5—1 $\text{m}\mu$ között	32,5%	
0,2—0,5 $\text{m}\mu$ között	28,9%	
0,2 $\text{m}\mu$ -nél kisebb	10,3%	

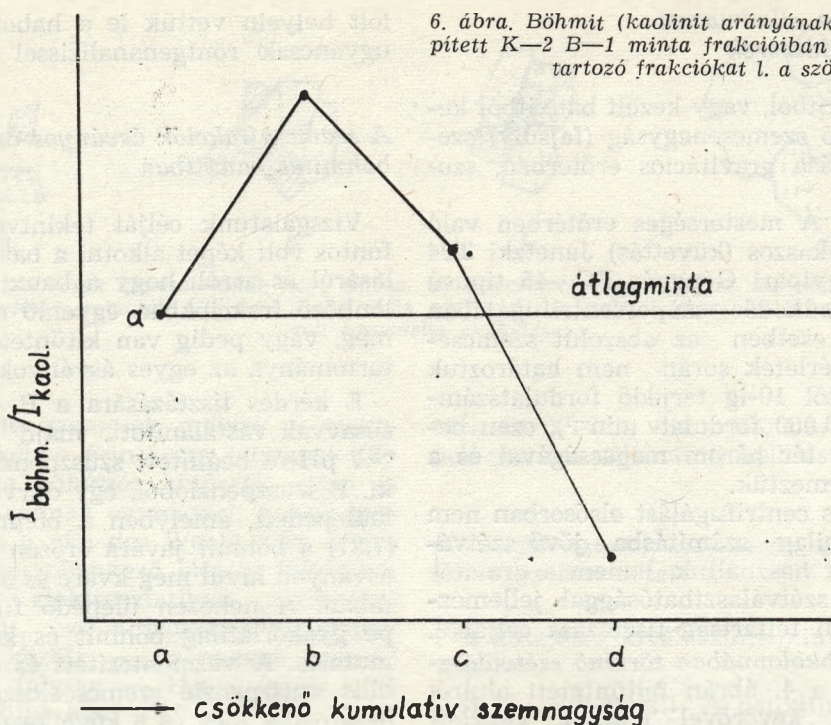


4. ábra. Kísérleti flotáló cella vázlata



5. ábra. Habkolonna vázlata

6. ábra. Böhmít (kaolinit arányának alakulása az üle-pített K—2 B—1 minta frakcióiban (a betűjelzésekhez tartozó frakciókat l. a szövegben)



Mint látható a vasmentesített és dezaggregált de egyébként ismeretlen mértékben koagulált bauxit ásványszemcséi igen finomak, mennyiségük $\frac{3}{4}$ része kisebb 1 m μ -nél és kb. 60%-a 0,2—1 m μ közé esik. Az a—d frakciók böhmít/kaolinit arányának változását a 2. táblázat ill. 6. ábra mutatja.

A 6. ábra alapján jól kitűnik, hogy a böhmít és kaolinit szemcseeloszlása eltér egymástól és pedig olyképpen, hogy a kaolinit a kisebb szemcsefrakcióban dúsul a nagyobb frakcióban észleltéhez képest, kivéve az a teljes mintát. A b és c mintában a böhmít relative dúsul az a és d frakcióhoz viszonyítva, ami azt jelenti, hogy a kaolinit gyakoriságának két kulminációs pontja van: egyik az 1 m μ -nál nagyobb, másik a 0,2 m μ -nál kisebb frakcióban. Mennyiségi tekintetben azonban a fontosabb gyakorisági tartózs az 1 m μ -nál nagyobb szemcsefrakcióra esik úgy, hogy az 1 m μ feletti ($\sim 28\%$) szemcsék leválasztásával a kaolinit mennyiségét az eredetinek közel felére lehetne csökkenteni, természetesen az adott vasmentesített szuszpenzió esetében.

2. táblázat

A böhmít és kaolinit reflexióinak intenzitás arányai vasmentesített B—1 bauxit a—d frakcióiban

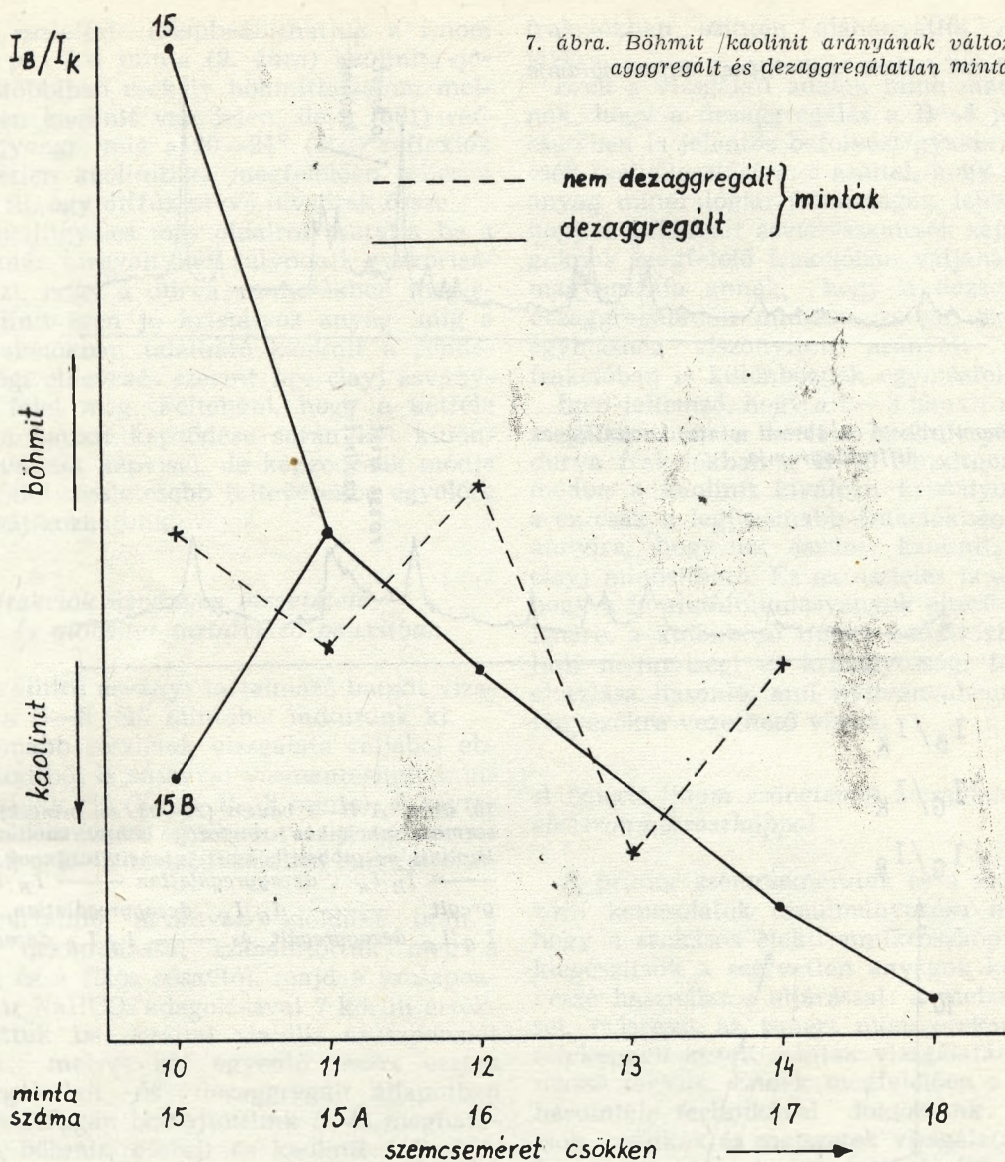
Frakció	Intenzitás		$I_{b\ddot{o}hm.} / I_{kaol.}$
	böhmít (020)	kaolinit (001)	
a	21,7	15,7	1,38
b	24,8	10,9	2,27
c	19,7	11,5	1,71
d	3,4	13,7	0,25

A dezaggregálás szerepe az ásványok szétválasztásában

Már a kezdeti vizsgálatok felhívták figyelmünket a Demeter-féle berendezésben végrehajtott nyíró dezaggregálásnak a szemcseeloszlásra vagy másképpen a mineralógiai feltárássra gyakorolt igen jelentős hatására. Miután e művelet közbeiktatása elengedhetetlennek mutatkozott, bármely, a szemcsefrakciók szétválasztására alapozott vizsgálat szempontjából, szükséges volt a nyíró dezaggregálás befolyásának részletesebb tanulmányozása.

A B—1 minta vasmentesített szuszpenziójából kiindulva ennek felét változatlan állapotban, másik felét pedig dezaggregálás után szupercentrifugán bocsájtottuk keresztül s a két-féle terméksorban a böhmít/kaolinit arányt röntgenográfiai és derivatográfiai úton állapítottuk meg és hasonlítottuk össze.

A végeredményt a 7. ábrán foglaltuk össze, amely a nem dezaggregált és dezaggregált minta frakcióiban a böhmít (020) kaolinit (001) reflexióinak intenzitás arányait tünteti fel a csökkenő méretű szemcsefrakciók függvényében. A két görbe lefutása rávilágít a dezaggregálás hatásos voltára a bauxit mineralógiai feltárássá szempontjából: amíg a nem dezaggregált mintában az I_B/I_K -arány a szemcseméret csökkenésével rendszertelenül változik, a dezaggregált mintában folyamatosan csökken. Ha figyelembe vesszük azt is, hogy az azonnal leülepedő durva frakció egy földes jellegű (15. minta $I_B/I_K = 2,58$) és egy csillámló (15.B minta $I_B/I_K = 0,70$) frakcióra bontható, akkor ismét az állapítható meg, hogy a kaolinit gyakorisága a szemcseeloszlási görbe két ellentétes végén képez súlypontot: a durva frakció egy részében (15.B minta) és a legfinomabb frakcióban (17—18. mintában).



A nem dezaggregált mintákban ez az összefüggés nem adódik ki, amit azzal magyarázunk, hogy az ásványszemcsék erős kohézionális tapadása gátolja e tendencia kialakulását. Úgy értelmezhetjük tehát a kísérlet eredményét, hogy a nyíró-dezaggregálás valóban hozzájárul a tapadó szemcsék szétválasztásához s ez lehetővé teszi, hogy a kaolinit és böhmít a saját közel primer szemcseeloszlásának megfelelő frakciókban választódjék le a szupercentrifuga kezelés során. Nem hagyhatjuk említés nélkül azt sem, hogy a durva és finom frakcióban fellépő kaolinit kristályossági foka is nagymértékben eltér egymástól.

A dezaggregált B—1 minta durva maradékát óvatosan aprítva 0,2—0,4 mm szemcsenagyságú, enyhe kezelésre tovább már nem aprózódó agglomerátumhalmazt nyertünk, amely bromoformban könnyűszerrel három frakcióra volt szétválasztható.

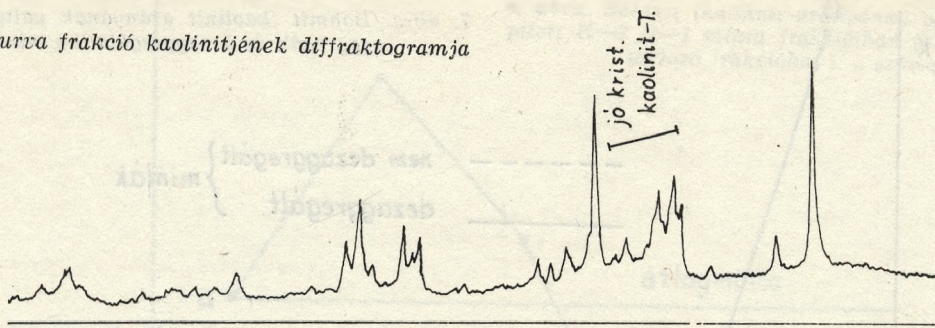
E frakciók és fő ásványos összetételük a következő:

Ábra	Minta száma	Fajsúly	Fő ásványos összetevők
22	19a	>2,7	tiszta böhmít (anatóz nyomok)
23	19b	2,7—2,5	főleg kvarc
24	19c	<2,5	főleg kaolinit (böhmít, gibbsit nyomok)

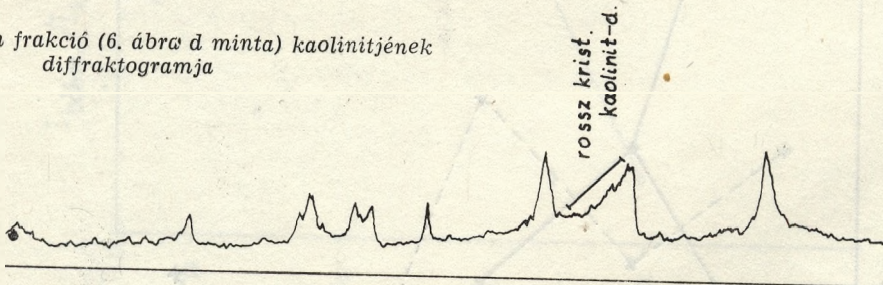
E vizsgálatnak nemcsak az volt érdekes eredménye, hogy a közel félmilliméteres (homokszerű) szemcsék csaknem monokristályosnak bizonyultak s így fajsúly szerint igen jól szétkülöníthetők voltak, hanem a kaolinit meglepően jó kristályossági foka is (8. ábra).

A 2,5-nél kisebb fajsúlyú frakció, csekély böhmít és gibbsit nyomoktól eltekintve, kaolinit-T kristályokból áll. Ebben a frakcióban megjelenő kaolinit oly meglepően jó kristályossági fokot ér el, amely csak az e tekintetben legjobb (pl. más-kristályhegyi kaolinit) anyagokkal hasonlítható össze.

8. ábra. A durva frakció kaolinitjének diffraktogramja



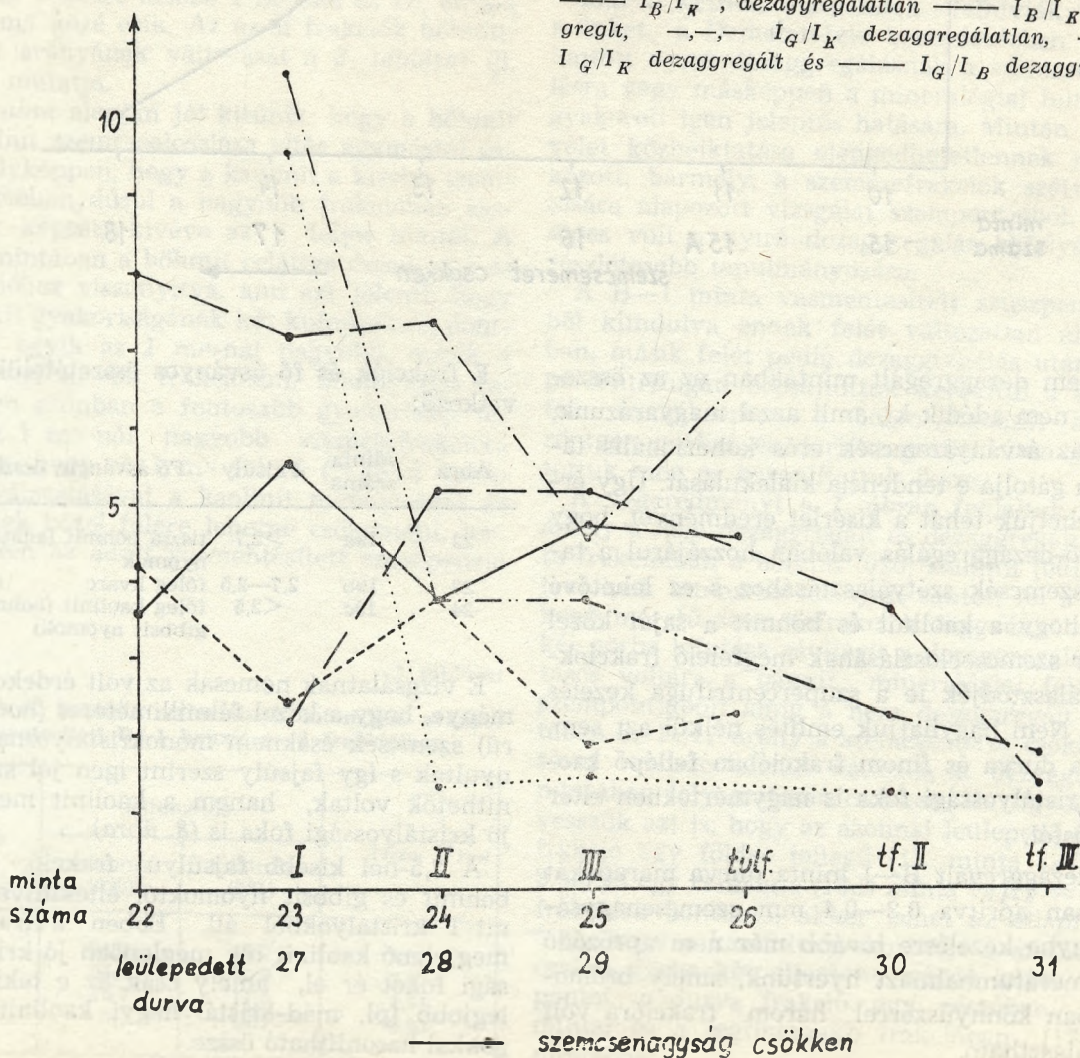
9. ábra. A finom frakció (6. ábra d minta) kaolinitjének diffraktogramja



I_B/I_K

I_G/I_K

I_G/I_B



Ezt az észlelést szembeállíthatjuk a finom frakciók pl. 1 d minta (9. ábra) kaolinit_a-jével. Ez utóbbiban csekély böhmittartalom mellett csupán kaolinit van jelen, de a (001) reflexió is gyenge, míg a 20—24° (2^θ) reflexiók a rendezetlen kaolinitnak megfelelően teljesen eltűntek, ill. egy diffúz sávva olvadtak össze.

Ez a megfigyelés más oldalról mutatja be a kaolinit már tárgyalt két súlyponti gyakoriságát, és azt, hogy a durva szemcsékben megjelenő kaolinit igen jó kristályos anyag, míg a finom frakciókban található kaolinit a rendezetlen (régie elnevezés szerint fire clay) ásványfajtának felel meg. Feltehető, hogy a kétféle kaolinit a bauxit képződése során két különböző generációt képvisel, de képződésük módja és ideje felől részletesebb feltevésekbe egyelőre nem bocsájtkozhatunk.

Szemcsefrakciók ásványos összetétele böhmitet és gibbsitet tartalmazó bauxitban

Kevert allitos ásványt tartalmazó bauxit vizsgálatára a B—3 jelű mintából indultunk ki.

A finomabb részletek vizsgálata céljából ebből a bauxitból is sósavval vasmentesített mintát állítottunk elő (K—1, B—3 minta). A savtalanítás körülményei egyébként teljesen azonosak voltak a B—1 bauxit esetében ismertetettével.

A vastartalmú ásványok kioldása után a bauxitot dekantálással szabadítottuk meg a FeCl₃-tól és a fölös sósavtól, majd a szuszpenzió pH-ját NaHCO₃ adagolásával 7 körüli értékre állítottuk be. Ezáltal stabilis szuszpenziót nyertünk, melyet két egyenlő részre osztva dezaggregátlan és dezaggregált állapotban szupercentrifugán bocsájtottunk át és meghatároztuk a böhmít, gibbsit és kaolinit reflexióinak intenzitásértékeit.

A 10. ábrán tüntettük fel a nem dezaggregált és dezaggregált minták csökkenő szemcsefrakciói függvényében a böhmít/kaolinit, gibbsit/kaolinit és gibbsit/böhmít intenziás arányokat. A görbék lefutása alapján szembetűnő és a B—1 bauxittal kapcsolatban szerzett tapasztalatokkal teljesen megegyezően, hogy bármely vizsgált ásványpár arányértékeinek változása a szemnagysággal fluktuáló a dezaggregátlan, és egyértelmű a dezaggregált mintákban. Pl. a jelen mintában igen fontos gibbsit/kaolinit-arány a dezaggregátlan mintákban ingadozik a dezaggregáltban viszont, egy viszonylag durva centrifugafrakcióban mutatott magas érték után, a finomabb frakciókban folyamatosan csökken. Ez arra vall, hogy a gibbsit inkább a durvább frakciókban halmozódik. Hasonló viszonyokat észlelünk a gibbsit/böhmít vonatkozásában is. A dezaggregátlan mintákban a két ásvány eloszlási arányának nincs jellegzetes alakulása, a dezaggregáltban azonban a durvább frakciókban sok a gibbsit, a finomabb frakciókban pedig a böhmít visz jelentősebb szerepet. A böhmít/kaolinit arányának alakulását az határozza meg, hogy a böhmít viszonylagos mennyisége a II—III. frakciókban a legnagyobb, majd a kisebb

frakciókban szintén aláhanyatlak a kaolinit javára.

Ezek a vizsgálati adatok mind amellet szólnak, hogy a dezaggregálás a B—3 jelű bauxit esetében is jelentős befolyást gyakorol a szemcsék szétválasztására, s azáltal, hogy fokozza az anyag mineralógiai feltártságát, lehetővé teszi, hogy a különvált ásványszemcsék saját nagyságuknak megfelelő frakcióban váljanak le. Ez a magyarázata annak, hogy a dezaggregált és dezaggregátlan mintasorozatban az ásványok egymáshoz viszonyított arányai ugyanazon frakcióban is különböznek egymástól.

Igen jellemző, hogy a B—3 bauxit esetében is megállapítható a kétféle kaolinit jelenléte. A durva frakciókban a B—1 bauxithoz hasonló módon a kaolinit kiválóan kristályos állapotú s ez csak a legfinomabb frakciókban romlik le annyira, hogy az ásvány kaolinit_a-nek (fire clay) minősíthető. Ez az észlelés is arra mutat, hogy a fő alumíniumásványok eltérő aránya ellenére, a különböző típusú bauxitokban a kaolinit mennyiségi és kristályossági fok szerinti eloszlása hasonló, ami nyilvánvalóan genetikai tényezőkre vezethető vissza.

A bauxit finom szövetének vizsgálata elektronmikroszkóppal

A primer szemcseméreték és a szemcsék közötti kapcsolatok tanulmányozása megkívánta, hogy a szokásos elektronmikroszkópi technikát kiegészítsük a szeretlen anyagok körében kevésbé használatos eljárással: a metszetkészítéssel. Másrészt az ismert módszereket a különféleképpen kezelt minták vizsgálatára is alkalmazhatóvá tesszük. Ennek megfelelően a következő háromféle technikával dolgoztunk: szuszpenziók, replikák és metszetek vizsgálatával. Mint-hogy a nyert eredmény értékelésében nagy szerepe van a módszernek, amellyel az eredményhez jutottunk, röviden ismertetjük a vizsgálati eljárásunkat.

Szuszpenziók vizsgálata. A kezeletlen, vagy különböző módon kezelt bauxitmintákat finoman diszpergálva híg vizes szuszpenzióba vittük. Ebből egy-egy cseppet az elektronmikroszkópos hordozó hártýára víve, megszáritva kaptuk a vizsgálatra kész preparátumot.

Ez az eljárás az elektronmikroszkópi technika ásványtani alkalmazásának legegyszerűbb módja. Hátránya, hogy a látótérbe kerülő, az egész mintának mindig rendkívül kis hányadát képező anyag, bizonytalan módon reprezentálja a vizsgálni kívánt minta átlagát. Speciális esetekben megfelelő előkészítés esetében használtuk vizsgálataink során.

Replikák vizsgálata. Kb. 3×5×5 mm nagyságú hasábokat fűrészeltünk ki az eredeti bauxitból, majd ultramikrotom segítségével 3×3 mm területű síkot metsztünk simára. E sima felületet szénnel, vagy szén+platinával vákuumgőzölőben kezeltük, majd utána sósavval és utána hidrogénfluoriddal leoldva a hártýát ismételt (1—2 napig tartó) savazással megtisztítottuk a tapadó ásványszemektől. Az ily

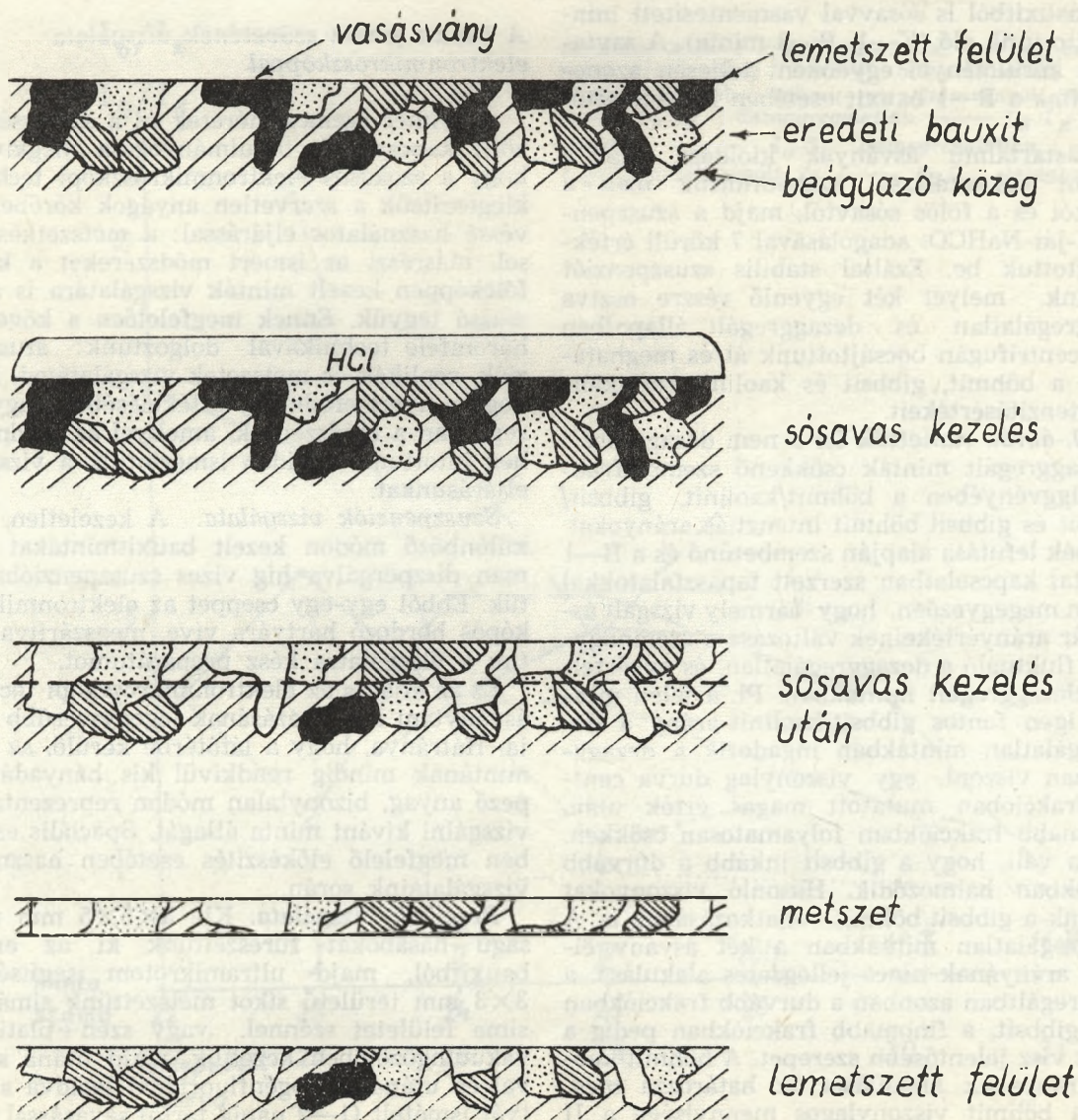
módon megtisztított replika alkalmas a vizsgált felületről készült negatív lenyomat elektronmikroszkópi vizsgálatára.

Ha a bauxitot valamilyen kezelés után kívánjuk vizsgálni, akkor a simára metszett felületet kezeltük (pl. sósavval a vasásványok eltávolítására, vagy hidrogénfluoriddal a kaolin kioldására stb.) az oldástermékektől desztillált vízes mosás segítségével megtisztítottuk, majd exsikkátorban megszáritottuk. A kezelt felületet ezután újból lemetszettük ügyelve, hogy csak a felület egyenetlenségeit távolítsuk el, nem érintve ezzel a kezelt réteget. Ezt követően gőzölés után az előbb leírtak szerint készítettünk replikát, amely már a kezelés hatására beállt morfológiai változásról adott képet.

Metszetek vizsgálata. A bauxitmintákról kb. $1 \times 1 \times 2$ mm nagyságú hasábokat vágunk ki, melyet zselatin kapszulában metilmetakrilát és butilmetakrilát 12:1 arányú elegybe ágyaztunk. Gondos átitatás, szárítás után előbb 500 Å-ös metszeteket készítettünk, később az eljárás finomításával sikerült általában 250 Å (kivételesen 150 Å) vastagságú metszeteket előállítani. A metszetek készítése új lehetőségeket tárt fel

a bauxit szemcseeloszlásának vizsgálatában. Minden okunk megvan ugyanis annak feltételezésére, hogy az átitatásos módszer esetén a bauxit szemcséit lényegében eredeti helyzetükben tudjuk rögzíteni s ez által tanulmányozni. Míg a szuszpenziós eljárás okvetlenül frakcionálással jár együtt s így meghamisítja az átlageloszlásról alkotott képünket addig a metszetpreparátum lényegében a primer szemcseeloszlás módjainak tanulmányozását teszi lehetővé. Ez az eljárás a primer szemcsék méreteloszlásáról is új helyzetképet tárt fel, mert a módszer megengedi az átlagos minta egyes primer szemcséinek felismerését is.

A metszet-eljárás is kombinálható a minta különféle kezelésével. Ekkor a simára metszett felületet tesszük ki különféle kémiai reagens hatásának, majd kimosás és szárítás után tovább folytatjuk a metszést. A preparátumok ekkor az eredeti struktúrában a kezelés hatására végbe ment morfológiai változásokról nyújtanak képet s ez lehetővé teszi a bauxit különféle fázisösszetevői egymáshoz való térbeli helyzetének tanulmányozását. A vizsgálat módjáról a 11. ábra tájékoztat.



11. ábra. Elektronmikroszkópi metszet készítésének fázisai

Az elektronmikroszkópi vizsgálatok eredménye

A bauxit szövetének tanulmányozására a Felix—II. jelű bauxit mintáit használtuk fel.

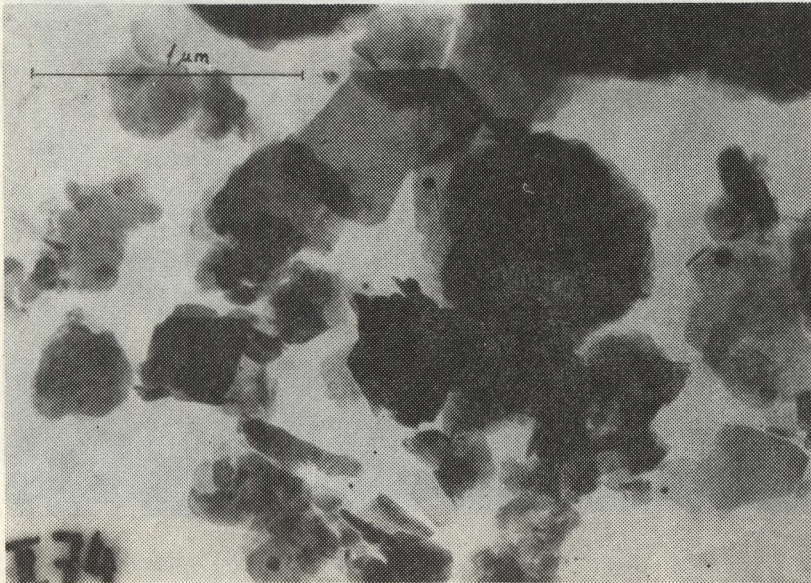
Előbb a kezeletlen bauxitból 250 Å vastag metszeteket készítettünk. Példaképpen bemutatjuk az 1. és 2. fényképet, melyek a bauxit valószínűs szemcseeloszlását reprezentálják s azt mutatják, hogy a bauxit „szivacsos” szerkezetű, a teret lazán kitöltő szemcsék rendszere. Az összetapadt szemcsék között nagy „üres” terek vannak. A primer szemcsék mérete 0,05—0,7 μm közötti és a merőleges metszetről, amelyben a szemcsék keresztmetszete látható, a közvetlen mérés az átlagos szemcse nagyságra 70 Å-ös vastagságot eredményezett.

Ez a nemesítési technika szempontjából rendkívül fontos új megállapítás, mert az eddigi szemcsevizsgálatok (amelyek ismert okoknál fogva agglomerátumra vonatkoznak) ennél jóval nagyobb értékkel számoltak. A bauxit primer szemcséi tehát rendkívül kis méretűek s olyan kolloidtartományba esnek, melyben igen jelentős felületi erővel lehet számolni.

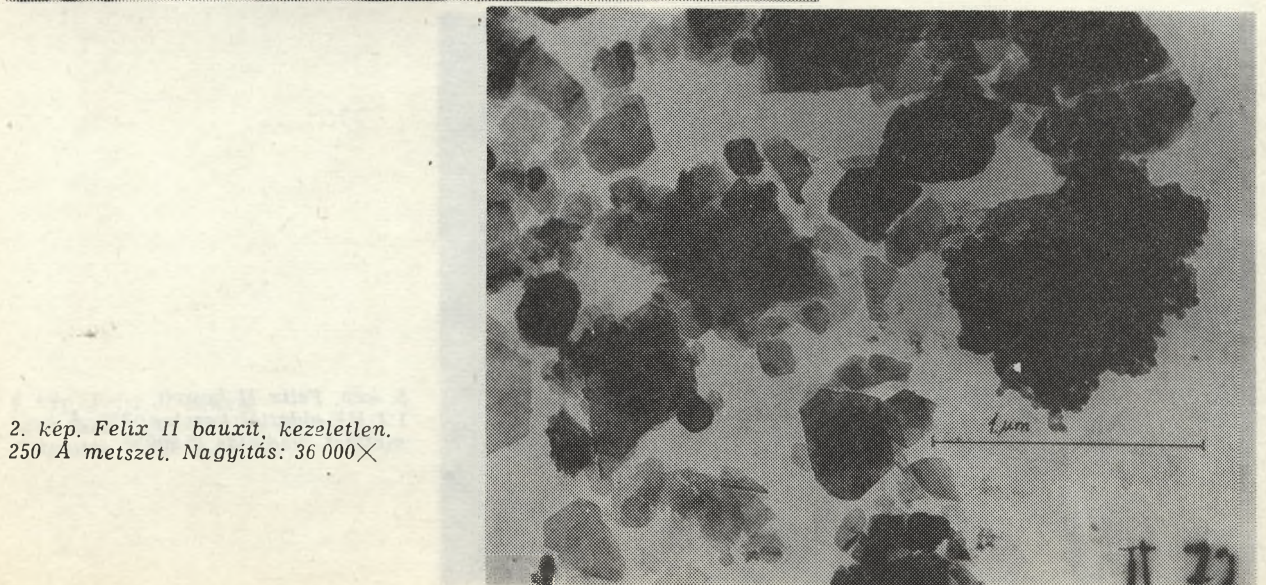
A metszeteken látható agglomerátumok, melyek számos primer szemcse összetapadásából származnak, természetesen nagyobbak és kitöltik a metszet teljes vastagságát (250 Å), ill. ennél is vastagabbak és valószínűleg meghaladják a 0,5 μm -t.

A 3. és 4. kép az előző mintának 1:1 higítású sósavval kioldott blokkjáról készült elektronmikroszkópos felvétel, és pedig a 3. felvétel hidegen végzett savazás, a 4. kép pedig forró savazás után és merőleges metszetről készült felvétel.

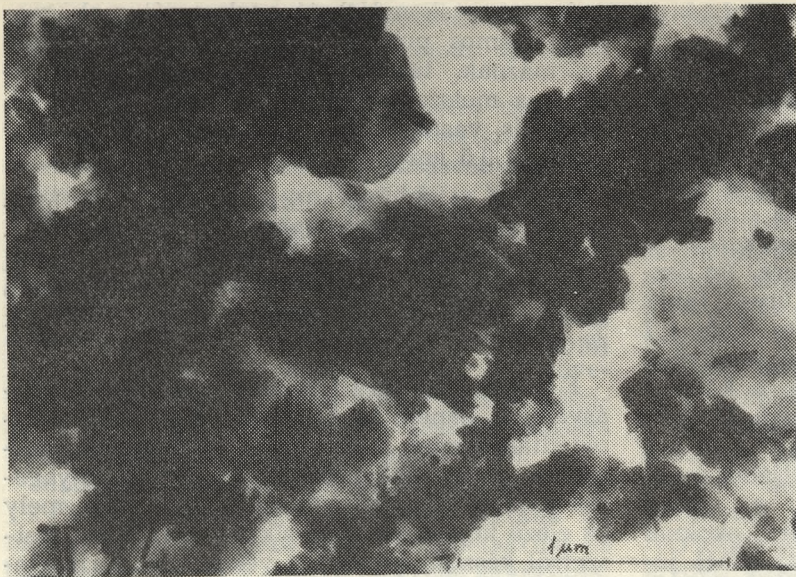
E kezelés hatására feltehetően nemcsak a vas-ásványok, hanem az Al-ásványok is részben feloldódtak, amire a hatszöges formaelemek számának erős csökkenéséből (az eredeti anyagéhoz képest) lehet következtetni. A 4. kép, mely az előző képek metszési síkjára merőleges metszetről készült, hosszúkás vékony lécs formaelemek túlsúlyát mutatja, amelyek voltaképpen a lemezes kristályok keresztmetszetei. Ez az elrendeződés arra vall, hogy a bauxitban a kristályok jelentős része orientáltan helyezkedik el,



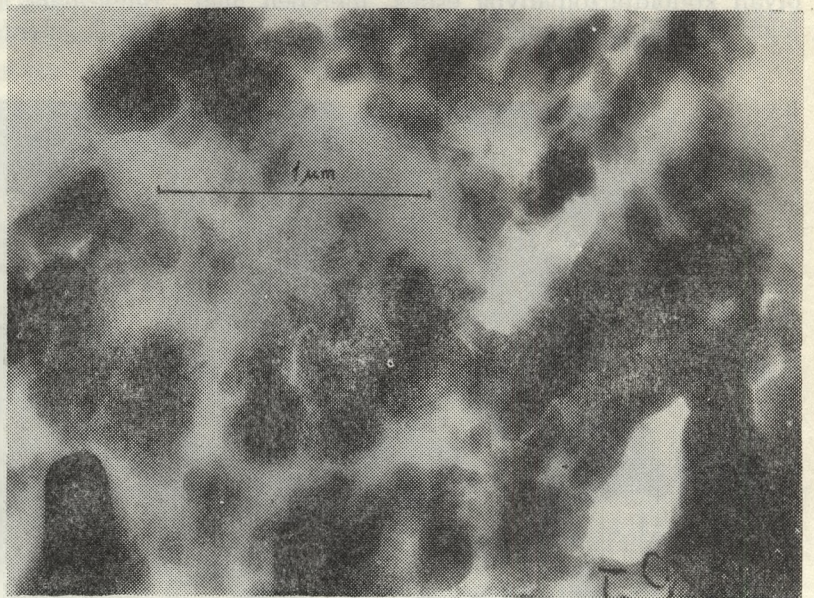
1. kép. Felix II bauxit, kezeletlen.
250 Å metszet. Nagyítás: 36 000 \times



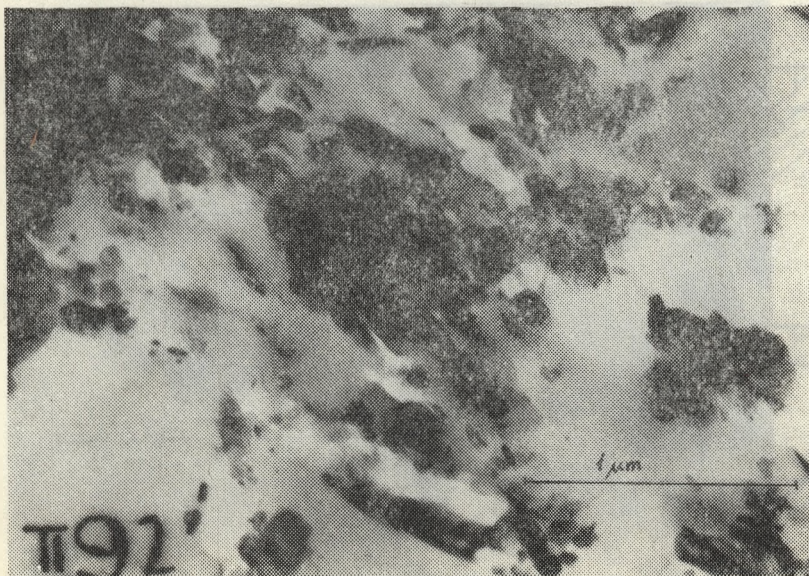
2. kép. Felix II bauxit, kezeletlen.
250 Å metszet. Nagyítás: 36 000 \times



3. kép. Felix II bauxit,
1:1 sósavoldattal hidegen kezelve.
250 Å metszet. Nagyítás 36 000×

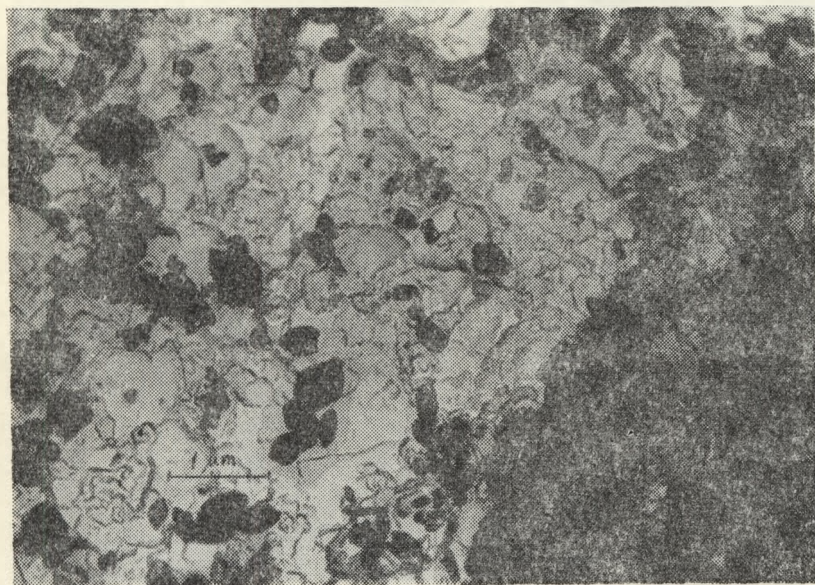
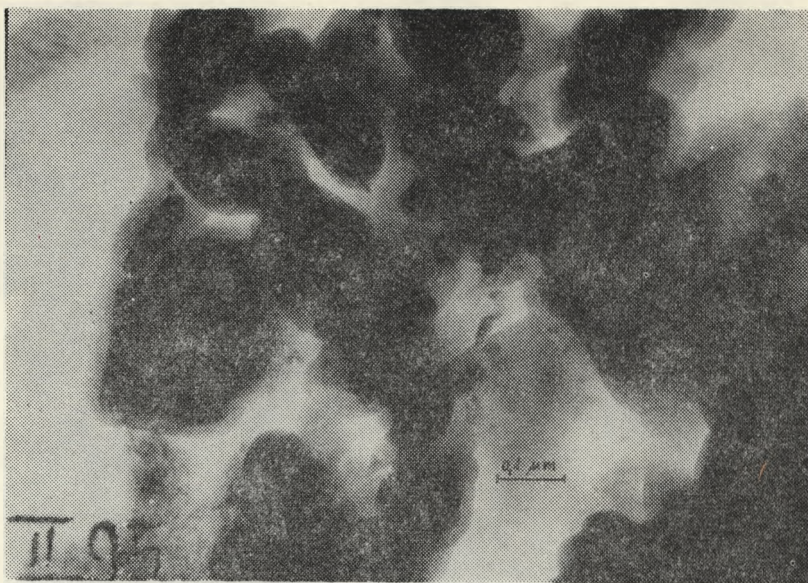


4. kép. Felix II bauxit,
1:1 sósavoldattal forrón kezelve.
250 Å metszet. Nagyítás 36 000×.
A metszés az 1—3 képek síkjára
merőlegesen történt.



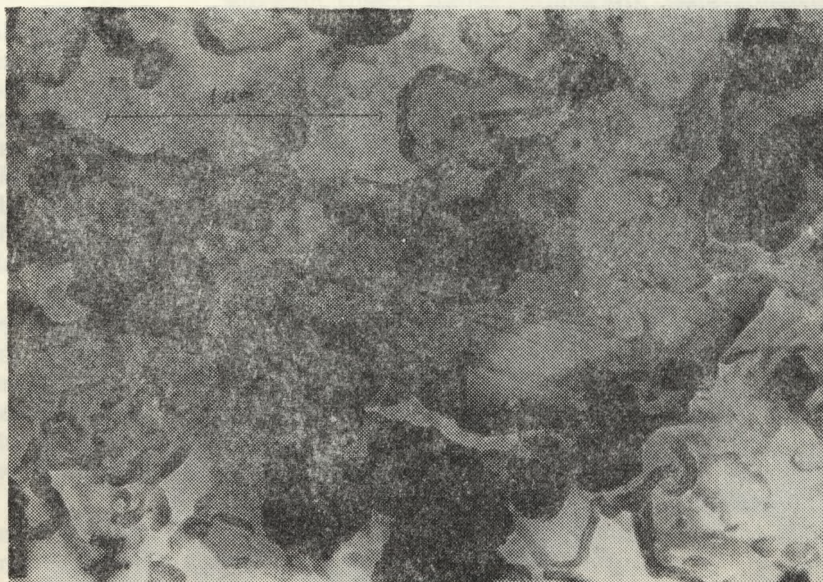
5. kép. Felix II bauxit,
1:1 HF-oldattal kezelve. 250 Å
metszet. Nagyítás 36 000×

6. kép Felix II bauxit,
1:1 HF-oldattal kezelve. 250 Å
metszet. Nagyítás 90 000×



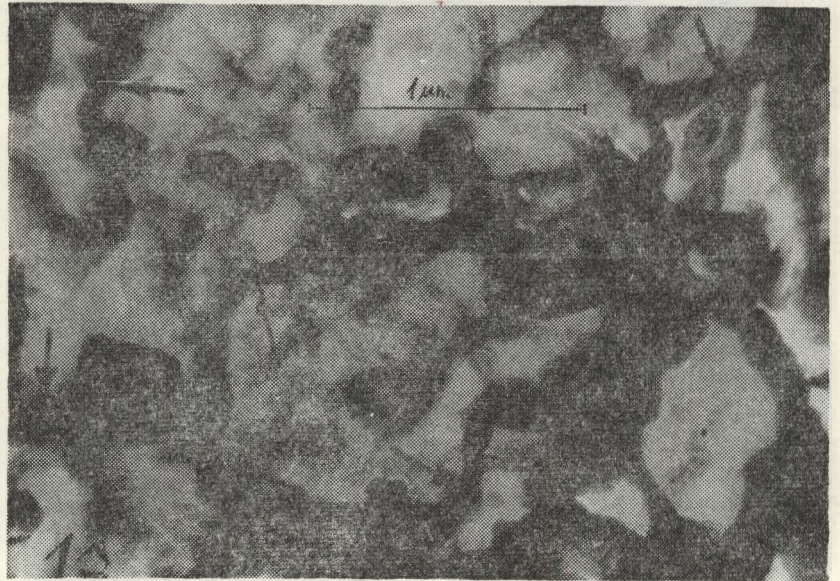
7. kép. Felix I bauxit,
kezeletlen. Szénplatina replika.
Nagyítás 13 000×

8. kép. Felix II bauxit,
kezeletlen. Szén-platina replika.
Nagyítás 36 000×

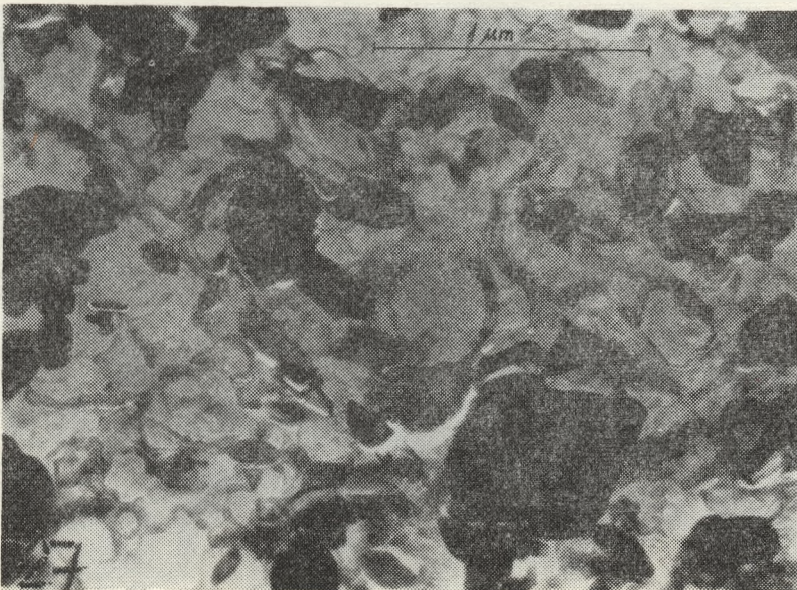




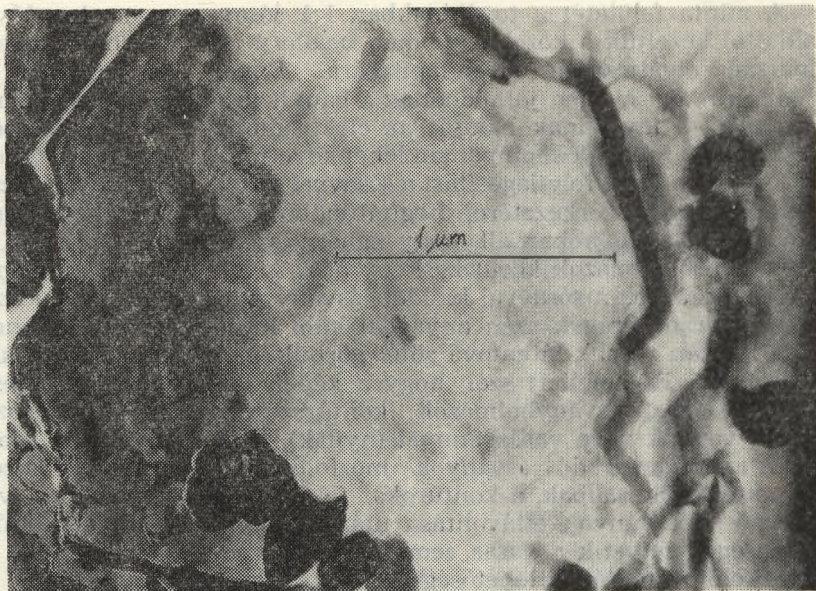
9. kép. Felix II bauxit,
kezeletlen. Szén-platina replika.
Nagyítás 75 000×



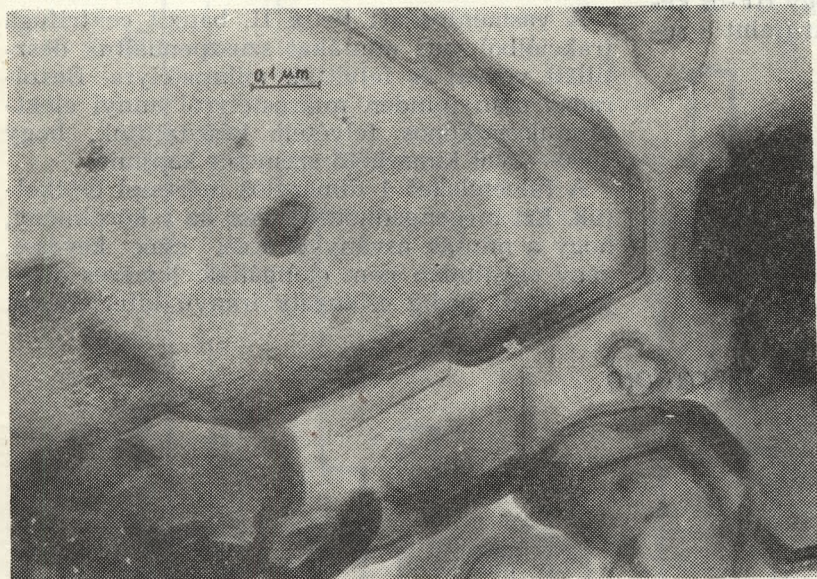
10. kép. Felix II bauxit 1:1
HCl-oldattal kezelve. Szén-platina
replika. Nagyítás 36 000×



11. kép. Felix II bauxit,
1:1 HF-oldattal kezelve. Szén-
platina replika. Nagyítás 36 000×



12. kép. Felix II bauxit,
1:1 HF-oldattal kezelve. Szén-
platina replika. Nagyítás 37 000×



13. kép. Felix II bauxit,
1:1 HF-oldattal kezelve. Szén-
platina replika. Nagyítás 90 000×

ami a lemezek többé-kevésbé párhuzamos elrendezésében nyilatkozik meg.

A Felix—II. bauxitminták blokkjait a továbbiakban 1:1 hígítású HF-dal kezeltük, majd a kezelt anyagról szintén 250 Å-ös metszeteket készítettünk (5. kép). A HF-os kezelés hatására a legtöbb szemcse körül a szemcsénél kisebb sűrűségű udvar keletkezett (6. kép). Az udvar valószínűleg a részbeni oldás után visszamaradt anyag, a szemcséknek az a néhány Å vastag rétege, amely a beágyazó akrilát védőhatása miatt nem oldódhatott fel.

A kezeletlen és kezelt bauxit mintáiról készült metszetek kitűnő képet nyújtanak a bauxit szemcseeloszlásáról, az agglomerátumok finom szerkezetéről, de a sósavas és hidrogénfluoridos kioldás önmagában nem bizonyult elegendőnek a szemcsék közötti kötődés alapvető lényegének felderítésére.

A metszetekkel ellentétben, amelyek a szemcsék két dimenzió szerinti elrendeződését mu-

tatják, a replika felvételek a primer szemcsék egymás fölötti elhelyezkedéséről tájékoztatnak. A kezeletlen bauxitblokkok simára metszett felületét szénrel és/vagy platinával gőzölve leoldás után nyertünk vizsgálatra alkalmas replikát. Nagyszámú anyag átvizsgálása után a példaképpen bemutatott 7—9. fényképek reprezentálják a kezeletlen bauxit szemcseszerkezetét, különféle nagyításokban.

E képeken jól felismerhetők az egyedi szemcsék (a sötét, gyakran fekete foltok a replikára ragadt, ki nem oldódott ásvány szemcsék). Az ásványok zöme táblás, lemezes karakterű, de csak ritkábban látunk automorf körvonalat, amely pszeudo-hexagonális alak jelenlétére vall. Az egyes képeken jelentkező széles sötét kontúr (8. kép) a kristálylemez nagyobb vastagságának következménye. Erős nagyításban a szemcsék (9. kép) kisebb elemekből összetettnek tűnnek fel, némelykor orientált egymásra növés (vagy epitaxiális növés) jeleit is mutatva.

A minta felületét a továbbiakban 1:1 sósav-oldattal kezeltük a kezelés nyomán beálló morfológiai elváltozások megállapítására. Ennek hatására közismerten jól oldódnak a bauxit vas-ásványai, s így annak hatását az elektronmikroszkópiai felvételeken nyomon lehet követni. A 10. sz. kép nyújt felvilágosítást a sósavval kezelt bauxit szemcseszerkezetéről. Legfeltűnőbb morfológiai változás abban áll, hogy néhány szemcséből álló halmazok körül keskeny árok keletkezik. Az árkok a sósavval kioldott ásvány után visszamaradt üregek szén anyaggal való kitöltése folytán válnak láthatóvá sötét görbült ívek alakjában. Ez amellet szól, hogy a képen látható (világos) ásványhalmazok kontúrszerűen körül vannak véve vasásvánnyal (nyilak). Ezen felül a visszamaradó ásványok morfológiailag karakterisztikusabbak, a kontúrokat feltehetően elkenő vasásványok eltávolítása után. Ezek a jelenségek felvetik a vasas cementáció helyenkénti előfordulásának lehetőségét.

Hidrogénfluorid (1:1) oldattal való kezelés eredményét a 11—13. kép mutatja.

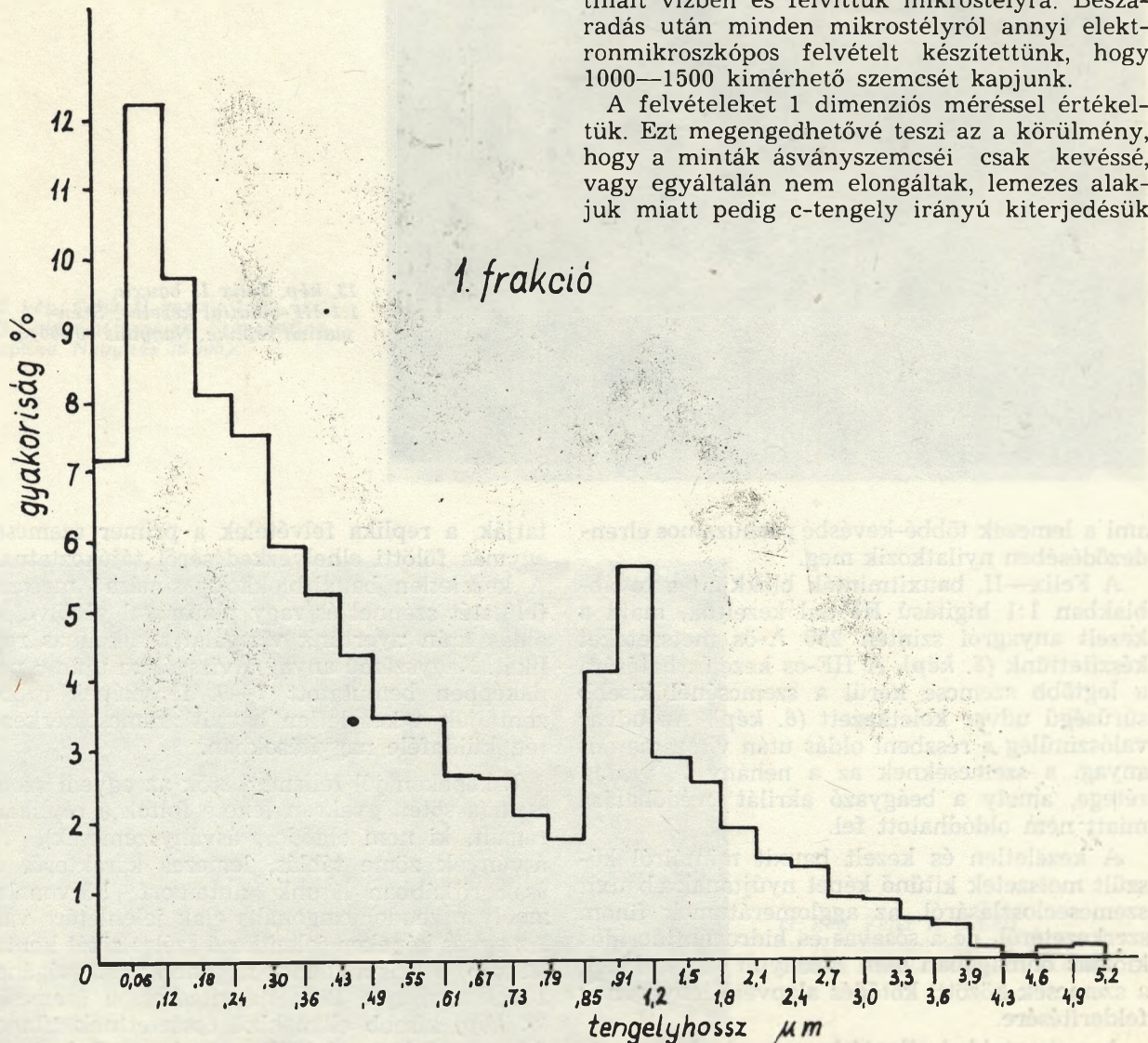
Mindenekelőtt megfigyelhető, hogy HF-os kezelés nyomán nem kapunk csíkokat (mint a só-

savas kezelés hatására), és a replikákon felismerhető egyes kioldott szemcsék (kristályok) visszamaradt lenyomata. E lenyomatok, melyek a HF-ban nem oldódó ásványoktól származnak némely esetben nem mutatnak önálló szerkezetet, mert tökéletesen beágyazták az eltávolított kristályszemcsét (13. kép). Más esetben viszont — feltehetően azért, mert az eltávolított kristályhoz nem tapadt tökéletesen — önálló szerkezettel jelenik meg az eltávolított kristály alatt (12. kép). Nagyon jellegzetes a 9. kép, amelyből a negatív lenyomatok morfológiájából ítélve főleg kaolinit ásvány oldódott ki, a visszamaradó részek pedig körülölelik az eltávolított kristályszemcséket. E kidomborodni látszó vonulatok alakzatukat tekintve igen hasonlóak a sósavas kezelés (10. kép) ábráján látható sötét vonalakhoz, vagyis minden valószínűség szerint vasásványokról van szó. Az allitos ásványok ezen is táblás sík felületeket képviselnek.

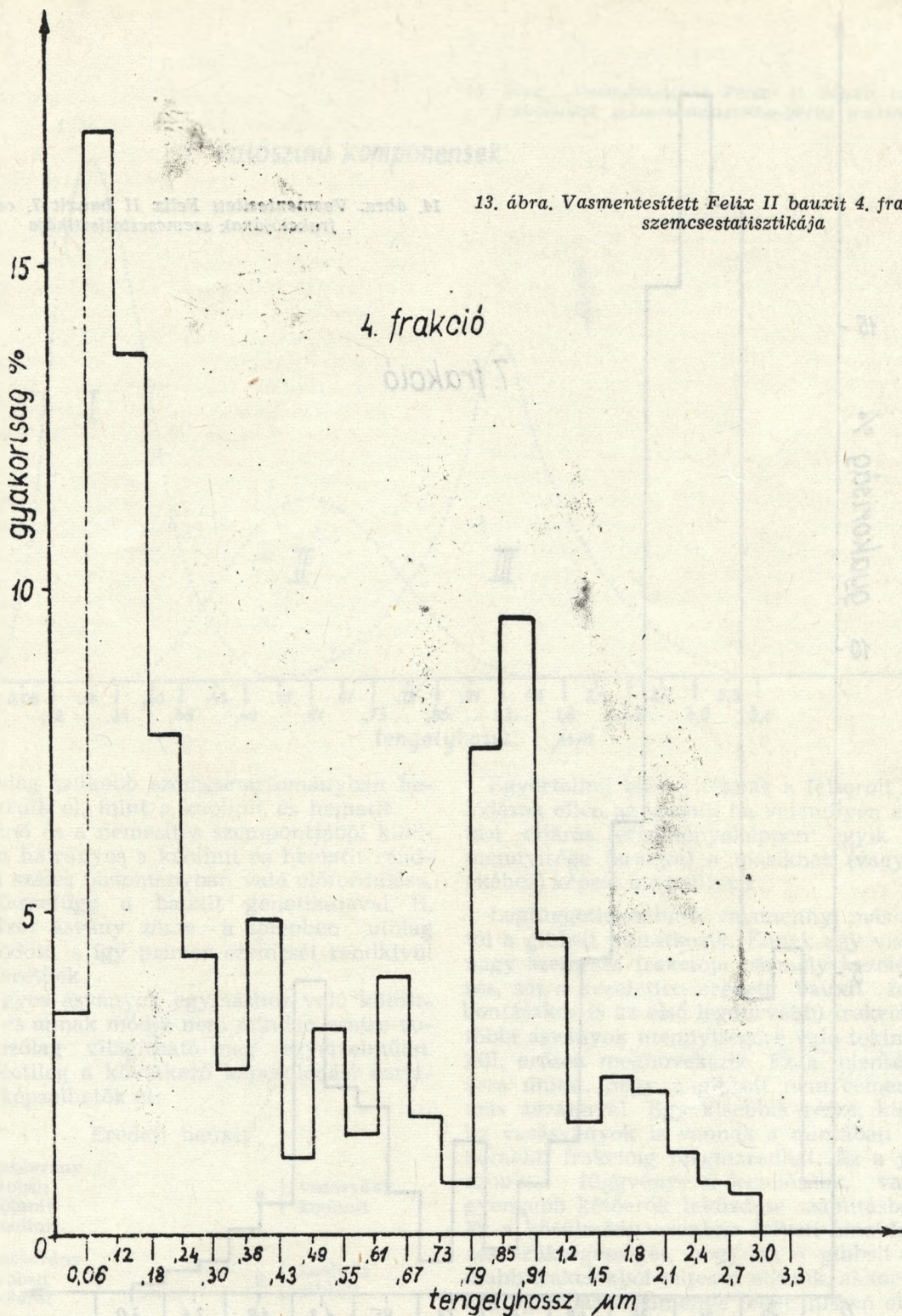
A centrifuga frakciók szemcsesztatisztikája

A vasmentesített Felix II. bauxit centrifuga frakcióiból vett mintákat szuszpendáltuk desztillált vízben és felvittük mikrostélyra. Beszáradás után minden mikrostélyról annyi elektronmikroszkópos felvételt készítettünk, hogy 1000—1500 kimérhető szemcsét kapjunk.

A felvételeket 1 dimenziós méréssel értékeltük. Ezt megengedhetővé teszi az a körülmény, hogy a minták ásványszemcséi csak kevéssé, vagy egyáltalán nem elongáltak, lemezes alakjuk miatt pedig c-tengely irányú kiterjedésük



12. ábra. Vasmentesített Felix II bauxit 1. centrifuga frakciójának szemcsesztatisztikája



13. ábra. Vasmentesített Felix II bauxit 4. frakciójának szemcsestatistikája

elhanyagolható a másik két kiterjedésükhöz viszonyítva.

Az μm alatti méretű szemcséket $0,06 \mu\text{m}$ terjedelmű, az $1 \mu\text{m}$ felettiek pedig $0,3 \mu\text{m}$ terjedelmű méretsávokba soroltuk. ($0,0-0,06$, $0,06-0,12 \dots 0,90-1,0$, $1,2 \dots 1,5 \dots \mu$ stb.)

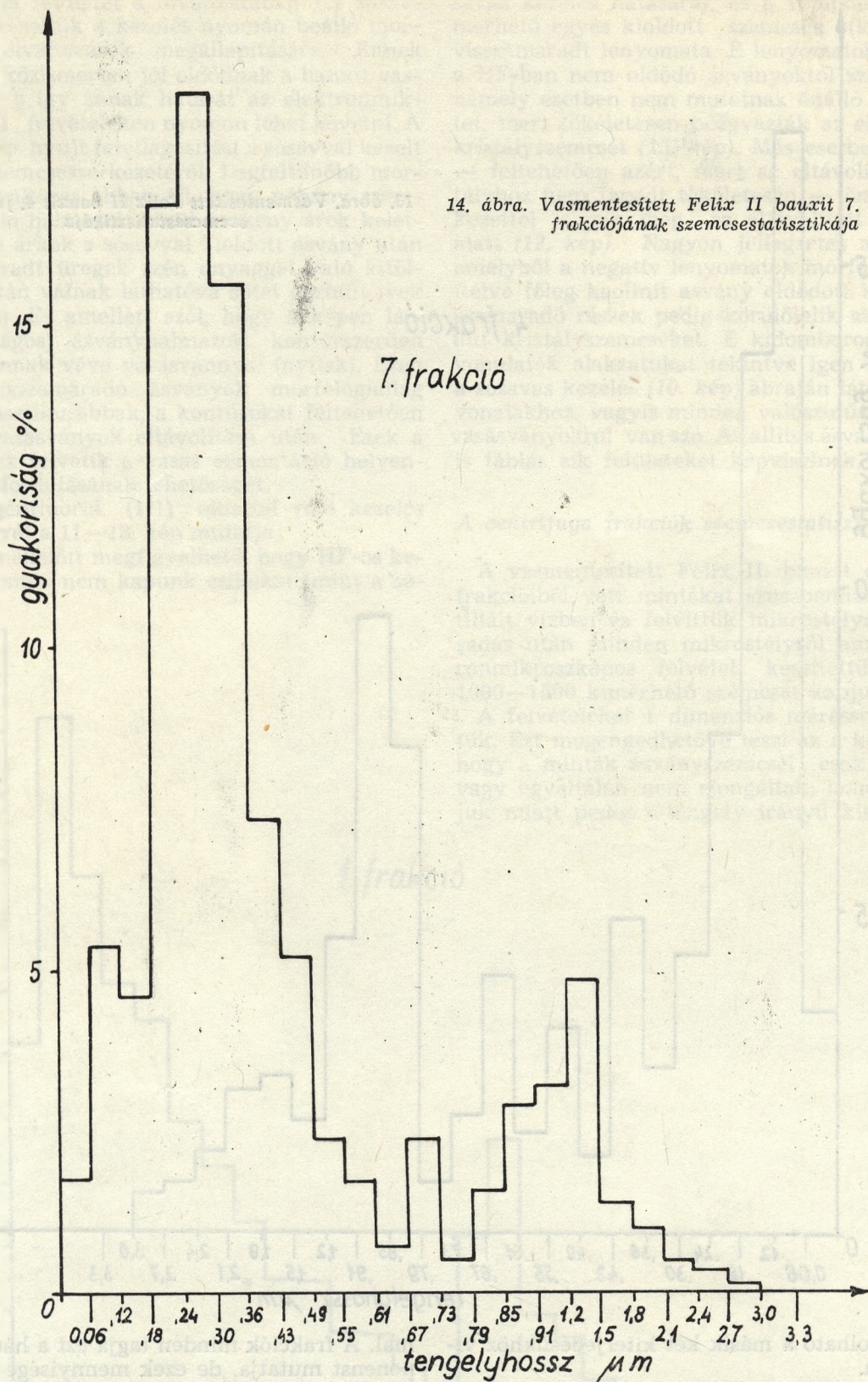
A mellékelt grafikonok (12–14. ábra) az egyes frakciók részecskeeloszlását mutatják. Gauss eloszlást feltételezve a grafikonok analízise három komponensű sokaságra utal, mégpedig az 1. komponens $0,2 \mu\text{m}$, a 2. komponens $0,6 \mu\text{m}$, a 3. komponens $1,2 \mu\text{m}$ -es maximum-

mal. A frakciók minden tagja ezt a három komponenst mutatja, de ezek mennyisége frakciónként változik.

A vizsgálati eredmények összefoglalása

Az előzőekben bemutatott vizsgálati eredmények, néhány, a bauxit nemesítésére irányuló következtetés levonására adnak lehetőséget.

— Megállapítható, beágyazott metszetek és alkoholos szuszpenziók elektronmikroszkópi



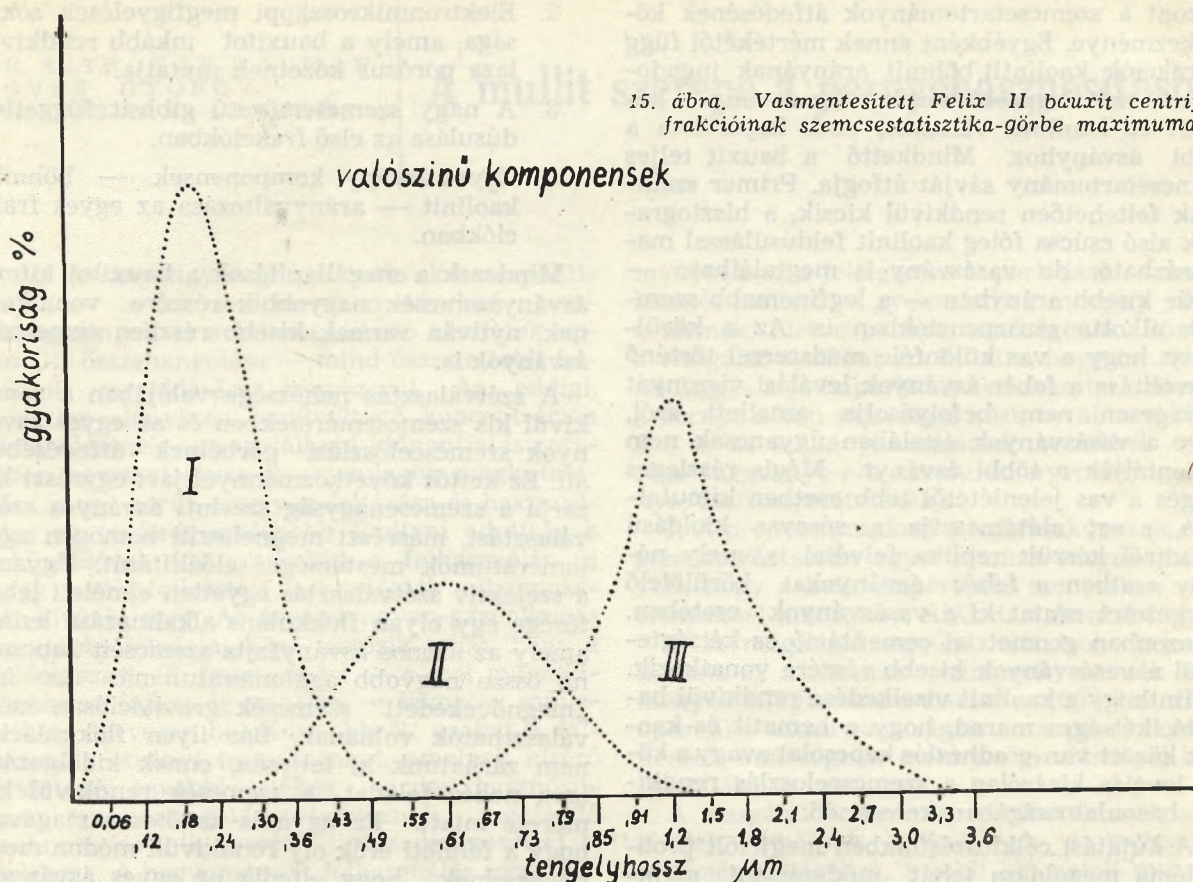
tanulmányozása révén, hogy a bauxit primer szemcséi rendkívül kis mérettartományba esnek (a szemcsék zöme 0,06—1,8 μm közé).

— A szemcsestatistikai hisztogramok, két vagy három maximumot adó érintő görbével írhatók le, melynek egyes csúcsaihoz, egyéb vizsgálatok szerint, külön ásványok is rendelhetők. Így mindenekelőtt a gibbsit a legnagyobb szemcséjű maximumhoz tartozik, amit

a legnagyobb szemcsefrakciókban való szinte állandó kulminálása, továbbá az infravörös fajlagos extinkciók is megerősítenek.

— A szemcsék zöme azonban 0,5 μm -nél kisebb méretű, s ebben valamennyi többi fontosabb ásvány (kaolinit, böhmít, hematit) arányosan részt vesz. Legfeljebb a böhmitről állapítható meg, hogy a gibbsitnél kisebb, de vi-

15. ábra. Vasmentesített Felix II bauxit centrifuga frakcióinak szemcsestatistika-görbe maximumai



szonylag szűkebb szemcsetartományban helyezkedik el, mint a kaolinit és hematit.

— Feltűnő és a nemesítés szempontjából különösen hátrányos a kaolinit és hematit rendkívül széles tartományban való előfordulása. Ez összefügg a bauxit genetikájával, ti. mindkét ásvány zöme a telepben utólag képződött, s így primer szemcséi rendkívül kisméretűek.

— Az egyes ásványok egymáshoz való kötöttsége és annak módja nem minden esetre vonatkozólag világítható meg egyértelműen. Elméletileg a következő kapcsolódási variációk képzelhetők el:

Eredeti bauxit

- | | |
|---|------------------------------------|
| <p>1. { vasásvány
gibbsit
böhmit
kaolinit</p> | <p>8. { vasásvány
kaolinit</p> |
| <p>2. { vasásvány
gibbsit
böhmit</p> | <p>9. { kaolinit
gibbsit</p> |
| <p>3. { vasásvány
gibbsit
kaolinit</p> | <p>10. { kaolinit
böhmit</p> |
| <p>4. { vasásvány
böhmit
kaolinit</p> | <p>11. vasásvány</p> |
| <p>5. { kaolinit
gibbsit
böhmit</p> | <p>12. gibbsit</p> |
| <p>6. { vasásvány
gibbsit</p> | <p>13. böhmit</p> |
| <p>7. { vasásvány
böhmit</p> | <p>14. kaolinit</p> |

Egyértelmű bizonyítéknak a felsorolt kapcsolódások ellen az számít, ha valamilyen elválasztási eljárás eredményeképpen egyik ásvány mennyisége (aránya) a másikhoz (vagy többiekéhez) képest megváltozik.

Legfüggetlenebbnek valamennyi más ásványtól a gibbsit mutatkozik. Ennek egy viszonylag nagy szemcsés frakciója bármely kezelési eljárás, sőt a kezeletlen eredeti bauxit frakcióra bontásakor is az első legdurvább) frakciókban, a többi ásványok mennyiségére való tekintet nélkül, erősen megnövekszik. Ez a jelenség tehát arra mutat, hogy a gibbsit nem cementálódik más ásvánnyal. Egy kisebbik része, különösen ha vasásványok is vannak a mintában a legfinomabb frakcióig megmaradhat. Ez a jelenség azonban függvénye a kezelésnek, vagyis itt gyengébb kötőerők leküzdése számításba jöhet. Ez a körülmény azonban felveti ama feltételezés szükségességét, hogy ha a gibbsit a finomabb frakciókból teljesen eltűnik, akkor ez csak aggregálódás eredménye lehet, hiszen ellenkező esetben nem válhatna le a durvább frakcióban. Minthogy a némely esetben megmaradó gibbsit a vas jelenlétéhez lászik kötve lenni, a gibbsitre nagyobb részben a 12-es, kisebb részben a 6. típusú kapcsolódás jellemző.

A böhmit ásvány legalábbis részben független a kaolinittól, mert bár nincs olyan frakció, amelyben egymás nélkül fordulnának elő, a böhmitnek legtöbbször határozott kulminációs pontja van s ez nem korrelál ill. véletlenszerűen változik a kaolinit esetleges ingadozásával. Ebből a kaolinit-böhmit szoros kapcsolatának hiányára következtethetünk, az együttes leválás

viszont a szemcsetartományok átfedésének következménye. Egyébként ennek mértékétől függ a frakciók kaolinit/böhmít arányának ingadozása. A két legproblematisabb ásvány a hematit és kaolinit, valamint ezek kapcsolata a többi ásványhoz. Mindkettő a bauxit teljes szemcsetartomány sávját átfogja. Primer szemcséik feltehetően rendkívül kicsik, a hisztogramok alsó csúcsa főleg kaolinit feldúsulással magyarázható, de vasásvány is megtalálható — habár kisebb arányban — a legfinomabb szemcsék alkotta szuszpenziókban is. Az a körülmény, hogy a vas különféle módszerrel történő eltávolítása a fehér ásványok leválási viszonyát lényegesen nem befolyásolja, amellet szól, hogy a vasásványok általában ugyancsak nem cementálják a többi ásványt. Mégis részleges függés a vas jelenlététől több esetben kimutatható, s ezt alátámasztja a sósavas kioldású bauxitról készült replika felvétel is, mely némely esetben a fehér ásványokat körülölelő szerkezetet mutat ki a vasásványok esetében. Ez azonban geometriai cementáció és kétségtelenül a vasásványok kisebb részére vonatkozik.

Minthogy a kaolinit viselkedése rendkívül hasonló, kétséges marad, hogy a hematit és kaolinit között van-e adhéziós kapcsolat avagy a közös leválás kizárólag a szemcseeloszlás rendkívüli hasonlatosságában keresendő.

— A kutatási célkitűzésünkben megjelölt probléma megoldása tehát módszertani szempontból ütközik nagy nehézségbe. Ugyanis a bauxitásvány szemcséi közötti adhéziós kapcsolatok hiányáról végérvényesen csak ezek mechanikai szétválasztása révén lehetne meggyőződni. Ha azonban ilyen módszert nem ismerünk, vagyis az egyes ásványfajtákat nem tudjuk szétválasztani, ez még nem bizonyítja az ásványok adhéziós kapcsolatát.

Sőt valamennyi kísérletünk és megfigyelésünk indirekt úton az erősebb, pl. cementációig menő kapcsolatok hiányára utal. Ilyenek:

1. Alkoholban az agglomerátumok robbanászerű szétesése.

2. Elektronmikroszkópi megfigyelések sokasága, amely a bauxitot inkább rendkívül laza porózus kőzetnek mutatja.
3. A nagy szemcseméretű gibbsit független dúsulása az első frakciókban.
4. Egyes ásványi komponensek — böhmít/kaolinit — arányváltozása az egyes frakciókban.

Mindezek a megállapítások a bauxitot kitevő ásványszemcsék nagyobbik részére vonatkoznak, nyilván vannak kisebb részben cementált ásványok is.

A szétválasztás nehézsége valójában a rendkívül kis szemcseméretekben és az egyes ásványok szemcseeloszlási görbéinek átfedésében áll. Ez kettős következménnyel jár: egyrészt kizárja a szemcsenagyság szerinti ásványos szétválasztást, másrészt megnehezíti homogén agglomerátumok mesterséges előállítását. Ugyanis a szelektív szétválasztás egyetlen elméleti lehetősége egy olyan flokkuláns alkalmazása lenne, amely az azonos ásványfajta szemcséit kapcsolná össze nagyobb agglomerátummá. Az így „megnövekedett” szemcsék gravitációsan szétválaszthatók volnának. Bár ilyen flokkulációt nem zárhatunk ki teljesen, ennek kidolgozása igen nehéz feladat a szemcsék rendkívül kis mérete miatt. Ez ugyanis azt hozza magával, hogy a felületi erők oly rendkívüli módon megnövekednek, hogy elfedik az egyes ásványok közötti egyébként sem jelentős eltérésekből adódó különbségeket. Ily módon a flokkuláló szerek mindig a teljes rendszert s nem az egyes ásványfajtákat szelektíve flokkulálják.

Mindezek a megállapítások természetesen a vizsgált bauxitra vonatkoznak ugyan, de eddigi nagy vizsgálati anyagra támaszkodó tapasztalataink szerint lényeges különbség a különböző bauxitok között nem várható. Kisebb szemcseeloszlási ingadozásokkal talákoztunk, ezek azonban sohasem elegendően nagyok ahhoz, hogy előbbi megállapításainkat lényegesen módosíthatnák.