GEOLOGISCHE
LANDESAUFNAHME

BEITRÄGE ZUR GEOLOGIE DER SCHWEIZ
KLEINERE MITTEILUNGEN

Nr. 54

Zur Korngrössenfraktionierung tonreicher Sedimente

von

M. MÜLLER-VONMOOS

BUCHDRUCKEREI UND VERLAG LEEMANN AG. 8034 ZÜRICH
1971 – KOMMISSIONSVERLAG: KÜMMERLY & FREY, BERN

Vorwort der Schweizerischen Geotechnischen Kommission

Herr Dr. M. Müller legte der Kommission ein Manuskript „Zur Korngrößenfraktionierung tonreicher Sedimente" vor. Die Arbeit befasst sich unter anderem mit dem für die Grobkeramik und für Dichtungsmaterial wichtigen Opalinuston. Die Kommission nahm die Arbeit für die „Kleineren Mitteilungen" entgegen und dankt dem Autor vielmals für seine interessante Untersuchung.

Für den Inhalt von Text und Figuren ist der Autor allein verantwortlich.

Zürich, September 1971.

Der Präsident der
Schweiz. Geotechnischen Kommission

Prof. F. DE QUERVAIN

Erscheint gleichzeitig in
„Schweizerische Mineralogische und Petrographische Mitteilungen"
Band 51, Heft 1, 1971

Zur Korngrössenfraktionierung tonreicher Sedimente*)

Von *Max Müller-Vonmoos* (Zürich)**)

Mit 3 Figuren und 4 Tabellen im Text

Abstract

The paper describes methods for grain-size fractionation which have been in routine use in our laboratory for a number of years and have been found to be very satisfactory. The samples are dried at room temperature and broken < 2 mm. Ultrasonic frequency of 20 kHz is used for dispersion. The optimal conditions for ultrasonic treatment can be found by varying the time and amplitude. After wet sieving at 63 μ separation is carried out at 20, 10, 5 and 2 μ by elutriation in a modified Kopecky apparatus. The separation of a 5 g sample takes approximately 2 days. The results obtained from fractionation of carbonate-free samples agree well with those obtained by pipette analysis. The fraction smaller 2 μ is separated at 1, 0,5, 0,2, 0,1 and 0,05 μ by centrifugation using the two-layer method. However this method can only be used for the fractionation of clays with a high charge density, particularly bentonites. In most cases separation at 1, 0,5 and 0,2 μ is carried out by repeated centrifugation and decantation.

EINLEITUNG

Korngrössenfraktionierungen gehören zu den Routinearbeiten sedimentpetrographischer Untersuchungen. Sie geben einen Einblick in den Kornaufbau der Sedimente und erleichtern die mineralische Analyse in den meisten Fällen ganz wesentlich.

Korngrössenfraktionierungen sind sehr arbeitsaufwendig. Bei bodenmechanischen Untersuchungen hatten wir immer häufiger den Kornaufbau und die mineralische, besonders tonmineralische Zusammensetzung tonreicher Proben zu untersuchen. Deshalb mussten routinemässig anwendbare Methoden mit einem möglichst geringen Arbeitsaufwand ausgearbeitet werden.

---

*) Erscheint gleichzeitig als „Beiträge zur Geologie der Schweiz, Kleinere Mitteilungen Nr. 54".

**) Institut für Kristallographie und Petrographie und Institut für Grundbau und Bodenmechanik der ETH, Zürich.

Bei den üblichen Korngrössenfraktionierungen liegt die unterste Fraktionsgrenze bei 2 μ. Zur Beurteilung der physikalischen Eigenschaften tonreicher Proben, besonders der im Erdbau häufig verwendeten Bentonite, genügt aber die Angabe des Anteils $< 2\,\mu$ nicht. Wir prüften deshalb Möglichkeiten der Korngrössenfraktionierung unter 2 μ.

In der vorliegenden Arbeit werden Methoden der Korngrössenfraktionierung, die in unserem Labor seit mehreren Jahren routinemässig angewendet werden und sich bestens bewährt haben, mitgeteilt.

MATERIAL

Fluka-Quarz < 63 μ

Fluka-Quarz, pulv., 99,8%. Anteil $> 63\,\mu$ nach Beschallung (3 Min., Amplitude 28 μ) abgetrennt.

China Clay Supreme

Nahezu reiner Kaolinit. English China Clays Sales Co. Ltd., St. Austell, England.

G-Ton

Leicht dispergierbarer, sehr feinkörniger, illitreicher Ton. Pfälzische Chamotte- und Tonwerke, Schiffer und Kircher GmbH, D-6719 Eisenberg-Pfalz.

Engobeton

Gemahlener G-Ton.

Unverwitterter Opalinuston Holderbank

Sammelprobe aus der Grube der Tonwarenfabrik Holderbank AG, Landeskarte der Schweiz: 655.10/254.02.

Verwitterter Opalinuston Holderbank

Grube der Tonwarenfabrik Holderbank AG.

Opalinuston Kreuzlingen

Die Probe stammt aus einer Bohrung der Aktiengesellschaft für Schweizerisches Erdöl und wurde uns freundlicherweise von Herrn Dr. U. P. Büchi zur Verfügung gestellt. Landeskarte der Schweiz: 729.201/276.169. Tiefe der Probenentnahme 2174 m.

Wyoming Bentonit

Volclay der Firma C. G. Meier-Gaissert, Zürich.

METHODEN UND ERGEBNISSE

Dispergierung

Alle Proben werden bei Raumtemperatur getrocknet und < 2 mm gebrochen. 5 g < 2 mm werden in 50 cm^3 0,01-proz. Natriumhexametaphosphat beschallt. Dazu verwendet man ein Ultraschall-Gerät der Firma Schoeller (Frankfurt a. M.). Es besteht aus dem Generator zur Erzeugung der Hochfrequenzwechselspannung, dem magnetostriktiven Geber zur Umwandlung der Spannung in mechanische Schwingungen der Frequenz 20 kHz und dem Koppelschwinger zur Übertragung der Schwingungen auf die verschiedenen Exponentialvorsätze. Die Amplitude kann im Bereich von 9 bis 34 μ verändert werden. Nach Angaben des Herstellers hat das Gerät eine Leistung von 700 bis 800 Watt. Die kreisförmige Abstrahlfläche des Exponentialvorsatzes hat einen Durchmesser von 3 cm. Die Suspension wird in einem 100-cm^3-Becherglas beschallt. Während der Beschallung wird gekühlt. Die optimale Beschallungsenergie kann durch Veränderung der Beschallungszeit und Amplitude bestimmt werden (Fig. 1). Normalerweise genügt eine Beschallung während 6 Min. mit einer Amplitude von 28 μ ($28 \cdot 10^{-4}$ $cm^2 \cdot sec$).

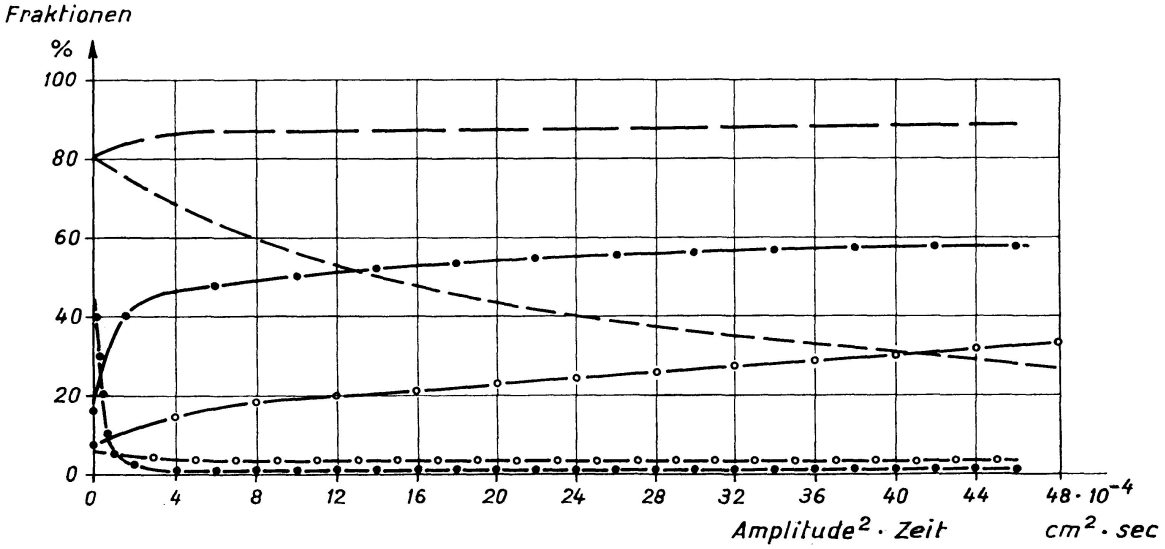

Fig. 1. Anteil > 63 μ und < 2 μ von Engobeton, unverwittertem Opalinuston Holderbank und Opalinuston Kreuzlingen in Abhängigkeit der Beschallungsenergie. Frequenz 20 kHz.

-o-o-o- Engobeton, > 63 μ
— — — — Engobeton, < 2 μ
-●-●-●- unverwitterter Opalinuston Holderbank, > 63 μ
—●—●— unverwitterter Opalinuston Holderbank, < 2 μ
- - - - - - - Opalinuston Kreuzlingen, > 63 μ
—o—o— Opalinuston Kreuzlingen, < 2 μ

Nasse Siebung und Schlämmung

Die beschallte Probe wird bei 63 μ nass gesiebt und dann im Schlämmapparat (Fig. 2) bei 20, 10, 5 und 2 μ getrennt.

Der Schlämmapparat besteht aus einem Vorratsbehälter für 60 Liter Dispergierungsmittel, einem Niveauregler, einem 500-cm³-Erlenmeyer mit Trichter zum Einfüllen der Suspension, den vier Schlämmzylindern mit Innendurchmesser 25, 50, 100 und 250 mm und einem in der Neigung verstellbaren

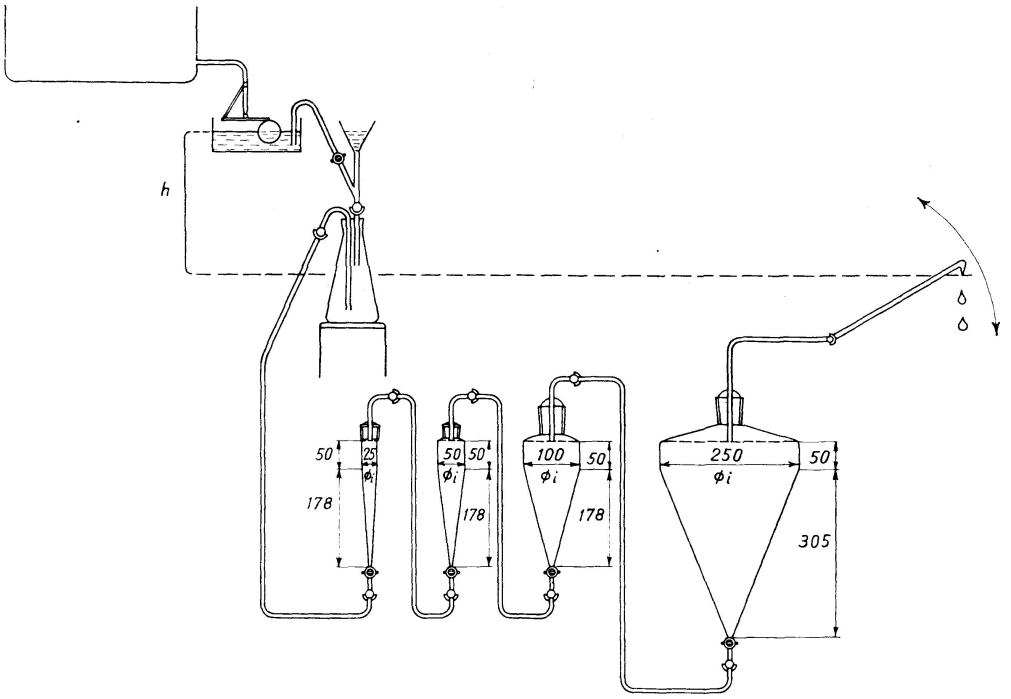

Fig. 2. Schlämmapparat zur Gewinnung der Fraktionen 63–20, 20–10, 10–5, 5–2 und <2 μ.

Ausflussrohr. Die Verbindungsrohre haben einen Innendurchmesser von 2 mm. Nach Füllen der Apparatur mit dem Dispergierungsmittel, meist 0,01-proz. Natriumhexametaphosphat, wird die Suspension (< 63 μ) bei laufendem Rührwerk (Magnetrührer im 500-cm³-Erlenmeyer) durch den Trichter in den Erlenmeyer gegeben. Es wird ein Durchfluss von 11,6 cm³/Min. eingestellt. Nach 24 Std. ist die Fraktionierung in den ersten drei Zylindern abgeschlossen. Nach weiteren 24 Std. ist auch die Trennung im vierten Zylinder beendet. Der Anteil < 2 μ (30–40 l) wird mit 30 g NaCl pro Liter Suspension ausgeflockt. Nach Stehenlassen über Nacht kann man die klare, überstehende Lösung abhebern und nach Zentrifugieren den Rest der Lösung abgiessen. Zur Umwandlung des Anteils < 2 μ in die Ca^{2+}-Form werden 250 cm³ 4-proz. $CaCl_2$ zugegeben und es wird eine Stunde geschüttelt. Nach Stehenlassen über Nacht wird zentrifugiert und die überstehende, klare Lösung abgegossen. Durch wiederholte Zugabe von entsalzenem Wasser, Zentrifugieren und Dekantieren wird die

Tonfraktion gewaschen, bis sie frei von Chlorionen (Nachweis mit $AgNO_3$) ist, gefriergetrocknet und gewogen. Die Fraktionen $> 5\ \mu$ werden zweimal in entsalzenem Wasser und 2–3mal in Azeton gewaschen, bei Raumtemperatur getrocknet und gewogen. Die Fraktion 5–2 μ wird zweimal in entsalzenem Wasser gewaschen und nach Trocknung bei 50° gewogen. Der Anteil der Fraktionen wird in Prozent der auf Ofentrocknung (105°) umgerechneten Einwaage angegeben. In der folgenden Tabelle sind einige Beispiele für die Korngrössenfraktionierung durch nasse Siebung und Schlämmung wiedergegeben.

Tabelle 1. *Korngrössenfraktionierung von Engobeton und G-Ton durch nasse Siebung und Schlämmung. Beschallung 6 Min., Amplitude 28 μ*

Probe	$>63\ \mu$	63–20 μ	20–10 μ	10–5 μ	5–2 μ	$<2\ \mu$	Summe der Fraktionen
	%	%	%	%	%	%	%
Engobeton	2,9	0,8	1,1	1,3	4,0	87,3	97,4
Engobeton	2,8	0,6	0,9	3,0	3,9	86,2	97,4
G-Ton	3,2	0,8	1,2	2,0	3,3	87,5	98,0

Vergleichsweise wurde die Körnung von Fluka-Quarz $< 63\ \mu$ durch Schlämmung und Pipetten-Analyse bestimmt.

Tabelle 2. *Körnung von Fluka-Quarz $< 63\ \mu$ nach Schlämmung und Pipetten-Analyse. Beschallung 6 Min., Amplitude 28 μ*

	63–20 μ	20–10 μ	10–5 μ	5–2 μ	$<2\ \mu$
	%	%	%	%	%
Schlämmapparat I	49,5	22,0	11,6	8,3	8,6*
Schlämmapparat II	51,8	19,8	11,5	8,1	8,8*
Pipetten-Apparat 1	50,7*	22,6	12,3	7,2	7,2
Pipetten-Apparat 2	50,4*	22,9	12,4	6,5	7,8
Pipetten-Apparat 3	50,3*	22,3	12,2	7,2	8,0

* als Differenz

Korngrössenfraktionierung unter 2 μ

Zur Korngrössenfraktionierung unter 2 μ werden Ausschwingzentrifugen verwendet, und die Tonfraktion muss in die Na^+-Form umgewandelt werden. Dazu wird die Probe in 50 cm^3 entsalzenem Wasser 3 Min. mit einer Amplitude von 28 μ beschallt und über Nacht mit einem auf die Austauschkapazität der eingewogenen Tonfraktion bezogenen 10fachen Überschuss an Dowex 50-W-X8-Na^+ (20 bis 50 mesh) geschüttelt. Nach Abtrennung des Ionenaustauschers durch nasse Siebung (63-μ-Sieb) wird die Probe gefriergetrocknet.

Tone mit hoher Ladungsdichte, vorwiegend Bentonite, können durch Zentrifugieren nach Überschichtung fraktioniert werden.

Fraktionierung durch Zentrifugieren nach Überschichtung

1 g der in der Na^+-Form vorliegenden, gefriergetrockneten Tonfraktion wird in 50 cm³ entsalzenem Wasser 3 Min. mit einer Amplitude von 28 μ beschallt. Die Suspension wird mit entsalzenem Wasser auf 100 cm³ aufgefüllt, und es werden unter Rühren und Kühlen 67 cm³ Azeton portionsweise zugegeben. Je 10 cm³ dieser Ton-Wasser-Azeton-Suspension werden in 100-cm³-Zentrifugengläsern auf 90 cm³ entsalztes Wasser überschichtet. Dabei tropft die Suspension auf eine auf dem Wasser schwimmende Kunststoffscheibe. Zur genauen Bestimmung des Tongehaltes der überschichteten Suspension werden zu Beginn und am Ende der Überschichtung einer Serie (6 Gläser) je 2mal 10 cm³ aus der Bürette in tarierte Wägegläschen gefüllt und der Rückstand nach Ofentrocknung (105°) bestimmt. Nach Zentrifugieren bei 1000 bzw. 2000 RPM werden die Fraktionen aus den berechneten Tiefen vorsichtig abgesaugt und ihr Anteil durch Wägung nach Ofentrocknung bestimmt. Zentrifugierzeit und Entnahmetiefe werden nach folgender Formel berechnet (vgl. Baver, 1956):

$$t = \frac{\eta \log \frac{X_3}{X_2}}{3{,}81\, r^2 N^2 (D-d)},$$

η	Viskosität	0,01	Poise
X_3	grosser Radius (Fig. 3)	20,3	cm
X_2	kleiner Radius	12,3	cm
r	Teilchenradius		cm
N	Umdrehungen der Zentrifuge		RPS
D	Dichte der Teilchen	2,60	g/cm³
d	Dichte der Flüssigkeit	1,00	g/cm³

Anlauf und Auslauf der Zentrifuge für 1000 bzw. 2000 RPM werden mit einem Stroboskop gemessen und in Abhängigkeit der Zeit aufgetragen. Die Zentrifugierzeit (einschliesslich An- und Auslauf) wird graphisch bestimmt.

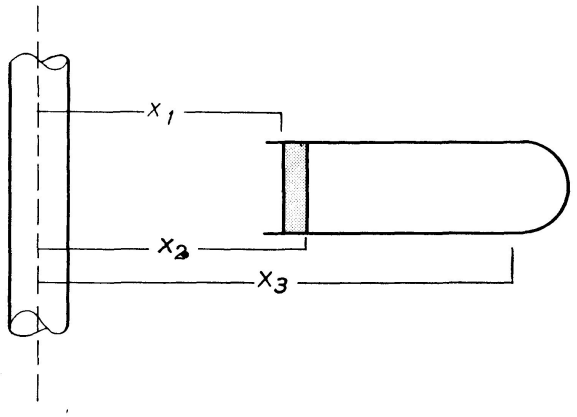

Fig. 3. Schematische Darstellung der Überschichtung. Massstab 1 : 4.

Als Beispiel werden die Ergebnisse der Fraktionierung von Wyoming-Bentonit angeführt.

Tabelle 3. *Zwei Fraktionierungen von Wyoming-Bentonit nach der Überschichtungsmethode*

1000 RPM

2–1 μ	1–0,5 μ	0,5–0,2 μ	$<0{,}2\ \mu$	Summe der Fraktionen
%	%	%	%	%
8,5	11,0	7,3	68,0	94,8
9,5	11,6	8,0	67,0	96,1

2000 RPM

$>0{,}2\ \mu$	$<0{,}2\ \mu$	0,2–0,1 μ	0,1–0,05 μ	$<0{,}05\ \mu$	Summe der Fraktionen
%	%	%	%	%	%
30,1	67,7	22,2	9,5	36,0	97,8
29,4	68,4	20,7	10,2	37,5	97,8

Bei der Fraktionierung von China Clay war der Anteil $< 0{,}2\ \mu$ nach der 2000-RPM-Trennung immer deutlich kleiner als nach der 1000-RPM-Trennung. Das deutete auf eine Instabilität der Ton-Suspension bei der Fraktionierung nach Überschichtung. Deshalb wurde die Methode wie folgt abgeändert:

1. Der Ton-Gehalt der Ton-Wasser-Azeton-Suspension wurde um die Hälfte verringert.
2. Der Azeton-Gehalt der Ton-Wasser-Azeton-Suspension wurde um die Hälfte verringert.
3. 1 g $< 2\ \mu$ wurde in 167 cm³ entsalztem Wasser dispergiert und auf folgende Lösungen überschichtet:
   a) 450 g Harnstoff in einem Liter der wässrigen Lösung.
   b) 225 g Harnstoff in einem Liter der wässrigen Lösung.
   c) 225 g Zucker in einem Liter der wässrigen Lösung.
   d) 112 g Zucker in einem Liter der wässrigen Lösung.
   e) 4 Volumenteile Wasser und 1 Volumenteil Glyzerin.
   f) 9 Volumenteile Wasser und 1 Volumenteil Glyzerin.

Fraktionierung durch wiederholtes Zentrifugieren und Dekantieren

0,9 g der in der Na^+-Form vorliegenden, gefriergetrockneten Tonfraktion werden in 50 cm³ einer verdünnten Natronlauge (pH 10) 3 Min. mit einer Amplitude von 28 μ beschallt. Man giesst die beschallte Suspension in einen 100-cm³-Zentrifugenbecher und füllt mit verdünnter Natronlauge bis X_2 (Fig. 3) auf. Die Suspension wird gut durchmischt und zur Abtrennung der Fraktion $< 0{,}2\ \mu$ mit 3000 RPM zentrifugiert. Die Zentrifugierzeit wird wie oben angegeben bestimmt. Nach Abhebern von X_2 nach X_3 wird wieder mit

verdünnter Natronlauge auf X_2 aufgefüllt, aufgeschüttelt, zentrifugiert und dekantiert, bis die abgeheberte Suspension, deren Trübung laufend mit einem Kolorimeter (430 mμ) gemessen wird, nahezu klar ist. Zur Gewinnung der Fraktionen 0,2–0,5 μ bzw. 0,5–1 und 1–2 μ wird mit 2000 bzw. 1000 RPM zentrifugiert. Zur Gewinnung der Fraktionen wird pro 100 cm^3 Suspension 1 cm^3 10-proz. $CaCl_2$ zugegeben. Die Suspension wird zum Sieden erhitzt und dann zum Abkühlen stehen gelassen. Dabei flockt der Ton aus. Die klare, überstehende Lösung wird abgehebert und die Fraktionen werden durch eine einmalige Zugabe einer Lösung von Wasser-Azeton 1 : 1 ($^V/_V$) und zweimaliges Zugeben von Azeton, anschliessendes Zentrifugieren und Abhebern frei von Chlorionen gewaschen. Der Anteil der Fraktionen wird nach Ofentrocknung durch Wägung bestimmt. Als Beispiel werden die Ergebnisse der Fraktionierung von China Clay, G-Ton und Opalinuston Holderbank angegeben.

Tabelle 4. *Fraktionierung von China Clay, G-Ton und Opalinuston Holderbank durch wiederholtes Zentrifugieren und Dekantieren*

Probe	2–1 μ %	1–0,5 μ %	0,5–0,2 μ %	< 0,2 μ %	Summe der Fraktionen %
China Clay	13,9	27,0	47,3	11,1	99,3
China Clay	13,6	25,9	49,7	10,4	99,6
G-Ton	4,1	2,4	12,9	78,0	97,4
G-Ton	4,0	2,2	13,3	79,5	99,0
verwitterter Opalinuston Holderbank	16,7	9,6	18,8	53,3	98,4
verwitterter Opalinuston Holderbank	17,2	9,6	19,4	51,4	97,6
unverwitterter Opalinuston Holderbank	19,7	11,7	18,6	48,5	98,5
unverwitterter Opalinuston Holderbank	19,4	12,3	19,3	48,4	99,4

DISKUSSION

Beim Ultrabeschallen von Flüssigkeiten werden durch Wellen hoher Frequenz (> 16 kHz) Druck-Zug-Spannungen erzeugt. Es bilden sich Vakuumbläschen, die sofort wieder implosionsartig zerfallen (Kavitation). Die Flüssigkeit wird durchmischt und entgast. Die dispergierende Wirkung der Beschallung von Suspensionen beruht auf der mechanischen Beanspruchung der suspendierten Teilchen durch Druck und Zug, der Durchmischung und Entgasung der Suspension und damit der besseren Benetzung der Teilchen. Angeregt durch die Arbeiten von MATTIAT (1962 und 1964), wird in unserem Labor Ultraschall zur Dispergierung feinkörniger Proben seit mehreren Jahren verwendet. Dabei konnte man die von EDWARDS und BREMNER (1967) gemachte Beobachtung, nach der durch Beschallen sedimentationsstabile Suspensionen

auch ohne Zusatz von Dispergiersalzen wie Natriumpyrophosphat und Natriumhexametaphosphat erhalten werden, weitgehend bestätigen. Das trifft aber nicht für alle Proben zu. Deshalb wird normalerweise in 0,01-proz. Natriumhexametaphosphat dispergiert. Röntgenographische Korngrössenvergleiche und die Bestimmung der Kationenaustauschkapazität von unbeschallten und sehr stark beschallten (12 Min., Amplitude 34 μ) Engobeton-Suspensionen bestätigten die von MATTIAT (1964) und anderen gemachten Beobachtungen, nach denen bei der Dispergierung mit Frequenzen von etwa 20 kHz die Korngrösse der Einzelkörner kaum verändert wird. In wässrigen Ton-Suspensionen liegt die Wellenlänge bei einer Frequenz von 20 kHz in der Grössenordnung von einigen Zentimetern. Will man Einzelkörner zerkleinern, muss die Wellenlänge etwa gleich dem Teilchendurchmesser sein, d. h. für Teilchen mit Durchmessern unter 60 μ wären Frequenzen von einigen Megahertz nötig. Die dispergierende Wirkung niedriger Ultraschallfrequenzen beruht fast ausschliesslich auf der Wirkung der Kavitation, d. h. vor allem auf der weitgehenden Benetzung und Rehydratation der Tonteilchen und dem Auseinanderbrechen von Aggregaten entlang Schwächezonen durch Druck-Zug-Spannungen.

Die optimalen Beschallungsbedingungen, d. h. Beschallungszeit und Amplitude, hängen vor allem von der Stabilität der Aggregate ab. Sie können experimentell bestimmt werden (Fig. 1). Bei den meisten Proben erreicht man nahezu vollständige Dispergierung durch Beschallung während 6 Min. mit einer Amplitude von 28 μ ($28 \cdot 10^{-4}$ cm^{2}sec). Im Engobeton fehlen Aggregate mit Kittsubstanzen wie organisches Material, Karbonate und Sesquioxyde. Die Einzelkörner werden in der lufttrockenen Probe vor allem durch die weitgehend entwässerten Tonminerale zusammengehalten. Die Herstellung der Einzelkornverteilung ist deshalb vor allem eine Frage der Benetzung bzw. Rehydratation der Tonteilchen. Wie aus Figur 1 zu sehen ist, braucht man dazu nur kleine Beschallungsenergien. Im unverwitterten Opalinuston Holderbank werden die Einzelkörner in den Aggregaten vorwiegend durch Kalzitbrücken zusammengehalten (MÜLLER-VONMOOS und JENNY, 1970). Der grösste Teil dieser Kalzitbrücken wird bereits mit kleinen Beschallungsenergien aufgebrochen. Nahezu vollständige Einzelkornverteilung erreicht man aber erst bei etwa $28 \cdot 10^{-4}$ cm^{2}sec, d. h. einer Beschallung während 6 Min. mit einer Amplitude von 28 μ. Der Opalinuston Kreuzlingen liess sich durch Beschallung nicht vollständig dispergieren. Die Probe wurde aus einer Bohrung in 2174 m entnommen und war stark konsolidiert. Die Einzelkornverteilung liess sich nur durch Kombination von Beschallung und chemischer Dispergierung, vor allem Einlegen in konzentrierte Hydrazinlösung (WEISS und Mitarbeiter, 1963), erreichen.

Nach Abtrennung der Fraktion $> 63\ \mu$ durch nasse Siebung werden die Proben im Schlämmapparat (Fig. 2) fraktioniert. Dabei durchströmt das Dispergierungsmittel die Trennzylinder von unten nach oben. Teilchen, deren

Fallgeschwindigkeit gleich der Strömungsgeschwindigkeit des Dispergierungsmittels ist, bleiben in Schwebe; gröbere Teilchen sinken ab, feinere werden in den nächsten Zylinder gespült. Ähnliche Geräte, vor allem der Schlämmapparat nach Kopecky, werden seit über 50 Jahren für Korngrössentrennungen verwendet (KRUMBEIN und PETTIJOHN, 1938). Dabei liegt der Grenzdurchmesser der Fraktionen meist zwischen 0,1 und 0,02 mm (GESSNER, 1931). Zur Gewinnung der Tonfraktion ($< 2\ \mu$) sind diese Geräte nicht geeignet.

1966 veröffentlichten BEAVERS und JONES einen modifizierten Kopecky-Schlämmapparat, mit dem 5-g-Proben in etwa 48 Std. bei 20, 10, 5 und $2\ \mu$ aufgetrennt werden können. Eigene Untersuchungen mit einem solchen Gerät machten verschiedene Änderungen notwendig und führten zu dem in Figur 2 abgebildeten Gerät, das sich bei routinemässigen Korngrössenfraktionierungen sehr bewährt hat. Gewöhnlich wird der Schlämmapparat nachmittags mit dem Dispergierungsmittel, meist 0,01-proz. Natriumhexametaphosphat, gefüllt. Liegt dessen Temperatur deutlich unter der Raumtemperatur, scheiden sich beim Erwärmen an den Wänden Bläschen ab. Deshalb wird das Dispergierungsmittel beim Einfüllen im Durchfluss auf etwa 25° erwärmt. Am nächsten Morgen wird ein Durchfluss von 11,6 cm^3/Min. eingestellt. Dieser Wert sinkt jedoch nach Einfüllen der Probe zunächst ab. Erst nach einigen Stunden wird wieder ein Durchfluss von 11,6 cm^3/Min. erreicht. Dieser Wert muss am Spätnachmittag kontrolliert werden. Die Strömungsgeschwindigkeit in den Zylindern beträgt 0,036, 0,009, 0,0022 und 0,00036 cm/sec. Bei Annahme eines mittleren spezifischen Gewichtes der Teilchen von 2,65 g/cm^3 liegen die Grenzdurchmesser bei 20, 10, 5 und $2\ \mu$. Nach 24 Std. ist die Trennung in den drei ersten Zylindern abgeschlossen. Der vierte Zylinder wird dann direkt mit dem Erlenmeyer verbunden und nach weiteren 24 Std. ist auch die Tonfraktion abgetrennt. Um reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten, darf vor allem keine Turbulenz auftreten. Derartige Störungen können vor allem im grössten Zylinder bei einseitiger Erwärmung, z. B. durch Sonnenbestahlung, vorkommen. Besonders beim vierten Zylinder ist auch auf einen möglichst allmählichen Übergang von der Bohrung des Hahnes in den konischen Teil zu achten. Andernfalls löst sich der Strahl von der Wand ab und steigt pendelnd in der Achse des Zylinders auf. Das geschieht besonders leicht bei niederviskosen Suspensionen, also bei der Fraktionierung tonarmer Proben. Wie Versuche mit gefärbten Lösungen gezeigt haben, lassen sich solche Störungen leicht durch Einwerfen einer etwa 6 mm grossen Glaskugel beheben. Die Kugel schwebt im eintretenden Strahl über der Bohrung des Hahnes und bedingt laminares Strömen über den ganzen Zylinderquerschnitt, deutlich erkennbar vor allem an der horizontalen, langsam aufsteigenden, scharf begrenzten Front. Für Routineuntersuchungen wird 0,01-proz. Natriumhexametaphosphat als Dispergierungsmittel verwendet. Trotzdem kommt es manchmal zu Koagulationserscheinungen. Diese Flockungen lassen sich dann immer nur im unter-

sten Abschnitt der Zylinder beobachten, wenn die Trennungen schon weit fortgeschritten sind. Je häufiger die Teilchen in den Bereich des eintretenden Strahles absinken und einander berühren, desto mehr neigen sie dazu, aneinander haften zu bleiben. Bei der Verwendung von Natriumhexametaphosphat darf die Tonfraktion wegen der Bildung schwerlöslicher Phosphate nicht mit Ca^{2+}-Ionen ausgeflockt werden. Bei der Fraktionierung karbonatfreier Proben erhält man gut reproduzierbare Ergebnisse und hohe Ausbeuten (Tab. 1). Die Kornverteilung nach Fraktionierung im Schlämmapparat stimmt gut mit den Ergebnissen der Pipetten-Analyse überein (Tab. 2).

Korngrössenfraktionierungen bis 2 μ gehören zu den Routineuntersuchungen sedimentpetrographischer, besonders tonmineralischer Untersuchungen. Die allgemein übliche Auftrennung in Atterberg-Zylindern ist sehr zeitraubend und arbeitsaufwendig (MÜLLER, 1964). Demgegenüber bringt die Korngrössenfraktionierung im Schlämmapparat ganz enorme Einsparungen an Arbeit und Zeit, man erhält besser getrennte Fraktionen und wesentlich sauberere Einzelkörner.

Zur Beurteilung der physikalischen Eigenschaften tonreicher Proben, besonders der im Erdbau häufig verwendeten Bentonite, genügt die Bestimmung des Tongehaltes nicht. Wichtig sind vor allem Angaben über die Kornverteilung unter 2 μ. Am schnellsten und mit dem geringsten Arbeitsaufwand erhält man sie mit der Überschichtungsmethode (MARSHALL, 1930; 1931; BAVER, 1956). Nach unseren Untersuchungen können aber nur Tone mit einer hohen Ladungsdichte, vor allem Bentonite, mit dieser Methode fraktioniert werden. Die ausschlaggebende Rolle scheint dabei die Sedimentationsstabilität zu spielen, vor allem im Grenzgebiet der beiden Flüssigkeiten. Sedimentationsstabilität besteht, wenn die Ausbeute ein und derselben Fraktion bei verschiedenen Tourenzahlen gleich ist. So wurde bei der Fraktionierung von Wyoming-Bentonit der Anteil $< 0{,}2\ \mu$ bei 1000 RPM mit 68,0 und 67,0% und bei 2000 RPM mit 67,7 und 68,4% bestimmt (Tab. 3). Solche Übereinstimmungen konnten bei der Fraktionierung von China Clay nie erreicht werden. Immer war bei 2000 RPM der Anteil $< 0{,}2$ deutlich kleiner und $> 0{,}2\ \mu$ entsprechend grösser, als bei der 1000-RPM-Trennung. Das änderte sich auch nicht wesentlich, wenn man den Azeton- bzw. Ton-Gehalt verringerte oder, wie MARSHALL das getan hat, eine wässrige Ton-Suspension auf Glyzerin- bzw. Zucker-Lösungen überschichtete. In den meisten Fällen konnte man schon wenige Minuten nach der Überschichtung feststellen, ob während der Trennung Sedimentationsstabilität zu erwarten war. Bildeten sich durch absinkende Teilchen bzw. Aggregate an der Grenzfläche beider Flüssigkeiten Fäden, sogenannte „Streamer" (MARSHALL, 1931), deutete das auf Instabilität. Solche „Streamer" konnten bei Bentonit-Suspensionen nie festgestellt werden. Der Übergang bei X_2 (Fig. 3) war immer scharf. Die gute Reproduzierbarkeit einer Fraktionierung, d. h. die Wiederholung bei gleicher Tourenzahl, ist nicht unbedingt ein

Beweis für Sedimentationsstabilität während der Trennung. Gut reproduzierbare Ergebnisse wurden auch bei der Fraktionierung von China Clay erhalten.

Die meisten Tone müssen durch wiederholtes Zentrifugieren und Dekantieren getrennt werden (Tab. 4). Solche Trennungen sind weniger heikel als die Überschichtungsmethode, dauern aber wesentlich länger. Zur Abtrennung einer Fraktion benötigt man bis zu 15 Wiederholungen, in Ausnahmefällen sogar mehr. Dabei sind Trübungsmessungen sehr nützlich. Sie erlauben nicht nur festzustellen, wann man zur Abtrennung der nächst gröberen Fraktion übergehen kann, sondern lassen auch Unregelmässigkeiten in der Sedimentationsstabilität der Suspensionen erkennen. In unserer Zentrifuge betrug die Fallzeit für Teilchen mit einem Äquivalentdurchmesser von 0,1 μ bei 5000 RPM etwa 35 Min. Höhere Tourenzahlen lassen sich mit 4 mal 100-cm^3-Ausschwingköpfen nicht erreichen. Deshalb kommen Trennungen bei 0,05 μ wegen des grossen Zeitaufwandes nicht in Frage. Verglichen mit den Ergebnissen der Fraktionierung von Bentoniten mit der Überschichtungsmethode war der Anteil $< 0{,}2\ \mu$ bei Trennungen durch wiederholtes Zentrifugieren und Dekantieren meist einige Prozente höher. Möglicherweise ist das auf das wiederholte Aufschütteln der Suspension zurückzuführen, und es kann angenommen werden, dass die Kornverteilung der gequollenen Na^+-Montmorillonit-Teilchen dadurch stärker verändert wird, als die Kornverteilung der meisten anderen Tonmineralien.

Früher verwendeten wir auch Durchlaufzentrifugen für Korngrössenfraktionierungen, wie sie von JASMUND (1948) und anderen benutzt wurden. Solche Zentrifugen lassen sich unter 20000 RPM nicht mehr genau regulieren und sind deshalb nur für Trennungen unter 0,2 μ brauchbar. Quantitative Fraktionierungen sind sehr schwierig und zeitraubend (BAVER, 1956). Vor allem müssen grosse Mengen Suspension aufgearbeitet werden. Beim Eintritt in den Trennzylinder wird der Strahl durch ein Kreuz, das sich mit hohen Tourenzahlen dreht, verteilt, und es ist denkbar, dass dabei Einzelkörner zertrümmert werden. Zudem hatten wir immer apparative Schwierigkeiten, vor allem mit den Lagern. Aus diesen Gründen sind wir von der Anwendung von Durchlaufzentrifugen für Korngrössenfraktionierungen abgekommen.

Wir danken Herrn Prof. Dr. R. Bach, Institut für Agrikulturchemie der ETH Zürich, und seinen Mitarbeitern für anregende Diskussionen. Frau I. Reichenbach, Frau E. De Zordi und Herrn A. Rub danken wir für ihre Mitarbeit, besonders für die sorgfältige Ausführung der Versuche.

LITERATUR

BAVER, L. D. (1956): Soil Physics, 3rd Ed., Wiley, N. Y.

BEAVERS, A. H. and JONES, R. L. (1966): Elutriator for Fractionating Silt. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. 30.

EDWARDS, A. P. and BREMNER, J. M. (1967): Dispersion of Soil Particles by Sonic Vibration. J. Soil Sci. 18.

GESSNER, H. (1931): Die Schlämmanalyse. Akademische Verlagsgesellschaft, Leipzig.

JASMUND, K. (1948): Abtrennung und Bestimmung von kolloidalen Kornklassen mit einer Durchlaufzentrifuge. Heidelb. Beitr. Mineral. Petrogr. 1.

KRUMBEIN, W. C. and PETTIJOHN, F. J. (1938): Manual of Sedimentary Petrography. Appleton-Century Comp., N. Y.

MARSHALL, C. E. (1930): A New Method of Determining the Distribution Curve of Polydisperse Colloidal Systems. Proc. Roy. Soc. A, 126.

MARSHALL, C. E. (1931): Studies in the Degree of Dispersion of Clays. J. Soc. Chem. Ind. 50.

MATTIAT, B. (1962): Ein neuer Weg zur Aufbereitung diagenetisch verfestigter, bituminöser Tone (Tonsteine). Geol. Jb. 79.

MATTIAT, B. (1964): Methodische Verbesserungen bei der routinemässigen Schlämmanalyse von Ton- und Bodenproben. Beitr. Mineral. Petrogr. 10.

MÜLLER, G. (1964): Sediment-Petrologie, Teil 1. Methoden der Sediment- Untersuchung. Schweizerbart'sche Verlagsbuchhandlung, Stuttgart.

MÜLLER-VONMOOS, M. und JENNY, F. (1970): Einfluss der Beschallung auf Körnung, rheologische Eigenschaften, Sedimentationsverhalten und Injizierbarkeit wässriger Opalit-Suspensionen. Schweiz. Mineral. Petrogr. Mitt. 50.

WEISS, A., THIELEPAPE, W., GÖRING, G., RITTER, W. und SCHÄFER, H. (1963): Kaolinit-Einlagerungsverbindungen. Internat. Clay Conf. 1963, Pergamon Press, N. Y.

Manuskript eingegangen am 14. November 1970.