

Methodik

Die röntgenographische Phasenanalyse der Rohstoffprobe wurde mit einem Röntgendiffraktometer D 5000 der Firma Siemens unter folgenden Bedingungen durchgeführt:

	<u>Pulveraufnahme</u>	<u>Texturaufnahme</u>
Spannung	40 kV	40 kV
Stromstärke	30 mA	30 mA
variable Divergenzblende	V 20	V 20
Zählrohrblende	0,2 mm	0,2 mm
Schrittgröße	0,01°	0,02°
Schrittzeit	2,0 sec	4,0 sec
Strahlung CuK _α	WL 1,5406 Å	WL 1,5406 Å

Für die Pulveraufnahme wurde das Material bis zur Gewichtskonstanz bei 80°C getrocknet. Die Probe wurde dann im Achatmörser < 32 µm gemörsert und gesiebt (Gesamtprobe).

Qualitative Pulverdiffraktometrie

Die qualitative Identifizierung der Minerale erfolgte mit der dem D 5000 beigeordneten Software, DIFRAC AT und EVA sowie Daten der JCPDF-Datei.

Quantitative Pulverdiffraktometrie

Die quantitative Bestimmung der Mineralphasen erfolgte nach dem Verfahren mit innerem bzw. internem Standard. Unter innerem Standard wird dabei die Zumischung einer definierten Menge eines Referenzmaterials (KIMMEL & ZEVIN 1995, FIEDLER 1966) verstanden, wobei für die hier durchgeführten Messungen als interner Standard synthetisches Kalziumfluorid benutzt wurde.

Vorteil der Methode mit innerem Standard ist die Unabhängigkeit von der Matrix- bzw. Probenabsorption. Ein weiterer großer Vorteil dieser Methode ist, dass man jede kristalline Phase analysieren kann, ohne die verbleibenden Phasen zu bestimmen.

Nachteile dieser Methode sind die relativ aufwendige Präparation und die damit verknüpften Fehlermöglichkeiten, sowie die zeitaufwendige Erstellung der linearen Regressionsdiagramme für die zu analysierenden Phasen.

In der praktischen Realisierung wurden für z.B. Quarz, Feldspat und Kalzit, soweit in der zu untersuchenden Probe vorhanden, als Eichsubstanzen reine Proben gut kristallisierter Minerale verwendet. Dafür wurden Eichmischungen mit abgestuften Gehalten für die zu bestimmenden Phasen hergestellt, jeweils mit der definierten Menge internen Standards vermischt, homogenisiert, die Diffraktogramme 5 bis 10x abgefahren, danach die Quotienten der zu analysierenden koinzidenzfreien Peaks zum Peak der zu gemischten Standardsubstanz gebildet, gemittelt und mit den gemittelten Werten die linearen Regressionsgleichungen berechnet. Die Korngröße

der quantitativen Mischungen betrug generell < 32 µm. Zur Texturverhinderung wurde die Oberfläche der Präparate aufgeraut. Zur Unterdrückung struktureller Einflüsse wurde immer die integrale Flächenintensität anstelle der einfachen Peakintensität unter Subtraktion des Untergrundes für die Quantifizierung benutzt.

Das synthetische CaF₂ wurde ebenfalls < 32 µm als innerer Standard generell (synthetisch) in definierter Menge zugemischt (100 mg, 1 g Probenzusatz), 5 min mit Pinsel durch Rühren homogenisiert, ein Pulverpräparat hergestellt und unter den angegebenen apparativen Bedingungen ein Diffraktogramm vermessen. Nach der qualitativen Identifizierung wurde der Background berechnet und von der Kurve subtrahiert. Danach wurden die raw - Flächen nach Markierung des ausgewählten Peaks mit der Funktion „compute single peak“ und Subtraktion der k_α-Linie gemessen. Dazu wurden möglichst koinzidenzfreie Peaks benutzt (Tab.1). und als Quotient zur raw - Fläche des Standardpeaks berechnet.

Mit den auf diese Weise ermittelten Werten wurde aus den vorher unter gleichen apparativen Bedingungen ermittelten Werten der abgestuften synthetischen Mischungen bekannter Mineralgehalte und den daraus berechneten Regressionsgleichungen der Gehalt des entsprechenden Minerals in der unbekannt Probe ermittelt.

Mineral	Reflex (hkl) (Å)	Rflex (hkl) (Å)
Quarz		1,81 (112)
Feldspat		
Orthoklas, Mikroklin		3,24 (002)
Plagioklas (Albit)		3,18 (040)
Kalzit		3,03 (104)
Dolomit		2,89 (104)
Siderit		2,79 (104)
Pyrit	1,63 (311)	2,71 (200)
Hämatit		2,69 (104)
Hornblende		8,51 (110)
Kaolinit		7,13 (001)
Chlorit	14,2 (001)	7,09 (002)
Muskovit / Illit		10,0 (002)
Montmorillonit-Muskovit- mixed-layer-Mineral		zw. 12 und 15

Tab.1: Peaklagen und Indizierung der für die Quantifizierung verwendeten Reflexe

Die Bestimmungsgrenzen sind für die einzelnen Minerale unterschiedlich. Sie liegen für die Nichttonminerale in der Regel bei 1 - 2 %, bei den Tonmineralen unter den gewählten Aufnahmebedingungen bei 3 - 5 %.