

Zur quantitativen röntgenographischen Bestimmung von Albit und Kalifeldspat in pelitischen Sedimentfraktionen

Autor(en): **Peters, Tjerk**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Schweizerische mineralogische und petrographische Mitteilungen
= Bulletin suisse de minéralogie et pétrographie**

Band (Jahr): **45 (1965)**

Heft 1

PDF erstellt am: **15.08.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-35187>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern. Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Zur quantitativen röntgenographischen Bestimmung von Albit und Kalifeldspat in pelitischen Sedimentfraktionen

Von *Tjerk Peters* (Bern)¹⁾

Mit 1 Textfigur

Abstract

The quantitative determination of albite and potash feldspar by X-ray diffractometer in fine fractions of sediments using the strongest (002)(040)-line (for albite at 3.19 Å and microcline at 3.24 Å) is difficult. This is a result of the fact that the samples investigated have in the sample holder a lesser degree of orientation than the standards made of pure feldspar concentrates from igneous rocks.

If the feldspar concentration exceeds 5%, the (20 $\bar{1}$)-line (for albite at 4.04 Å and microcline at 4.21 Å) can be used. If the feldspar concentration is less than 5% one must use the (040)(002)-lines and adjust them with a factor. This factor is obtained by dividing the intensity of the (040)(002)-reflection by the intensity of the (20 $\bar{1}$)-reflection in a feldspar-rich sample of the same formation. We found that this factor varies between formations, but is practically constant within a formation.

The procedure followed in our laboratory is also given for the case in which a high quartz concentration complicates the estimation of the microcline content.

The use of the diffractometer together with a Guinier-camera is recommended.

Einleitung

Bei mineralogischen Untersuchungen von feldspatreichen Sedimentserien ist eine genaue quantitative Bestimmung des Feldspatgehaltes oft erwünscht. In den groben Fraktionen ist dies meistens optisch möglich, in den feinen dagegen kaum. Wir müssen deshalb die Röntgenmethode zu Hilfe nehmen (FÜCHTBAUER, 1964), die noch die Eigenschaft hat, dass der Albitgehalt, der perthitisch oder mikroperthitisch in den

¹⁾ Mineralogisch-petrographisches Institut der Universität Bern.

Kalifeldspäten vorhanden ist, mit erfasst wird. Im folgenden sei zuerst etwas über die Problemstellung und unsere Untersuchungen gesagt; zum Schluss wird die derzeit angewandte Methode beschrieben.

In den von uns untersuchten Proben²⁾ trafen wir bisher immer nur Albit und deutlich triklinen Kalifeldspat, den wir im weiteren als Mikroklin bezeichnen. Wir werden uns nachstehend somit auf diese beiden Mineralien beschränken.

Problemstellung

Bei den röntgenographischen Bestimmungen von Albit und Mikroklin, die wir schon seit einigen Jahren ausführen, stiessen wir, besonders bei der Verwendung des Diffraktometers, auf grosse Schwierigkeiten. Man hat aber in vielen tonmineralogischen und sedimentpetrographischen Laboratorien ein Diffraktometer zur Verfügung, denn für routinemässige Untersuchungen kann man heute kaum ohne dieses Gerät auskommen. Deshalb versuchten wir, quantitative Feldspatbestimmungen mit diesem Apparat durchzuführen; zudem ist die Messung der Stärke von Reflexen mit dieser Methode viel einfacher als das mühselige photometrieren von Filmen.

Im Verlaufe der vielen Bestimmungen entwickelte sich in unserem Labor, eher empirisch, eine Methode, die sich heute recht gut bewährt, obschon sie sicher noch viele Schwächen aufweist und nicht jeder Kritik standhalten dürfte. Trotzdem scheint es uns richtig, hierüber zu berichten; es mag vielleicht einigen helfen, die gerade mit solchen Bestimmungen beschäftigt sind, und eine Warnung für jene sein, die sich allzu sehr auf die Resultate des Diffraktometers allein verlassen.

Untersuchungen

Eichsubstanzen

Testmischungen mit Lithiumfluorid als Bezugssubstanz wurden mit Albit-, Adular-, Mikroklin-, Quarz- und Muskowitkonzentraten (alle

²⁾ Die bisher in unserem Laboratorium untersuchten Tonproben sind aus folgenden Formationen: Quartäre Ablagerungen im Berner und Freiburger Mittelland (u. a. in PETERS 1961), Aquitane Molasse des Jurasüdrandes (PETERS 1961), Burdigale, Helvetische und Tortone Molasse des Entlebuches (MATTER 1964), Trias, Lias und Dogger des Schweizer Tafeljuras (PETERS 1962 und 1964).

$< 2 \mu$) aus Eruptivgesteinen hergestellt. Für die genauen quantitativen Feldspatbestimmungen in Sedimenten wäre es natürlich am besten, man könnte aus jeder Serie Feldspatkonzentrate abtrennen und aus diesen Eichmischungen herstellen. Leider ist dies praktisch kaum durchführbar, lassen sich doch die Feldspäte aus Sedimenten viel schlechter anreichern als aus Eruptivgesteinen. Auch optisch ausgezählte Proben sind nur unter grosser Vorsicht zu verwenden, unter anderem weil der Albitgehalt der Mikrokline optisch kaum erfassbar ist.

Aus Aufnahmen mit der Guinier-Kamera nach de Wolff und photometrischer Bestimmung der Intensitäten ergaben sich auf Grund unserer Eichmischungen, sowohl für granitische Gesteine als auch für Sedimente, vernünftige Resultate. Da jedoch, wie wir schon sagten, das Photometrieren von Röntgenfilmen mühsam und zeitraubend ist, ist dieses Verfahren für Serienbestimmungen weniger geeignet.

Orientierungseffekt

Mit dem Zählrohrgoniometer (Philips) mit drehendem Probenhalter, den wir für alle Messungen benützten, erhielten wir für unsere Proben sehr unterschiedliche und, sofern wir mit künstlichen Gemischen eichten, offenbar immer viel zu niedrige Feldspatgehalte: Guinier- und Debye-Scherrer-Aufnahmen von denselben Präparaten ergaben wesentlich höhere Anteile. Zum Auswerten wurden die stärksten Reflexe (für Albit bei etwa $3,19 \text{ \AA}$ und Mikroklin bei etwa $3,24 \text{ \AA}$, siehe Fig. 1) verwendet, da jene auch bei sehr geringen Gehalten noch erkennbar sind. Der Grund für die sehr abweichenden Resultate ist der bessere Orientierungsgrad der Testmischungen gegenüber den zu analysierenden Substanzen im Probenträger: Die Albitlinie bei $3,19 \text{ \AA}$ wird durch die (002)- und (040)-Reflexe erzeugt; bei der sehr guten Spaltbarkeit von Albit nach (001) und (010) bedeutet dies, dass jene Linie ausserordentlich orientierungsempfindlich ist, da sich die Spaltblättchen im Probenträger vorzugsweise flach legen und so die (00 l)- und (0 k 0)-Reflexe bevorzugt werden. Das gleiche gilt für die $3,24\text{-\AA}$ -Linie des Mikroklin.

Diese Orientierungsabhängigkeit konnten wir auch nachweisen, indem wir etwas Eichsubstanz in Kunststoff eingossen und nachher pulverisierten, oder indem wir sie mit Korkmehl mischten: in beiden Fällen nahm die Intensität der $3,19\text{-\AA}$ - und $3,24\text{-\AA}$ -Linie gegenüber den anderen Reflexen stark ab. Ein deutlicher Orientierungseinfluss war aber immer noch vorhanden, so dass diese Methoden für unsere Zwecke auch nicht brauchbar waren.

Umgehung des Orientierungseffektes

Um den Orientierungseffekt zu umgehen, suchten wir nach einem anderen Röntgenreflex mit folgenden Eigenschaften: Die bevorzugte Orientierung der Spaltstücke nach (001) und (010) darf ihn nicht beeinflussen, er darf also nicht die Indizes (0k0) und (00l) haben. Dazu sollte unsere Linie möglichst stark sein, damit sie noch bei geringen Gehalten erkennbar bleibt, und endlich darf sie nicht mit Reflexen der normalerweise in tonigen Sedimenten auftretenden Hauptmineralien zusammenfallen.

Diese Erwägungen führten uns schliesslich auf den (20 $\bar{1}$)-Reflex, der für Albit bei 4,04 Å und für Mikroklin bei 4,21 Å liegt (Fig. 1). Ganz orientierungsunabhängig ist er allerdings auch nicht; die bevorzugte Lage der Spaltstücke kann ihn etwas abschwächen. Eichkurven mit diesen Linien ergaben für höhere Feldspatgehalte (> 5 Gew.%) gute Werte. Bei Feldspatgehalten unter etwa fünf Gewichtsprozent verschwindet aber diese Linie im Untergrund, und wir sahen uns gezwungen, doch die starke, aber orientierungsabhängige Linie (002) (040) zu gebrauchen. Um den Orientierungsfehler zu vermeiden, verwenden wir folgenden Kunstgriff: Bei unseren zahlreichen Versuchsmessungen stellten wir immer wieder fest, dass innerhalb einer bestimmten Sedimentserie das Intensitätsverhältnis der starken (040)-(002)-Linie zur schwachen (20 $\bar{1}$)-Linie etwa dasselbe bleibt (in Fig. 1 das Verhältnis der beiden punktierten Peaks). Das bedeutet also, dass offenbar der Orientierungsgrad innerhalb der Sedimentserie derselbe bleibt und somit die (20 $\bar{1}$)-Linie als Eichung der (040)-(002)-Linie dient. In unseren Molasseproben zum Beispiel beträgt es für Albit 3—3,5 oder in den Keuperproben zwischen 6 und 7; in den Eichsubstanzen liegt das Verhältnis um 4. Diese Beziehungen wurden empirisch gefunden, und eine befriedigende Erklärung dafür ist schwierig zu geben. Möglicherweise hat der Umwandlungsgrad der Feldspäte einen Einfluss auf die Spaltbarkeit und somit auf die Orientierung. Kennen wir nun also dieses Verhältnis aus einer feldspatreichen Schicht innerhalb einer Reihe, so können wir damit den starken Reflex in einer feldspatarmen, die den schwachen Reflex nicht zeigt, korrigieren.

Einfluss hoher Quarzgehalte

Beim Mikroklin wird man auf einige zusätzliche Schwierigkeiten stossen. Der (20 $\bar{1}$)-Reflex von Mikroklin liegt bei etwa 4,21 Å, also sehr nahe der 4,26-Å-Linie von Quarz (Fig. 1). Bei Verwendung von Kupfer-

strahlung löst das Diffraktometer diese zwei Linien auch kaum auf. Wir müssen also Eisenstrahlung verwenden, wobei allerdings wiederum die Intensität kleiner wird. Im weiteren wird etwa gleich vorgegangen wie beim Albit. Hat aber eine Probe sehr viel Quarz, so kann es trotz der Eisenstrahlung vorkommen, dass dieser Mikroklinreflex im Quarzreflex verschwindet. In einem solchen Falle können wir mit einem weiteren Kunstgriff versuchen, dennoch ans Ziel zu kommen; allerdings wird der Fehler schon sehr gross sein: Kennt man das Verhältnis der Intensitäten der stärksten Linien von Albit zu Mikroklin, kann man auch aus diesen beiden Linien, vorausgesetzt der Albitgehalt sei bekannt, den Mikroklin-

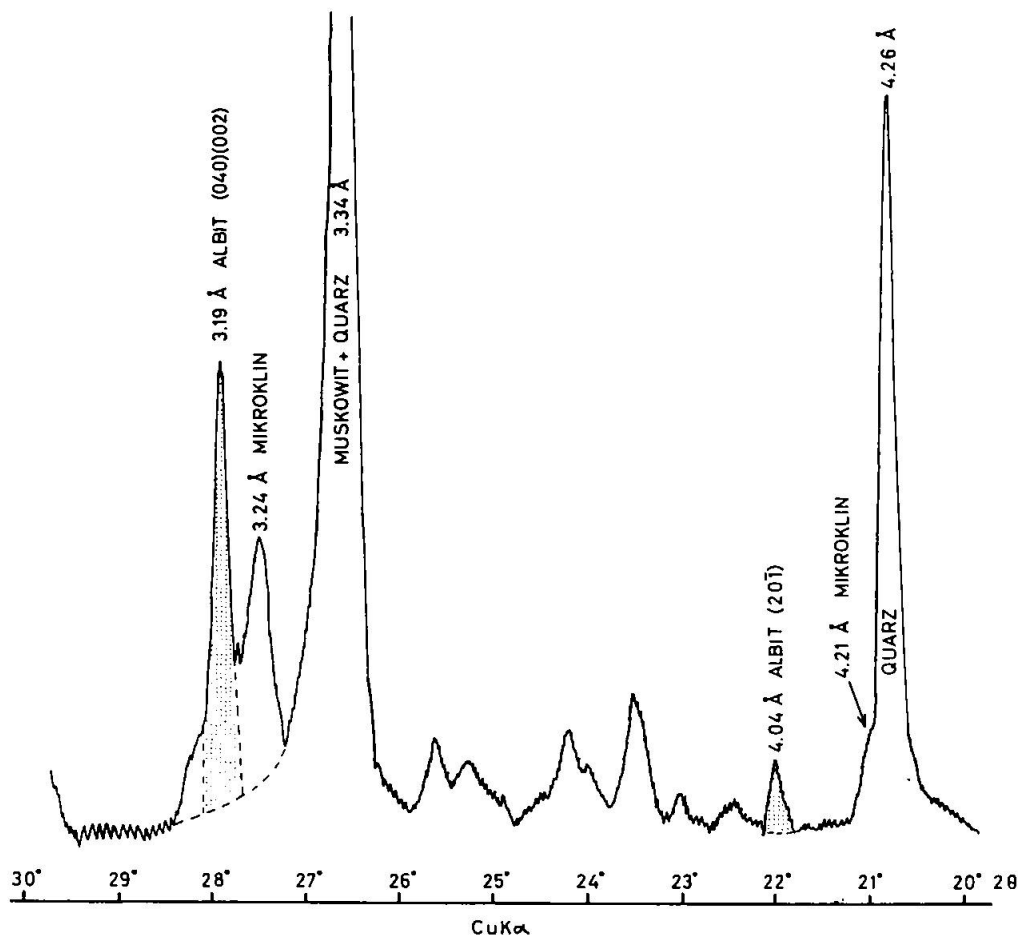


Fig. 1. Diffraktometerdiagramm einer feldspat- und quarzreichen Probe aus dem Keuper. Aufgenommen mit $\text{CuK}\alpha$ -Strahlung und $1/4^\circ$ (für 2θ) pro Minute; Blenden 1° $0,006$ 1° . Auf dem Diagramm sieht man die orientierungsempfindlichen $3,19\text{-\AA}$ - und $3,24\text{-\AA}$ -Linien von Albit und Mikroklin und die wenig orientierungsempfindliche $4,04\text{-\AA}$ -Linie ($(20\bar{1})$ -Reflex) von Albit. Die $4,21\text{-\AA}$ -Linie ($(20\bar{1})$ -Reflex) von Mikroklin geht infolge des hohen Quarzgehaltes ganz in der $4,26\text{-\AA}$ -Linie von Quarz unter. Mit einer Punktsignatur gefüllt sind die $3,19\text{-\AA}$ - und die $4,04\text{-\AA}$ -Peaks von Albit, aus denen das im Text erwähnte Verhältnis zu berechnen ist.

gehalt abschätzen. Diese Methode setzt allerdings für Albit und Mikroklin gleichen Orientierungsgrad voraus, was sicherlich nicht immer zutreffen wird. Zudem ist dieses Intensitätsverhältnis auch von der Triklinität des Mikroklin abhängig: Bei abnehmender Triklinität spaltet sich die (002)-(040)-Linie in zwei Linien auf. Sie liegen noch sehr nahe beieinander und ergeben so meistens einen breiten Reflex.

Praktisches Vorgehen

Vorbereitung der Proben, Eichsubstanzen und Filmaufnahmen

Für uns hat sich folgendes Vorgehen als einigermaßen brauchbar erwiesen, wobei der relative Fehler allerdings 10—20 Prozent oder mehr betragen kann: Die Eichmischungen aus reinen Mineralien von frischen Eruptivgesteinen und die Proben müssen bis unter $5\ \mu$ zerkleinert und mit einem Gewichtszehntel Lithiumfluorid vermischt werden. Um einen Überblick zu erhalten, werden von den Proben zuerst Aufnahmen in einer Guinier-Kamera nach de Wolff gemacht: Die Filme werden vorerst qualitativ ausgewertet, dann kann man die Intensitäten einzelner Linien von Auge schätzen und so einen Anhaltspunkt über die quantitativen Anteile erhalten. Unter Umständen müssen jetzt noch neue Eichmischungen hergestellt werden, denn die besten Resultate erhält man natürlich, wenn eine Eichmischung fast dieselben Gehalte an Einzelmineralien wie die Probe hat. Ferner lässt sich auf den Filmen kontrollieren, ob alle Substanzen genügend fein pulverisiert sind. Diese Aufnahmen werden ausschliesslich mit Eisenstrahlung gemacht.

Diffraktometer-Aufnahmen

Wenn die Guinierfilme befriedigend ausgefallen sind, werden die Proben und Eichmischungen auf dem Diffraktometer (in drehendem Probenhalter) geröntgt. Da wir von den Guinierfilmen her alle Reflexe kennen, brauchen wir auf dem Diffraktometer nicht mehr den ganzen Bereich abzutasten, sondern wir können direkt die uns geeignet scheinenden Reflexe ausmessen. Man sollte die integrierte Intensität der verschiedenen Linien verwenden, also die Fläche unter dem Peak; meist genügt es aber, die Peakhöhe zu bestimmen. Wenn keine Einrichtung für Guinieraufnahmen zur Verfügung steht, nimmt man vorerst den ganzen Bereich der in Frage kommenden Linien auf. Wir gehen weiter folgendermassen vor:

Bei kleinen *Albit*-Gehalten verwendet man die 3,19-Å-Linie, die man mit dem im Abschnitt „Umgehung des Orientierungseffektes“ genannten Faktor korrigiert; liegt der Albitgehalt über etwa 5%, so verwendet man direkt die 4,04-Å-Linie.

Beim *Mikroclin* braucht man bei niedrigen Gehalten die korrigierte 3,24-Å-Linie und bei hohen Gehalten die 4,21-Å-Linie. Bei hohen Quarzgehalten ist die 4,21-Å-Linie nicht mehr verwendbar, auch wenn die Probe mehr als fünf Prozent Mikroclin führt. Wenn dazu noch alle benachbarten Schichten ebenfalls sehr quarzreich sind, was leider nicht selten vorkommt, kann auch der Korrekturfaktor (das Verhältnis 3,24-Å-Linie zu 4,21-Å-Linie) nicht bestimmt werden. Nun muss man die starke Mikroclinlinie mit der stärksten Albitlinie vergleichen, wie wir es am Ende des Abschnittes „Einfluss hoher Quarzgehalte“ beschrieben haben.

Hat man neben der Diffraktometer- auch eine Guinieraufnahme von der gleichen Probe gemacht, so müssen bei Verwendung der oben beschriebenen Methode die Gehalte einigermaßen übereinstimmen. Damit hat man auch die Gewissheit, dass keine grossen Fehler durch Orientierungseffekte ins Gewicht fallen können. Auf der Guinier-Kamera hat doch, wegen der anderen Durchstrahlung der Probe, eine Orientierung genau die entgegengesetzte Wirkung als auf dem Diffraktometer.

Literatur

- FÜCHTBAUER, H. (1964): Sedimentpetrographische Untersuchungen in der älteren Molasse nördlich der Alpen. *Eclogae geol. Helv.* 57/1.
- GOLDSMITH, G. R. und LAVES, F. (1954): The microcline-sanidine stability relations. *Geoch. et Cosmoch. Acta.* 5.
- MATTER, A. (1964): Sedimentologische Untersuchungen im östlichen Napfgebiet. *Eclogae geol. Helv.* 57/2.
- PETERS, Tj. (1961): Tonmineralogische Untersuchungen an Glazialmergeln von Zollikofen und an aquitanen Tonen und Mergeln von Pieterlen. *Schweiz. Min. Petr. Mitt.* 41/1.
- (1962): Tonmineralogische Untersuchungen an Opalinuston und einem Oxfordienprofil im Schweizer Jura. *Schweiz. Min. Petr. Mitt.* 42/2.
- (1964): Tonmineralogische Untersuchungen an einem Keuper-Lias-Profil im Schweizer Jura. *Schweiz. Min. Petr. Mitt.* 44/2.

Manuskript eingegangen am 28. Oktober 1964.