

# Kontinentales Tiefbohrprogramm der Bundesrepublik Deutschland

## Quantitative Phasenanalyse mit Röntgenbeugung

Stroh, Lauterjung, Emmermann (Gießen)

Die Röntgenpulverdiffraktometrie ist eine geeignete Methode zur Bestimmung des quantitativen Phasenbestandes von unterschiedlichsten Materialien. Die in der Literatur bekannten Verfahren (Alexander & Klug, 1948; Chung, 1974 & 1975) vergleichen die Intensitäten einzelner Beugungslinien reiner Mineralphasen mit den entsprechenden Linien im Beugungsdiagramm der unbekanntes Probe. Zur Eliminierung von Matrixeffekten werden Eichkurven aus binären Mischungen oder zugemischte Eichsubstanzen verwendet. Alle Verfahren benötigen zur Berechnung des Gewichtsanteils eines Minerals isolierte, von Beugungslinien anderer Minerale ungestörte Beugungslinien. Solche Linien können bei den meist komplizierten Beugungsspektren natürlicher Gesteine (Abb. 1) oft nicht gefunden werden. Insbesondere treten bei der Berechnung von Gehalten aus einem einzigen, oft sehr schwachen Beugungsreflex erhebliche Fehler durch Texturierung, Korngrößeneffekte, Zählstatistik und Auftreten von Mischkristallphasen auf.

Im Hinblick auf eine kontinuierliche Untersuchung des bei KTB anfallenden Bohrkleins wurde in den letzten zwei Jahren im Rahmen des DFG - Vorhabens Em 23/12 ein neues Verfahren zur qualitativen und quantitativen Phasenanalyse aus Röntgenpulverdaten entwickelt.

### Methodisches

Die Grundidee des neuen Verfahrens ist einfach: Die Berechnung der Gewichtsanteile der in einer Probe enthaltenen Minerale wird mit allen beobachteten Reflexintensitäten des Probenpektrums vorgenommen, dadurch wird die gesamte Information des Beugungsdiagramms ausgenutzt und nicht nur die unvollständige Information aus einem einzigen Beugungsreflex pro Mineral. Die Reflexintensität jeder Probenlinie läßt sich im allgemeinen als Überlagerung von Reflexintensitäten der beteiligten Minerale darstellen:

$$I^p = \sum_{i=1}^n f_i \cdot I_i^m$$

mit  $I^p$  = Intensität einer Probenlinie,  $f_i$  = Faktor, der den Gewichtsanteil des Minerals  $i$  und Matrixeffekte enthält,  $I_i^m$  = Intensität der Beugungslinie des  $i$ 'ten Minerals im reinen

Mineralspektrum,  $n$  = Anzahl der beteiligten Minerale. Man erhält so ein mehrfach überbestimmtes Gleichungssystem und aus der Lösung werden dann die Gewichtsanteile der beteiligten Minerale berechnet. Die Matrixeffekte können durch die Nebenbedingung  $\sum_{i=1}^n f_i = 1$  eliminiert werden.

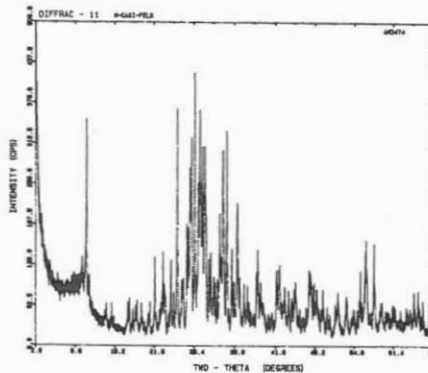


Abb. 1: Typisches Beugungsdiagramm eines Kalksilikatgesteins.

### Test der Methode und Fehlerbetrachtung

zur Überprüfung der Richtigkeit und zum Test der Methode wurden unterschiedliche Normgesteine aus den reinen Phasen zusammengemischt. Ihre Zusammensetzung wurde derart gewählt, daß sie ein möglichst breites Spektrum der in der Natur am häufigsten auftretenden magmatischen und metamorphen Gesteinstypen abdecken. In Tab. 3 sind die an vier ausgewählten Normgesteinen erzielten Ergebnisse dargestellt. Es zeigt sich eine sehr gute Übereinstimmung mit den Sollwerten.

Die Reproduzierbarkeit der Methode wurde an 20 Pulverpresstabletten eines Gneises geprüft. Die Ergebnisse sind in Tabelle 3 aufgeführt. Bei Gehalten im Bereich der Nachweisgrenze der Methode steigt der relative Fehler erwartungsgemäß stark an. Eine generelle Nachweisgrenze kann nicht definiert werden, sie variiert in Abhängigkeit von der Mineralparagenese und gesuchter Mineralphase. Als Größenordnung der Nachweisgrenze findet man 3-5 Gew. %, in manchen Fällen werden auch 0,5 - 1 % gefunden.

Tabelle 2: Ergebnisse der quantitativen Phasenanalyse an Normgesteinen. (Alle Angaben in Gew. %)

Kalksilikatfels			Metapelite			
Mineral	Soll	XRD 3σ	Mineral	Soll	XRD 3σ	
Zoisit	15	14	3	Quarz	20	23
Grossular	10	8	2	Plagiokl.	10	11
Skapolit	12	14	2	Kalifelds.	30	29
Anorthit	18	19	3	Biotit	12	12
Diopsid	15	14	2	Granat	10	7
Tremolit	12	11	2	Sillim.	8	6
Vesuvian	12	15	3	Cordier.	10	12
Calcit	6	4	2			

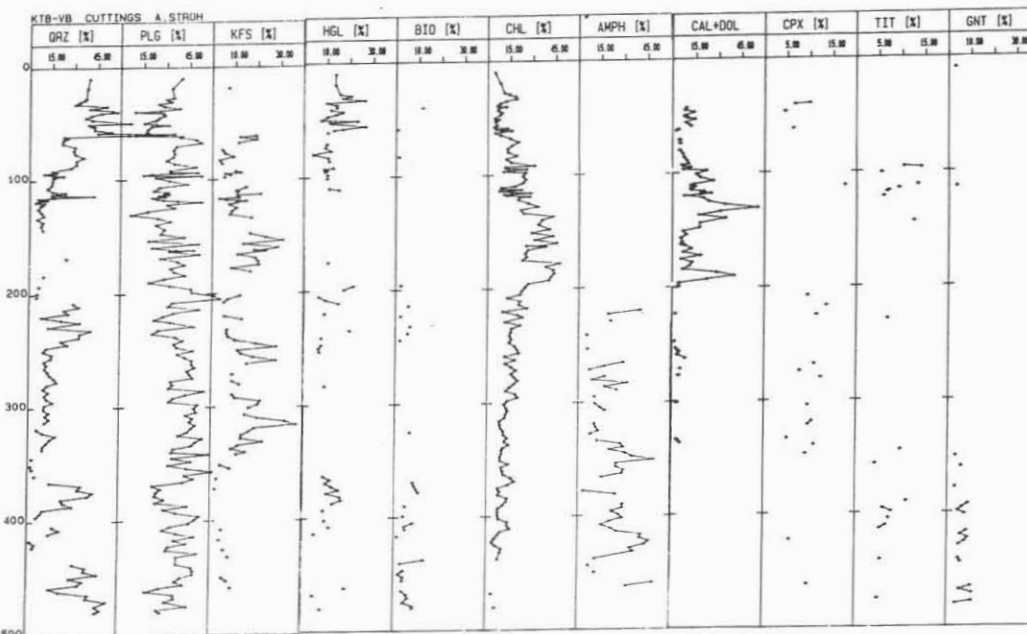
Granodiorit			Charnockit			
Mineral	Soll	XRD 3σ	Mineral	Soll	XRD 3σ	
Quarz	20	22	2	Quarz	36	36
Plagiokl.	40	40	2	Plagiokl.	6	4
Kalifelds.	18	16	2	Kalifelds.	43	42
Hornbl.	18	19	2	Orthopyr.	12	15
Biotit	4	2	2	Biotit	3	3

Tabelle 3: Reproduzierbarkeit der Methode, getestet an 20 Präparaten des gleichen Gesteins.

Mineral	Gehalt (Mittelwert)	3σ	Relativfehl.
Quarz	43 %	2	5,2 %
Plagioklas	40 %	3	8,0 %
Kalifeldspat	5 %	2	38,5 %
Biotit	10 %	1	14,2 %
Chlorit	2 %	0,5	20,9 %

### Zusammenfassung

- Berechnung der qualitativen und quantitativen Probenzusammensetzung mit allen Beugungsreflexen der Probe, dadurch optimale Nutzung der gesamten Information eines Beugungsspektrums.
- es ist nicht erforderlich Eichkurven zu erstellen oder Eichsubstanzen zur Probe zu mischen, dadurch ist die Methode gut geeignet für die Bearbeitung großer Probenmengen.
- Die Methode erlaubt die erfolgreiche Bearbeitung von Proben, die mit bisher bekannten Verfahren nicht gemeistert werden konnten.
- Das Auswertverfahren arbeitet vollautomatisch



### Ergebnisse an Bohrklein

bis 478 m

Der berechnete quantitative Mineralbestand des Bohrkleins ist als Tiefenlog in Abb. 2 dargestellt. Die Beugungsdiagramme wurden mit Cu-Strahlung, Winkelbereich 5° - 65° 2-Theta, Meßzeit 1 sec/step und Schrittweite 0.02° gemessen.