

GEPRO Ingenieurgesellschaft mbH
Herr Schulze
Caspar-David-Friedrich-Str. 8

01219 Dresden

Dr. R. Kleeberg
Mineralogisches Labor
Brennhausgasse 14
D-09596 Freiberg

Tel. ++49 (0) 3731-39-3244
Fax. ++49 (0) 3731-39-3129
Email:
kleeberg@mineral.tu-freiberg.de

Freiberg, den 14.07.16

Ergebnisse mineralogische Untersuchungen

Ihr Zeichen: 942-104-ANS

Auftrag v. 16.06.16 entspr. Angebot MinLab16_009 v. 16.06.16

Sehr geehrter Herr Schulze,
an der uns von Ihnen übersandten Probe KB D 1/16 (Pläner) haben wir röntgendiffraktometrische Untersuchungen mit dem Ziel der Bestimmung des Phasenbestandes durchgeführt.

Die getrocknet gelieferte Proben wurde homogenisiert, auf ca. 25 g verjüngt und auf < 0.4 mm gebrochen.

Für die Abschätzung des Carbonatgehaltes wurde eine Teilprobe von ca. 2 g Material mit Zirkonoxid-Mahlkörpern in einer McCrone Mikronismühle unter Ethanol 12 min vermahlen. Das Mahlgut wurde getrocknet, homogenisiert und texturarm in eine Pulverküvette präpariert. Die Probe wurde mit dem Röntgendiffraktometersystem URD-6 (Seifert-FPM) mit Co-K α -Strahlung, einer automatischen Divergenzblende und mit einem Halbleiterdetektor Meteor0D untersucht. Gemessen wurde der Winkelbereich 5-80 °2 θ im step-scan-Verfahren mit 0.02° Schrittweite, 2 sec Zählzeit je Schritt. Die Phasenidentifizierung erfolgte mit dem Programm Analyze (Seifert-FPM) unter der Verwendung der Datenbank PDF-4+, Ausgabe 2015. Für die Rietveld-Quantifizierung wurde das Programm BGMN/AUTOQUAN (GE Seifert) benutzt. Amorphe Anteile werden nicht erfasst, die kristallinen Komponenten wurden auf 100 % normiert. Amorphe Anteile wie Eisen- und Manganoxihydroxide oder organische Substanzen werden nicht berücksichtigt. Die Nachweisgrenzen für kristalline Mineralphasen liegen je nach Struktur und Matrix zwischen 0.5 und 5 Masse-%. Angegeben werden die aus der Verfeinerungsmatrix abgeleiteten geschätzten Standardabweichungen (e.s.d.'s) in 3 sigma.

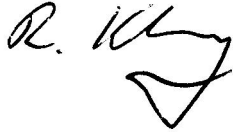
Weitere 20 g Material < 0.4 mm wurden bei pH 4,8 (Na-Acetat-Essigsäure-Puffer) mit HCl behandelt, danach salzfrei gewaschen und luftgetrocknet. Der Löserückstand wurde nass gesiebt (< 63 μ m) und einer Atterberg-Sedimentation zur Abtrennung der Fraktion < 2 μ m unterzogen. Es gab keinen Siebrückstand > 63 μ m.

Die beiden Fraktionen 2-63 μ m (Schluff) und < 2 μ m (Tonkorn) wurden getrocknet und wie oben beschrieben für die Röntgendiffraktometrie vorbereitet, gemessen und ausgewertet. Die Tonmineralidentifikation erfolgte an drei Messungen von orientierten Präparaten in luftgetrocknetem Zustand, nach Ethylenglycol-Sättigung und Erhitzung auf 400°C. Diese Messungen wurden mit Cu-Strahlung am Diffraktometersystem HZG-4 (FPM) ausgeführt.

Für die Quantifizierung von stark fehlgeordneten Dreischichttonmineralen kam eine Kombination von Rietveld-Analyse und konventioneller Auswertung des Quell- und Kontraktionsverhaltens bei Behandlung mit Ethylenglycol und Erhitzen auf 400 °C zum Einsatz. Auf Grund der breiten, quasi kontinuierlichen Verteilung von Zusammensetzungen der Wechsellagerungsminerale Illit-Smectit über den gesamten Bereich zwischen den Endgliedern

ist nur eine grobe Klassifizierung in Bereiche, nicht aber in diskrete Mineralarten möglich. Daher wurde in der Rietveldanalyse mit einem Smectitmodell und geordnetem und fehlgeordnetem Illit (für die illitreichen Wechsellagerungen) gerechnet. Eine Abschätzung des Anteils an innerkristallin quellfähigen (smectitischen) Schichtpaketen an den Dreischichtmineralen wurde über die Kontraktion nach Erhitzen auf 400°C vorgenommen und ist am Ende der Ergebnistabelle aufgeführt.

Ich hoffe, dass Ihnen die Ergebnisse nützen.
Mit freundlichen Grüßen

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'R. Kleeberg', with a stylized, looped flourish at the end.

Reinhard Kleeberg

Anlagen Ergebnistabelle

Ergebnisse Mineralogische Untersuchung

14.07.2016

Auftraggeber: GEPRO Ingenieurgesellschaft mbH, Herr Schulze

Methode: Röntgenpulverdiffraktometrie, Rietveld-Verfahren

Proben: 1 Probe KB D 1/16 Pläner, aus 2 Teilfraktionen

Ergebnisse:

rel. Masse-%

Bestandteil	2-63 µm		< 2 µm		Gesamt, bilanziert
	[%]	3σ	[%]	3σ	
Löseverlust bei pH 4.8 (~ Calcit + Verluste)					-18.3
Calcit in Gesamtprobe (XRD)					15.9 (+0.4)
Anteil am Löserückstand	80.7		19.3		
Anatas	0.2	0.1	0.5	0.1	0.2
Apatit	0.4	0.1			0.3
Dolomit-Ankerit	2.2	0.2			1.5
Pyrit	0.6	0.1	0.5	0.1	0.5
Kalifeldspat	12.4	0.7	2.0	0.3	8.7
Quarz	72.1	0.8	58.7	0.8	58.5
Kaolinit	1.4	0.4	2.6	0.6	1.4
Illit + I-S-WL*	3.4	0.5	21.2	1.2	5.8
Smectit dioktaedrisch**	7.1	1.2	14.5	2.2	7.2
Summe Dreischichttonminerale					13.0
Anteil quellfähige (smectitische) Schichten, aus Erhitzung 400 °C					ca. 4 %

Hinweise:

* Schließt alle illitischen Hellglimmer und illitreiche Wechsellagerungsminerale Illit-Smectit ein. Es treten an Hellglimmern die beiden Polytypen 2M1 und 1Md auf, die nicht getrennt quantifiziert werden können. Der Polytyp 1Md überwiegt. Das Wechsellagerungsmineral ist teilweise geordnet und enthält im Mittel etwa 60-70 % illitische Schichtpakete.

** Schließt Smectite und smectitreiche Illit-Smectit-Wechsellagerungsminerale ein.