

# ÜBER DIE BESTIMMUNG OXYDISCHER KRISTALLARTEN IN INDUSTRIEPRODUKTEN<sup>1)</sup>

Mit 24 Abbildungen

Von DR. FELIX TROJER  
(Österreichisch - Amerikanische - Magnesit - A. G.,  
Radenthein)

Die Erzeugnisse der Zementindustrie, der Keramik und viele Begleitprodukte der Hüttenindustrie, wie die Schlacken, sind weitgehend kristallin aufgebaut. Diese Produkte durchlaufen während ihrer Herstellung mehr oder minder hohe Temperaturen, die zur Bildung einer Schmelzphase führen und so richten sich darin die Kristallgesellschaften weitgehend nach bestimmten Gesetzmäßigkeiten, die wieder von der chemischen Zusammensetzung abhängen. Nicht selten lassen aber die technischen Prozesse zur Gleichgewichtseinstellung im physikalisch-chemischen Sinne nicht genügend Zeit, so daß auch abweichende Kristallgesellschaften auftreten können und daher große Variationsmöglichkeiten gegeben sind.

Die Qualitätseigenschaften nun werden durch den Kristallaufbau sehr beeinflußt und so bestand schon immer das Bedürfnis nach einer zuverlässigen Bestimmung der einschlägigen Kristallarten. Hierfür gibt es drei Wege, den röntgenographischen, den über die rationale Analyse und schließlich den mikroskopischen Weg. Die mikroskopische Bestimmung bildet den Gegenstand der folgenden Ausführungen.

Da es sich bei den betreffenden Produkten in der Regel um durchsichtige Kristalle handelt, bediente man sich bei den mikroskopischen Untersuchungen vor allem der Dünnschliffe. Für die meist außerordentlich geringen Kristallgrößen waren aber auch die dünnsten Schliffe, weniger als  $20\mu$  ist kaum erreichbar, noch zu dick. So waren die Möglichkeiten eigentlich bald begrenzt, bis man sich entschloß, die mittlerweile auf dem Gebiet der Erzmikroskopie und Metallographie erzielten Fortschritte stärker in den Dienst der obigen Industriezweige zu stellen und sich damit der Anschliffe und der Beobachtung im Auflicht zu bedienen.

Mit der reinen Übertragung der Untersuchungsmethoden der Erzmikroskopie, die also allein interessieren, waren jedoch nicht diese sehr leichten Bestimmungsmöglichkeiten verbunden, wie insbesondere sie die sulfidischen Erze bieten. Der Grund ist in dem wesentlich geringeren Reflexionsvermögen der oxydischen Kristalle zu suchen. Aber auch die Unterschiede im Reflexionsvermögen der einzelnen Kristallarten sind oft so gering, daß hier eine Messung derselben wenig Zweck hat, so daß man, abgesehen von einer Mikrohärtebestimmung, zur Mineralidentifizierung im Auflicht eigentlich nur qualitative Merkmale heranziehen kann.

Welche qualitativen Merkmale stehen für die Kristallbestimmung im Anschliff zur Verfügung? Es sind dies die Härte, die relativen Helligkeitsver-

<sup>1)</sup> Vortrag, gehalten vor dem Verein Österreichischer Chemiker in Wien am 18. Februar 1949.

hältnisse zu benachbarten bekannten Kristallen, die Innenreflexe und besonders die Ätzeigenschaften. Nur in seltenen Fällen zeigen die in Frage kommenden Kristallarten auch Effekte im polarisierten Licht.

Dabei kann und muß man außerdem sich mehr als z. B. in der Erzmikroskopie auf die physikalisch-chemischen Gleichgewichtsbeziehungen stützen, sofern natürlich solche bekannt sind, um sich bei sinnvoller Verwertung derselben die Arbeit wesentlich zu erleichtern. Auch im Falle eines nicht vorliegenden Gleichgewichtes sollen diese Beziehungen nicht außer acht gelassen werden, da es meistens möglich ist, die Reaktionsrichtung zum Gleichgewicht zu erkennen.

## Die Härte

Sehr bequem, rasch und zahlenmäßig läßt sich die Härte mittels der verschiedenen Mikrohärteprüfer erfassen. Hierüber gibt es auch zahlreiche Literatur. Noch einfacher und ohne Zusatzapparatur erhält man die Härte, allerdings nur rein qualitativ, durch Beurteilung des Reliefs. Dies setzt natürlich voraus, daß die zu untersuchenden Proben mindestens zwei Kristallarten enthalten, wovon eine bereits bekannt oder wenigstens sicher bestimmbar ist. Diese Forderung ist wohl immer erfüllt, da die diesbezüglichen Proben nie Einstoffsysteme darstellen. Man bestimmt nun durch Senken oder Heben des Mikroskoptubus an den Kristallkontakten das Wandern einer Lichtlinie, ähnlich wie die BECKE'sche Linie im Durchlicht. Senkt man den Tubus, so wandert diese Lichtlinie stets in den härteren Kristall. Die Abb. 1 gibt einen Anschliff einer CaO-reichen Sintermagnesia wieder, die Periklas in großen und kleinen rundlichen, Trikalziumsilikat in tafeligen, freies CaO in kleinen rundlichen dunkelgefärbten Kristallen und Dikalziumferrit als helle Grundmasse enthält. Der Periklas stellt die härteste Komponente dar. Die Aufnahme wurde mit gesenktem Tubus ausgeführt. Alle Periklase enthalten innenseitig der Kristallbegrenzungen eine helle Linie. Hebt man den Tubus, wandert diese Linie nach außen. Dies besagt, daß die Periklase härter sind als sowohl Dikalziumferrit wie auch Trikalziumsilikat. Man muß jedoch stets im Auge behalten, daß es sich hierbei um die Schleifhärte, also um den Abnützungsgrad während des Schleifens, handelt.

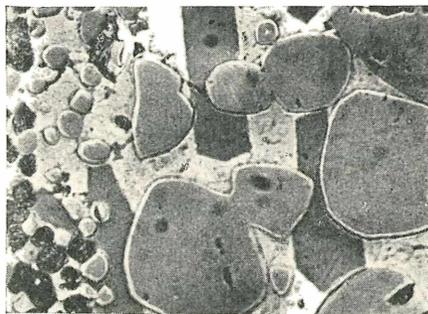


Abb. 1. Kalkreiche Sintermagnesia. Anschliff mit destilliertem  $H_2O$  geätzt. 500:1.

Große und kleine rundliche Periklase mit innen-seitiger Lichtlinie (gesenkter Tubus), tafelige  $C_3S$ -Kristalle, links im Bilde durch  $H_2O$  dunkel-gefärbte CaO-Kristalle  $< 0,01$  mm, weiße Grundmasse  $C_2F$ .

Eine zweite Möglichkeit bietet das Verhalten in schräger Beleuchtung. Die Abb. 2 zeigt den ungeätzten Anschliff eines Portlandzementklinkers in 500facher Vergrößerung bei etwas schräg von oben einfallender Beleuchtung. Dadurch erhalten Vertiefungen und Erhabenheiten einseitige Schatten. Einmal befinden sich im unteren Teil der Abbildung zahlreiche kleinste Periklase, die in  $C_3A$  eingebettet sind. Sie sind härter als das  $C_3A$ , erkenntlich an den lichtabgewendeten Schatten. Gleich darüber erkennt man einen wesentlich weicheren lamellaren Graphiteinschluß, dessen Schatten dem Licht zugewendet ist, ein Zeichen für bedeutend geringere Härte gegenüber  $C_3A$ . Analogerweise verteilen sich Licht- und Schattenseiten an Poren und Schleifausbrüchen, wovon im Bilde auch einige zu sehen sind. Auf Grund solcher

*Abb. 2. Portlandzement-Klinker. Ungeätzt, Beleuchtung von schräg oben. 500:1.*

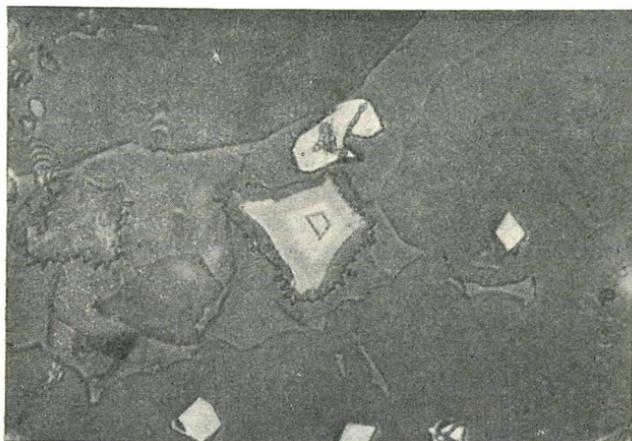
*Im unteren Bildteil harte erhabene Periklase  $< 1\mu$  und weichere lamellare Graphiteinschlüsse ( $1\mu \times 10-20\mu$ ). Im oberen Bildteil hell reflektierende Brownmilleritkristalle. Die grauen Komponenten bestehen aus  $C_3S$  und  $C_3A$ .*



Beobachtungen lassen sich für die verschiedenen Kristallgesellschaften Härteskalen aufstellen, die im Bedarfsfalle absolut sichere Hilfsmittel zur Kristallidentifizierung geben. Nur bei einzelnen Kristallen, z. B. Periklas, wechselt die Härte sehr mit der Lage der Schlißfläche des einzelnen Kristalles. Derartige Fälle müssen dann gesondert vermerkt werden, etwa wie  $MgO \cong M_2S$ .

## **Die relativen Helligkeits- bzw. Reflexionsverhältnisse**

Die oxydischen Kristallarten besitzen im Auflicht allgemein keine ausgeprägten Farben. Sie erscheinen mehr oder weniger grau. Nun gilt angenähert, daß hochlichtbrechende Kristalle im Auflicht heller erscheinen als schwachlichtbrechende. Die Abb. 3 gibt z. B. einen Spinellkristall in einer Siemens-Martin-Schlacke bei 1000facher Vergrößerung wieder. Er ist in Ferromonticellit und dieser wieder in Glas eingebettet. Spinellkristalle besitzen, besonders wenn sie noch  $FeO$  oder  $Fe_2O_3$  enthalten, stets eine höhere Lichtbrechung als die Silikate, sind daher im Auflicht heller als der Ferromonticellit. Aber nicht nur das, die verschiedenen Spinellzonen sind auch verschieden hell. Der Spinell begann seine Kristallisation  $Fe_2O_3$ -reicher, worauf der helle Kern hinweist. Schließlich war das  $Fe_2O_3$  größtenteils ver-



*Abb. 3. Siemens-Martin - Schlacke. Zonarer Spinell in Ferromonticellit und dieser wieder in Glas eingebettet. Die übrigen hellen Kristalle sind Wüstit. 1000:1.*

braucht, der Spinell kristallisierte  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -reicher und damit weniger reflektierend weiter. Zu irgendeinem Zeitpunkt erfolgte eine der üblichen Erzzugaben zu der Siemens-Martin-Schmelze. Der  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ -Gehalt der Schlacke stieg, der Spinell kristallisierte abermals eisenreicher, erkenntlich an der zweiten hellen Zone. Endlich ging die Kristallisation wieder  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ -arm und  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -reich zu Ende. Diese Helligkeitsunterschiede sagen also schon eine Menge aus. Die restlichen helleren Kristallindividuen sind Wüstit, der bekanntlich noch höher lichtbrechend ist als die in Frage kommenden Spinellkomponenten. Nebenbei könnte man mit Hilfe dieses kleinen Spinelles die Schmelzer des Siemens-Martin-Ofens auf die Zahl der Erzzugaben kontrollieren.

Die Helligkeitsverhältnisse hängen an g e n ä h e r t von der Lichtbrechung ab. Verwendet man Ölimmersionen, verstärken sich die Helligkeitsunterschiede, so daß man damit auch sehr kleine Reflexions- bzw. Brechungsverschiedenheiten wahrnehmen kann. Die Abb. 4 gibt einen Portlandzementklinker (1) im Auflicht bei Verwendung von Ölimmersion wieder. Darin unterscheiden — was bei Trockenobjektiven nicht der Fall ist — sich die großen grauen  $\text{C}_3\text{S}$ -Kristalle mit dem mittleren Brechungsindex von 1,72 noch ganz deutlich von dem dunkelgrauen  $\text{C}_2\text{A}$ , dessen  $n$  1,71 ist. Der Brownmillerit =  $\text{C}_4\text{AF}$  besonders im linken Bildteil besitzt ein  $n\beta$  von 2,05, daher auch seine große Helligkeit im Auflicht.

Auch über die Helligkeitsverhältnisse können daher gleiche Tabellen angelegt werden.

### **Das Verhalten im polarisierten Licht**

Nur in seltenen Fällen weisen oxydische Kristallarten genügenden Pleochroismus und genügende Doppelbrechung auf, um im Auflicht sichtbar zu sein. Der Reflexionspleochroismus bewegt sich aber beim Drehen des

Abb. 4. Portlandzement-Klinker in Öl-immersion, wodurch die Helligkeitsunterschiede zwischen  $C_3S$  (hellgrau) und  $C_2A$  (dunkelgrau) sehr verstärkt werden. 500:1.



Schliffes um kaum erkennbare Helligkeitsunterschiede und ist gewöhnlich wie in Abb. 5 nur an Kristallgrenzen sichtbar. Diese Abbildung stammt wieder von einer hochbasischen Siemens-Martin-Schlacke und enthält neben  $C_3S$ -Tafeln,  $C_2S$  und Wüstit noch pleochroitische Kalziumchromit-Tafeln, deren Helligkeit von der Orientierung zur Polarisationsrichtung des einfallenden Lichtes abhängt. Dies ist insbesondere aus der zentralen Kristallgruppe ersichtlich. — Die Kalziumchromitkristalle besitzen auch eine genügende Doppelbrechung, um dies im Auflicht bei gekreuzten Nikols sehen zu können (Abb. 6). Die Aufnahme ist ultrahart kopiert, um die Helligkeitsunterschiede deutlicher wiedergeben zu können.

Die Beobachtung im polarisierten Licht gestattet auch in einzelnen Fällen an Innenreflexen die Eigenfarbe des Kristalls, wie sie für Durchlicht maßgebend ist, festzustellen. Viel besser gelingt dies zwar bei Ölimmersion und normalem Licht, doch ist dann die Reinigung des Schliffes von dem Immersionsöl nicht immer ohne Nachpolieren möglich.

Abb. 5. Siemens-Martin-Schlacke. Ungeätzt. 100:1.

Die hellen Tafeln bestehen aus Kalziumchromit und sind pleochroitisch, was an den Helligkeitsunterschieden entlang des Kontaktes zweier verschieden orientierter Tafeln zu erkennen ist (Kristallgruppe in Bildmitte und links oben). Die großen grauen Kristalltafeln sind  $C_3S$ , das feinkörnige Eutektikum besteht aus  $C_2S$  und Wüstit. Die dunklen Stellen sind Poren.





*Abb. 6. Dieselbe  
Schliffstelle wie in  
Abb. 5, jedoch unter  
gekreuzten Nicols.  
100:1.*

*Deutliche Anisotropie-  
effekte an den Kalzium-  
chromit-Tafeln.*

## Die Ätzeigenschaften

Die Ätzeigenschaften besitzen bei der Kristallidentifizierung im Anschliff eine sehr große Bedeutung. Es gibt mehrere Arten von Ätzung, von welchen in diesem Zusammenhang nur die rein lösende und die Anlaufätzung interessieren (5). Über die letztere Art ist zu bemerken, daß bestimmte Ätzmittel auf der Kristallschlifffläche einen feinen Niederschlag erzeugen, der das auffallende Licht zur Interferenz veranlaßt und dadurch eine Färbung des betreffenden Kristalls hervorruft, auch wenn der Niederschlag farblos ist. Hierbei hängt die Art der Färbung sowohl von den Ätzbedingungen, wie Temperatur, Konzentration der Ätzlösung, Güte der Politur und Ätzdauer, als auch von der Orientierung der Schlifffläche zu den kristallographischen Hauptrichtungen des Kristalls ab. Das heißt, solange diese Abhängigkeiten noch nicht auf eine quantitative Grundlage gestellt sind, kann man sich nur auf die Tatsache der Färbung bzw. Nichtfärbung stützen. Dies ist aber schon ausreichend. Die erzielten Farben sind außerordentlich intensiv und kontrastreich. Ein und dieselbe Kristallart erscheint dabei in den verschiedensten Farben, aber im einzelnen Kristall einheitlich, sofern es sich nicht um zonar gebaute Mischkristalle oder Zwillinge handelt.

Man kann beide Ätzarten, die rein lösende und die Anlaufätzung, auch an ein und derselben Kristallart anwenden, was natürlich, wie die beiden nächsten Abbildungen 7 und 8 zeigen, die Sicherheit der Bestimmung sehr erhöht. Die Abb. 7 von einem Magnesitstein, aus  $MgO$ ,  $MF$  und  $C_3MS_2$  bestehend, zeigt den Anschliff nach Ätzung mit alkoholischer  $HNO_3$ . Das Ätzmittel wirkte auf die großen Periklasballen und deren  $MF$ -Entmischungen nicht ein, ätzte hingegen den Merwinit, ohne ihn zu färben. Durch die Ätzung wurde das Reflexionsvermögen und die graue Reflexionsfarbe nicht geändert. Wohl kam es durch die richtungsverschiedenen Ätzeigenschaften zu einer

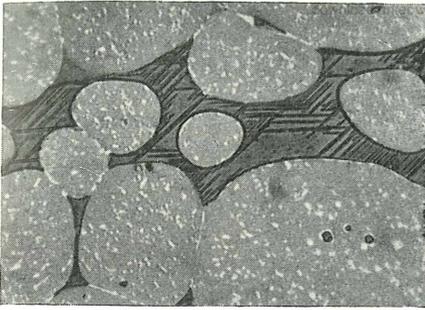


Abb. 7.

Abb. 7. Magnesitstein. Geätzt mit alkoholischer  $\text{HNO}_3$ . Durch das Ätzmittel wurde der Merwinit angegriffen, aber nicht gefärbt. 500:1.

Die Ätzung entwickelte die polysynthetische Zwillinglamellierung in ausgezeichneter Weise. Ungeätzt verblieben die Periklasballen mit den MF-Entmischungen.

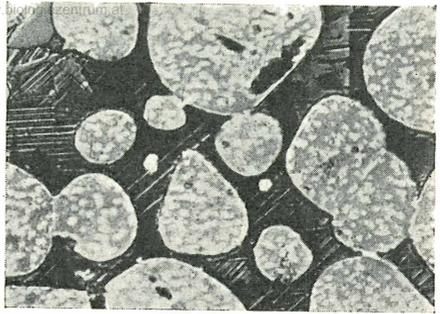


Abb. 8.

Abb. 8. Magnesitstein. Geätzt mit alkoholischer  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ -Lösung, wodurch der Merwinit intensiv gefärbt wurde. 500:1.

Sehr schöne Entwicklung der polysynthetischen Verzwilligung. Die Periklase sind wieder nicht angegriffen.

Entwicklung der Innenstruktur des Kristalls, der, wie an der Streifung erkenntlich, polysynthetisch verzwilligt ist.

Ätzt man dieselbe Probe mit alkoholischer  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ -Lösung, so wird dadurch ebenfalls nur der Merwinit angegriffen und gleichzeitig gefärbt. Die Abb. 8 stammt von derselben Probe nach eben dieser Ätzung. Die Farben kommen in der Schwarzweißphotographie natürlich nur durch eine mehr oder minder starke Schwärzung zum Ausdruck. Dabei sind die verschiedenen orientierten Lamellenscharen verschieden gefärbt. Sehr häufig entstehen Komplementärfarben, z. B. rote Lamellen auf grünem Grund usw. Mit Hilfe von Farbfilmern ergeben sich ganz wunderbare Bilder, die wesentlich klarer, als etwa analoge Dünnschliffbilder sind.

Abb. 9. Dieselbe Siemens-Martin-Schlacke wie in Abb. 5 und 6, jedoch mit  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  geätzt. Es sind hierdurch nur die  $\text{C}_3\text{S}$ -Tafeln gefärbt worden. 100:1.





Abb. 10. ♂ Dieselbe Siemens-Martin-Schlacke wie in Abb. 5, jedoch mit alkoholischer  $\text{HNO}_3$  geätzt, wodurch sowohl das  $\text{C}_3\text{S}$  wie auch das  $\text{C}_2\text{S}$  Anfärbungen erhielten. 100:1.

Ungeätzt verblieben Kalziumchromit und Wüstit.



Abb. 11. Dieselbe Siemens-Martin-Schlacke wie in Abb. 5, jedoch mit  $\text{HF}$  geätzt, das allein den Wüstit färbte (im Bild die schwarzen Punkte). 100:1.

Es liegt natürlich nahe, sämtliche Kristallkomponenten zur Ergänzung der sonstigen Bestimmungsergebnisse noch durch diese Ätzmethoden zu identifizieren. Als Beispiel hierfür möge wieder die schon erwähnte hochbasische Siemens-Martin-Schlacke (4) dienen. Nach Abb. 5 besteht die gewählte Schlacke anscheinend nur aus drei Komponenten, nämlich den hellen Kalziumchromittafeln, den hellen und kleinen punktförmigen Kristallen und einer grauen sehr weichen Grundmasse. Durch Ätzung mit  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  verfärbt sich nur ein Teil der Grundmasse, nämlich die  $\text{C}_3\text{S}$ -Tafeln (Abb. 9). Durch Behandlung mit alkoholischer  $\text{HNO}_3$  wird auch die graue Grundmasse zwischen den hellen punktförmigen Kristallen gefärbt, sie ist  $\text{C}_2\text{S}$  (Abb. 10). Frisch aufpoliert und mit  $\text{HF}$  behandelt, verfärbten sich allein

die hellen punktförmigen Kristalle (Abb. 11), sie sind Wüstit, während sich die Kalziumchromit tafeln von allen Komponenten am widerstandsfähigsten erwiesen. Selbstverständlich muß dabei die Anwendung der Ätzmittel sinnvoll den Kristallparagenesen entsprechen.

Sehr bequem lassen sich die Details an ein und derselben Schliiffstelle feststellen. Die nächsten vier Abbildungen, 12—15, stammen von einer Testprobe, die sich aus MgO, MF, C<sub>2</sub>S und C<sub>3</sub>MS<sub>2</sub> zusammensetzt. Ungeätzt (Abb. 12) erkennt man nur, sehr deutlich allerdings, die Periklaskristalle an

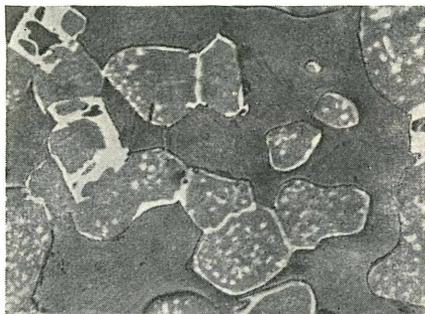


Abb. 12.

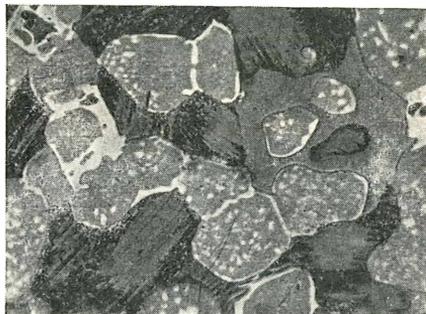


Abb. 13.

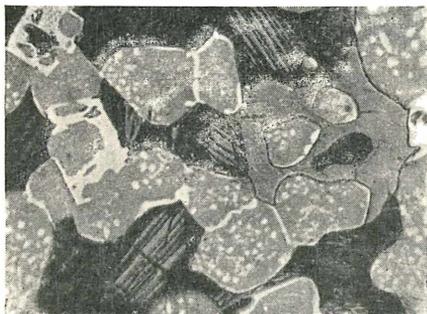


Abb. 14.

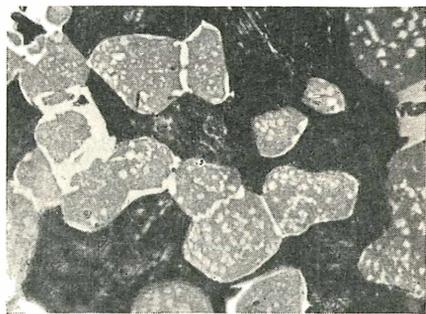


Abb. 15.

Abb. 12. Testprobe, bestehend aus MgO, MF, C<sub>3</sub>MS<sub>2</sub> und β-C<sub>2</sub>S. Ungeätzt. 500:1.

Abb. 13. Dieselbe Schliiffstelle wie in Abb. 12, geätzt mit gelbem (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S. Das β-C<sub>2</sub>S ist gefärbt. Es enthält lamellare Entmischungen von C<sub>3</sub>MS<sub>2</sub>. 500:1.

Abb. 14. Dieselbe Schliiffstelle wie in Abb. 12, geätzt mit alkoholischer HNO<sub>3</sub>. Intensivere Färbung des β-C<sub>2</sub>S, Ätzung, aber nicht Färbung des C<sub>3</sub>MS<sub>2</sub>. 500:1.

Abb. 15. Dieselbe Schliiffstelle wie in Abb. 12, geätzt mit alkoholischem Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, welches nun auch das C<sub>3</sub>MS<sub>2</sub> färbte. 500:1.

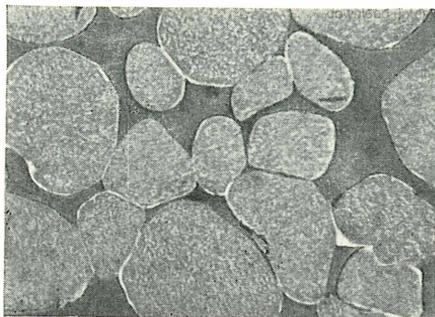


Abb. 16.

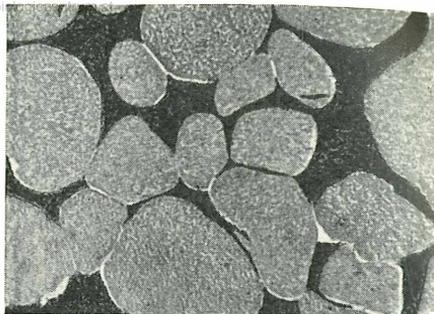


Abb. 17.

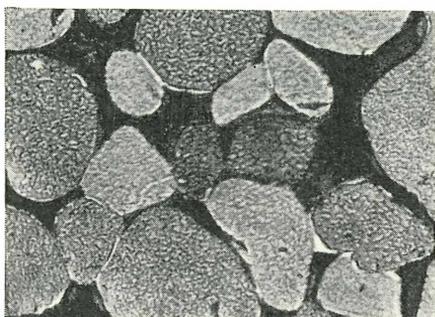


Abb. 18.

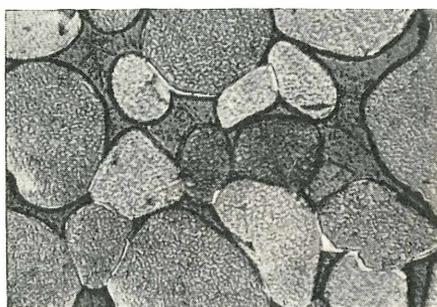


Abb. 19.

Abb. 16. Testprobe, bestehend aus  $MgO$ , MF und CMS. Ungeätzt, CMS als graue zuletzt kristallisierte Phase. 500:1.

Abb. 17. Dieselbe Schliiffstelle wie in Abb. 16, jedoch mit alkoholischer  $H_2SO_4$  geätzt, wodurch das CMS eine im Bilde dunkle Färbung erhielt. 500:1.

Abb. 18. Dieselbe Schliiffstelle wie in Abb. 16, vom  $H_2SO_4$ -Niederschlag befreit und abermals mit HF geätzt. 500:1.

Abb. 19. Dieselbe Schliiffstelle wie in Abb. 16, nun von dem HF-Niederschlag befreit. Das Relief ist durch die zweimalige Ätzung verstärkt. 500:1.

ihrem hohen Relief und den zahlreichen MF-Entmischungen, womit der Periklas eigentlich schon genügend bestimmt ist. Man könnte ihn eigens noch durch HF nachweisen, doch im vorliegenden Fall interessieren die grauen weicheren Silikate mehr, die entsprechend den Reliefandeutungen aus zwei Komponenten bestehen könnten. Durch Ätzung mit gelbem

$(\text{NH}_4)_2\text{S}$  verfärbt sich (Abb. 13) ein Teil der Silikate, die lamellare  $\text{C}_3\text{MS}_2$ -Entmischungen, schon durch andere Untersuchungen bekannt, enthalten (2). Es sind ehemalige  $\text{C}_2\text{S}$ - $\text{C}_3\text{MS}_2$ -Mischkristalle. Die zweite Silikatkomponente blieb unberührt. Mit alkoholischer  $\text{HNO}_3$  behandelt (Abb. 14), werden die  $\text{C}_2\text{S}$ -Mischkristalle intensiver gefärbt und auch die zweite Silikatkomponente geätzt, aber nicht gefärbt. Die Schlißfläche liegt gerade so, daß keine Zwillinglamellierung in Erscheinung tritt, weshalb schließlich noch ein Ätzmittel angewendet wurde, das  $\text{C}_3\text{MS}_2$  verfärbt, nämlich alkoholisches  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ . Das Ergebnis enthält die Abb. 15. Damit sind im Verein mit den übrigen Auflichtdaten, wie Härte, Helligkeit, Innenreflexe, Koexistenz mit Periklas usw., die Silikatkomponenten dieser Schlißstelle bestimmt. Derartige Serienbestimmungen an ein und derselben Schlißstelle gelingen nur an Erzmikroskopen, bei welchen die Objektive nach unten gerichtet sind. Man senkt nach Auswahl der passenden Schlißstelle den Mikroskopisch, betupft durch einen Glasstab diese Stelle mit dem Ätzmittel, also ohne Abnehmen des Schliffes. Nach bestimmter Einwirkungszeit saugt man die Ätzlösung durch Filterpapier ab, bringt auf die geätzte Stelle zum Nachwaschen einen Tropfen Alkohol und saugt wieder ab. Die Ätzung ist beendet und das Ergebnis zur Beobachtung bereit. Solche Ätzungen können in beliebiger Zahl nacheinander ausgeführt werden, so daß man an jedem Kristall, auch wenn er nur  $1\ \mu$  groß ist, die Eigenschaften prüfen kann, ohne Zeitaufwand für das Wiederfinden der gleichen Schlißstelle bei abgenommenen Schliffen. Auch ist es sehr bequem, an Aufnahmen davon noch spätere Feststellungen zu machen.

Des weiteren kann man an ein und demselben Kristall nacheinander die verschiedensten Anlaufätzungen vornehmen, wenn vor jeder neuen Ätzung die Kristallschlißfläche vom alten Niederschlag durch Lösung desselben befreit wird. Dies zeigen die Abb. 16—19. Die Abb. 16 gibt eine Testprobe, bestehend aus  $\text{MgO}$ ,  $\text{MF}$  und  $\text{CMS}$ , wieder. Die Abb. 17 enthält das Ergebnis nach Ätzung mit alkoholischer  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Der Monticellit reagiert darauf mit Anfärbung. Die Färbung kann durch alkoholische  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  z. B. wieder gelöst werden, worauf der Monticellit mit  $\text{HF}$  auf sein Verhalten geprüft werden kann. Die Abb. 18 zeigt die  $\text{HF}$ -Reaktion und die Abb. 19 schließlich die von dem  $\text{HF}$ -Niederchlag befreite Schlißstelle, die begreiflicherweise jetzt stärkeres Relief aufweist. Der Monticellit wäre nun für eine weitere Ätzung bereit. Dies hat jedenfalls den Vorteil, daß man einen bestimmten Kristall auf mehrere Ätzmittel prüfen kann.

Einige Beispiele an Zementklinkern mögen das Bisherige abrunden. Die Abb. 20 gibt einen Schachtofenklinker nach Behandlung mit  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  wieder. Es sind nur die  $\text{C}_3\text{S}$ -Kristalle gefärbt. Nachträglich mit alkoholischer  $\text{HNO}_3$  behandelt, tritt auch das  $\text{C}_2\text{S}$  hervor, erkenntlich in der Abb. 21 an den neu hinzugeetretenen rundlichen Farbstellen. Der überwiegende graue Rest könnte noch mit  $(\text{COOH})_2$  als  $\text{C}_3\text{A}$  nachgewiesen werden. Sehr häufig ist das  $\text{C}_2\text{S}$  polysynthetisch verzwilligt, sehr ähnlich wie  $\text{C}_3\text{MS}_2$ , nur reagiert das  $\text{C}_3\text{MS}_2$  auf andere Ätzmittel. Die Abb. 22 gibt einen Rotierofen-

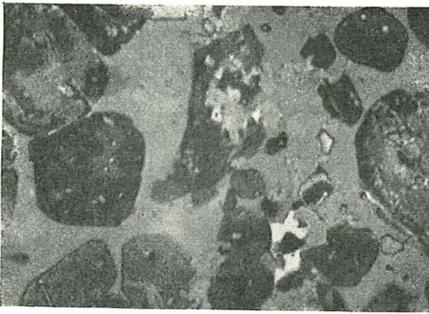


Abb. 20.

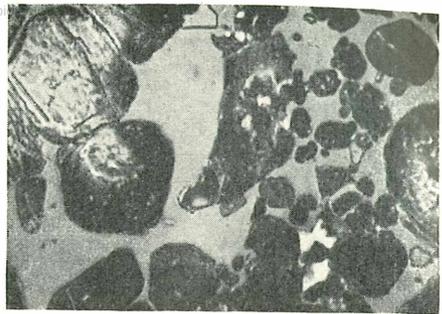


Abb. 21.

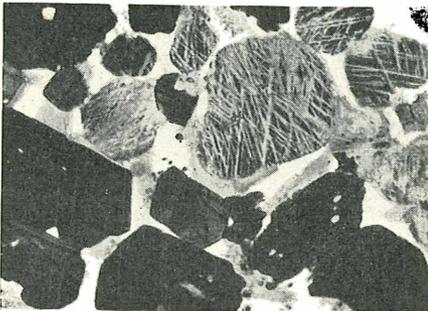


Abb. 22.

Abb. 20. Portlandzement-Klinker. Geätzt mit farblosem  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ , dadurch intensive Färbung des  $\text{C}_3\text{S}$ . 500:1.

Abb. 21. Dieselbe Schlißstelle wie in Abb. 20, jedoch anschließend mit alkoholischer  $\text{HNO}_3$  geätzt, so daß nun auch das  $\text{C}_2\text{S}$  gefärbt erscheint. 500:1.

Abb. 22. Portlandzement-Klinker, geätzt mit  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ . Intensive Färbung des  $\text{C}_3\text{S}$  und Entwicklung der polysynthetischen Zwillingslamellierung im  $\beta\text{-C}_2\text{S}$ . 500:1.

klinker nach Behandlung mit farblosem  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  wieder. Sie enthält gefärbtes  $\text{C}_3\text{S}$  und geätztes, aber nicht gefärbtes verzwillingtes  $\text{C}_2\text{S}$ . Auch  $\text{H}_2\text{O}$  kann als Ätzmittel dienen. Mit ihm läßt sich freies  $\text{CaO}$  und  $\text{C}_3\text{A}$  nachweisen. Den Nachweis des  $\text{CaO}$  zeigen die Abb. 23 und 24. Ungeätzt besitzt freies  $\text{CaO}$  im Auflicht mit Ausnahme der Schleifhärte etwa die gleichen Eigenschaften wie  $\text{C}_3\text{S}$  oder  $\text{C}_2\text{S}$  (Abb. 23). Mit  $\text{H}_2\text{O}$  verfärbt sich  $\text{CaO}$  sofort intensiv. Die Abb. 24 enthält nebenbei zwei Arten von  $\text{CaO}$ , das primär aus der Schmelzphase kristallisierte und ein sehr fein verteiltes durch Zersetzung des  $\text{C}_3\text{S}$  gebildetes (3).

Die Auswahl der Ätzmittel richtet sich in solchen Industrieprodukten, deren Entstehung zum Teil über eine Schmelzphase verlief, nach den möglichen Gleichgewichten. Zum Beispiel ist es nach dem Schmelzdiagramm für  $\text{CaO-MgO-SiO}_2$  nicht möglich, daß Periklas neben Tridymit oder Forsterit neben Wollastonit vorkommen können. Man bemüht sich daher, eine Kristallart sicher zu erkennen, welche eben am leichtesten zu bestimmen ist, und kann sofort an Hand des betreffenden Schmelzdiagramms die möglichen Kristallparagenesen ableiten, die dann die Auswahl der Ätzmittel bedingen.

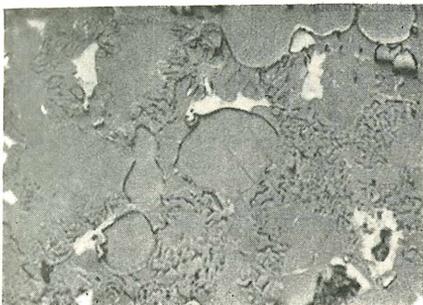


Abb. 23.

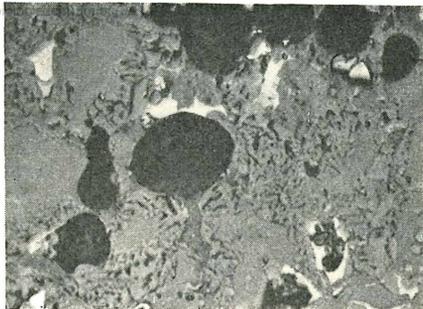


Abb. 24.

Abb. 23. Portlandzement-Klinker, ungeätzt, reliefpoliert. 500:1.

Abb. 24. Dieselbe Schlißstelle wie in Abb. 23, jedoch mit destilliertem  $H_2O$  geätzt, wodurch das freie  $CaO$  intensiv gefärbt wurde. Die großen ( $< 0,02$  mm) runden und dunklen Kristalle sind aus der Schmelzphase, die kleinen  $< 3\mu$  durch Zersetzung des  $C_3S$  entstanden. 500:1.

## Zusammenfassung

In den Ausführungen wurde dargelegt, wie man mit Hilfe verschiedener qualitativer Merkmale oxydische Kristallarten in Anschliffen bestimmen kann. Die wichtigsten Kennzeichen sind hierbei die Schleifhärte, die Reflexionsverhältnisse, das Verhalten im polarisierten Licht und die Ätzeigenschaften.

## Literatur

1. Trojer F., Mikroskopie (1947): 376 bis 382.
2. — Radex-Rundschau (1949): 22—29.
3. — und Konopicky K., Radex-Rundschau (1947): 56—62.
4. Trojer F., Berg- u. Hüttenm. Mh. (1947): 35—49.
- Travasci B., Giornale di Chimica Industria ed Applicata (1934): 538 bis 552.

# ZOBODAT - [www.zobodat.at](http://www.zobodat.at)

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: [Mikroskopie - Zentralblatt für Mikroskopische Forschung und Methodik](#)

Jahr/Year: 1949

Band/Volume: [4](#)

Autor(en)/Author(s): Trojer Felix

Artikel/Article: [Über die Bestimmung oxydischer Kristallarten in Industrieprodukten. 215-227](#)