

## DER EINFLUSS VON TONMINERALEN AUF DIE FROSTSICHERHEIT VON STRASSENBAUGESTEINEN – EIN MODIFIZIERTES MINERALKRITERIUM

Kugler, H.<sup>1</sup>, Ottner, F.<sup>1</sup>, Schwaighofer, B.<sup>1</sup>, Strasser, W.<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Institut für Angewandte Geologie, Universität für Bodenkultur Wien, Peter Jordan-Straße 70, A-1190 Wien, Tel.: ++43-(0)1-47654 / 5412 oder 5400, Fax: ++43-(0)1-47654 / 5449, e-mail: kugler@edv1.boku.ac.at

<sup>2</sup> Technische Prüfanstalt Ges.m.b.H. (TPA) Wien, Polgarstraße 30, A 1220 Wien

### Zusammenfassung

Das Mineralkriterium beinhaltet mineralogische Grenzwerte bezüglich der Fraktion < 20 µm. Diese dienen dem Zweck, ungebundene Tragschichtmaterialien (0/32mm) ergänzend zur Kornverteilung hinsichtlich der Frostempfindlichkeit überprüfen zu können und teure Frosthebungsversuche zu vermeiden.

Auf Grund methodischer Mängel und Diskrepanzen zwischen Beurteilungen nach dem bisherigen Mineralkriterium und Erfahrungen aus der Praxis wurden 15 zum Teil unterschiedliche Gesteinsmaterialien untersucht.

Ziel war es, die bisher sehr mangelhafte mineralanalytische Methodik zu verbessern und gleichzeitig die zu strengen mineralogischen Grenzwerte zu modifizieren.

Zu diesem Zweck wurden zunächst an den Fraktionen < 20 µm umfassende Mineralanalysen, granulometrische und geochemische Untersuchungen durchgeführt.

Der Auswahl einer entsprechenden Mineralanalytik kam dabei besondere Bedeutung zu, da methodisch bedingte Unterschiede in den ermittelten Mineralgehalten ein hohes Ausmaß erreichen und darüber entscheiden können, ob ein Material als frostsicher eingestuft wird oder nicht.

Nach Ausarbeitung einer komplexen mineralogischen Auswerteroutine wurden schließlich alle mineralogischen Resultate der Fraktionen < 20 µm parallel durchgeföhrten Frosthebungsversuchen an den Gesamtkörnungen (Simulation der Praxis) gegenübergestellt.

Durch entsprechende Korrelationen mit mäßiger bis guter Signifikanz konnten frostrelevante Mineralmischungen identifiziert werden.

Zur mineralogischen Beurteilung der Frostempfindlichkeit eines Materials wurde schließlich empfohlen, dessen mittlere relative (positive und negative) mineralogische Grenzwertabweichungen in Form eines neuen Summenparameters zu berücksichtigen.

Obwohl kein einziger bestehender Grenzwert verändert werden musste, zeigte diese gesamtheitliche Betrachtung bedeutend bessere Übereinstimmung mit den Frosthebungen als die bisherige Handhabung des Mineralkriteriums, wonach bereits die geringfügige Überschreitung eines einzigen Grenzwertes ausreicht, um ein Material als frostempfindlich zu disqualifizieren.

### 1 Problemstellung

In Österreich wird zur Beurteilung der Frostsicherheit von Korngemischen ungebundener Tragschichtmaterialien (v.a. für den Straßenbau) gemäß ÖNORM B 4811 (2001) verfahren (Überblick s. KUGLER et al., 2001).

Das sogenannte Mineralkriterium ist ein wesentlicher Teil dieses Beurteilungsverfahrens. Es legt Grenzwerte für die wichtigsten Tonmineralgruppen (als „aktive“ Minerale bezeichnet) in Abhängigkeit der Feinanteile (< 20 µm) an der Gesamtkörnung (meist 0/32 mm) fest. Das

Minerkriterium soll dadurch ermöglichen, dass eventuell auch Korngemische mit > 3 M.-% Feinanteilen < 20 µm (in Anlehnung an das alte Kriterium von CASAGRANDE, 1931) für den frostsicheren Strassenbau verwendet werden können. Im Optimalfall (keine frostgefährlichen Tonminerale im Korngemisch vorhanden) gelten dadurch auch Materialien bis 8 M.-% Feinanteilen < 20 µm als frostsicher.

Grundsätzlich hat sich das Minerkriterium bisher diesbezüglich bewährt, allerdings erwiesen sich die mineralogischen Grenzwerte in vielen Fällen als zu streng und das mineralogische Auswertereverfahren als zu ungenau und zu aufwändig. Materialien, die sich in der Praxis als frostsicher erwiesen, bestanden das Minerkriterium oft nicht.

Aufgabe war es daher, die mineralogische Auswerteroutine zu verbessern und auf Basis genauerer Mineralanalysen die zu strengen Grenzwerte des Minerkriteriums zu überprüfen und gegebenenfalls zu modifizieren.

## 2 Materialien

Es wurden 15 Frostschutzmaterialien mit Kornverteilungen von 0/32 bis 0/45 mm ausgesucht, welche das in Österreich verwendete Gesteinspektrum weitgehend repräsentieren, bzw. bisher nicht oder nur ungenügend im Minerkriterium beachtete Mineralien enthalten (s. Tab. 1).

Die Probennahme (6 x 30 kg erdfreucht) erfolgte in Steinbrüchen oder Kiesgruben direkt von den entsprechenden Halden, welche zuvor mit einem Radlader homogenisiert wurden.

Tab. 1: Art, Herkunft und Kurzbezeichnung der verwendeten Materialien.

Gestein	Herkunft	Kurzbezeichnung
Amphibolitbrekzie	Jungpaläozoikum der Zentralalpen	A
Diabas	Grauwackenzone	D1
Diabas	Grauwackenzone	D2
Kies	fluvio-glazialer Kies	K1
Kies	periglazialer Terrassenschotter	K2
Serpentinit	Zentralalpen	S1
Serpentinit	Penninikum	S2
Serpentinit	Penninikum	S3
Basalt	Steirisches Tertiärbecken	B1
Basalt	Zentralalpen	B2
Basalt	Steirisches Tertiärbecken	B3
Grünschiefer	Penninikum	GS
Granit	Moravikum der Böhmisches Masse	Gra
Karbonatgestein	Grazer Paläozoikum	Ka
Kersantit	Moldanubikum der Böhmisches Masse	Ker

## 3 Methoden

### 3.1 Überblick

Im Labor wurden die Anteile > 32 mm abgesiebt, die verbleibende Körnung 0/32 mm war nach modifizierter Proctorverdichtung (Simulation der Verdichtung und Kornverfeinerung beim Baustelleneinbau gemäß ÖNORM B 4810, 2001) Ausgangspunkt für die weiteren Untersuchungen:

- Das proctorverdichtete Material wurde einerseits Frosthebungsversuchen unterzogen, welche im Rahmen des Beurteilungssystems für die Frostsicherheit die relevante Bezugsgröße darstellen und definitive Aussagen zulassen, ob ein Material frostsicher ist oder nicht.
- Andererseits wurden vom proctorverdichteten Material die Feinteile < 20 µm abgesiebt und mineralogischen Analysen unterzogen.

Die Gegenüberstellung der möglichst genau ermittelten Mineralverteilung mit den Ergebnissen der Frosthebungsversuche sollte schließlich die Verifizierung und gegebenenfalls die Modifizierung der Grenzwerte des Minerkriteriums ermöglichen.

### 3.2 Frosthebungsversuche

Die Durchführung der sensiblen Frosthebungsversuche erfolgte in genauer Befolgung von ÖNORM B 4810 (2001).

### 3.3 Mineralanalysen

Die Schwierigkeiten reproduzierbarer, v.a. aber vertrauenswürdiger und laborübergreifend vergleichbarer Tonmineralanalysen ist hinreichend bekannt (z.B. OTTNER et al., 1996). Da für das Minerkriterium aber die Fraktion < 20 µm von Relevanz ist, muss in den meisten Fällen mit z.T. beträchtlichen Anteilen detritärer, bzw. gesteinsbildender Minerale wie Quarz, Feldspäten und Feldspatvertretern, Amphibolen, Pyroxenen oder Serpentinen gerechnet werden. Auch deren quantitativ genauer Erfassung kommt große Bedeutung zu, weshalb sich der analytische Aufwand erhöhen kann und die realistische Erfassung aller Mineralanteile erschwert.

Auf Grund der generell bekannten methodischen Unsicherheiten und der damit in unmittelbarem Zusammenhang stehenden Konsequenz hinsichtlich der Verwendbarkeit eines Materials gemäß Minerkriterium kommt einer sorgfältigen Überprüfung gängiger mineralanalytischer Methoden besondere Bedeutung zu.

Deshalb wurde die bisher im Rahmen des Minerkriteriums vorgeschriebene Auswerteroutine mit anderen Methoden verglichen, um Klarheit über deren quantitative Aussagekraft, bzw. Vertrauenswürdigkeit zu erlangen.

#### 3.3.1 Bisher vorgeschriebene Auswerteroutine (MA-RVS)

##### 3.3.1.1 Qualitative Gesamt- und Tonmineralanalyse

Die Fraktionen < 20 µm (und in Ergänzung auch alle anderen Siebfractionen) wurden gemäß WHITTIG (1965) präpariert und mittels Philips PW 1710 Röntgendiffraktometer mit Bragg-Brentano Geometrie ( $\text{Cu K}\alpha$  - Strahlung; 45kV, 40mA) von  $2 - 70^\circ 2\Theta$  geröntgt (XRD-Analyse).

Die Betriebszeit der Röhre betrug zum Zeitpunkt der Messung aller Proben des Forschungsvorhabens im Mittel etwa 2700 Std..

Die qualitative Auswertung aller Peaks im Pulverpräparat erfolgte mittels FPS (Fast Pattern Search)-Programm, unklare Reflexe wurden mit JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards)-Dateiblättern (Referenzdateien) verglichen und qualifiziert (MINERAL POWDER DIFFRACTION FILE, 1980).

Zur qualitativen Tonmineralanalyse der Fraktion < 20 µm (in Ergänzung auch der Tonfraktion < 2 µm) wurden nach Dispergierung und monoionarer Belegung mit 1 N  $\text{MgCl}_2$  - bzw.

KCl – Lösung Texturpräparate hergestellt (KINTER & DIAMOND, 1956). Nach der Röntgenaufnahme wurden die Proben mit Glycerin, Ethylenglycol und DMSO aufgeweitet, geröntgt und abschließenden Kontraktionstests durch Temperung bei 550°C unterzogen. Die Identifizierung der Tonminerale erfolgte generell nach BRINDLEY & BROWN (1980), THOREZ (1975), MOORE & REYNOLDS (1997) und WILSON (1987).

### 3.3.1.2 Semiquantitative Gesamt- und Tonmineralanalyse

Nach qualitativer Auswertung erfolgte die bisher übliche semiquantitative Bestimmung der einzelnen Mineralphasen der Fraktion < 20 µm gem. RVS 11.062 (1997) an einem geröntgten texturfreien Kunsthärzpräparat (Viapal) in modifizierter Weise nach SCHULTZ (1964). Gem. RVS 11.062 (1997) werden dabei aber nur Quarz, Kalifeldspat, Plagioklas, Kalzit, Dolomit und die Gesamtschichtsilikate über Peakintensitäten und entsprechende korrigierende Intensitätsfaktoren erfasst (s. Tab. 2). Der Quotient aus Reflexhöhe [mm] und Intensitätsfaktor ergibt einen Zahlenwert für die entsprechende Mineralgruppe, die Summe der Zahlenwerte entspricht der Summe des Mineralbestandes. Die einzelnen Zahlenwerte in [%] ergeben schließlich die Mineralanteile im Korngemisch.

Tab. 2: Daten zur semiquantitativen Gesamtmineralanalyse gemäß RVS 11.062 (1997).

Minerale	Auswertungspeak [°20]	Intensitätsfaktor
Quarz	26,6	2000
Plagioklas	28,0	1000
Kalifeldspat	27,5	1000
Kalzit	29,4	1000
Dolomit	31,0	1000
Gesamtschichtsilikate	19,9	100

Die im Rahmen der Tonmineralanalyse noch weiter in Kaolinit-, Chlorit-, Glimmer-, Smektit- und Vermikulitgruppe untergliederten Gesamtschichtsilikate werden mittels Peakflächen und gemäß RVS 11.062 (1997) definierten Korrekturfaktoren (s. Tab. 3) nach SCHULTZ (1964) relativ zueinander semiquantitativ ausgewertet.

Tab. 3: Gegenüberstellung Korrekturfaktoren RVS 11.062 / Inst. f. Angewandte Geologie (IAG; in Anlehnung an RIEDMÜLLER, 1978).

	Bereich des Auswertungspeaks [Å]	Korrekturfaktoren RVS 11.062 für MA-RVS	Korrekturfaktoren IAG für EMA
Glimmergruppe	10	1	1
Chloritgruppe	7	0,54	- *
Kaolinitgruppe	11,3	0,45	- **
Kaolinit	11,3	-	0,45
Fireclay	7	-	1,31
Smektitgruppe	18	0,35	0,3
Vermiculitgruppe	14	0,37	0,35

\* Mineralgehalte über Eichkurve bestimmt

\*\*Untergliederung in Kaolinit und Fireclay

### 3.3.2 Erweiterte Mineralanalyse (EMA)

#### 3.3.2.1 Qualitative Gesamt- und Tonmineralanalyse

Die qualitative Bestimmung der Minerale erfolgt analog MA-RVS (s. Kap. 3.3.1.1).

#### 3.3.2.2 Semiquantitative Gesamt- und Tonmineralanalyse

Im Unterschied zur MA-RVS werden im Rahmen der EMA der weitaus größte Teil der geesteinsbildenden Minerale und Chlorit über externe Standards über entsprechende regressiv ermittelte Eichkurven mittels XRD in absoluten Prozentgehalten (angenähert) ermittelt. So- wohl Messung der Eichminerale, als auch der Proben erfolgte zeitlich knapp hintereinander, sodass hinsichtlich des Röhrenalters vergleichbare Peakintensitäten gegeben waren.

Darüberhinaus wurden mit ergänzenden Methoden der Karbonatgehalt bestimmt, aber auch die pedogenen Oxide und der organische Kohlenstoff quantitativ berücksichtigt:

Die Karbonatbestimmung erfolgte durch die Schnellbestimmung nach Scheibler (SCHLICHTING et al., 1995) unter Verwendung von 15 %iger HCl.

Die pedogenen Oxide wurden mit Na-Dithionit in lösliche Form gebracht (MEHRA & JACKSON, 1960), die Untersuchungen der Dithionitextrakte erfolgte mittels ICP-MS der Type Perkin Elmer Elan 5000 A.

Die Analyse des organischen Kohlenstoffes wurde mittels eines C-Analysators LECO SC – 444 durchgeführt. Durch Abzug des Kohlenstoffes, der in Karbonaten gebunden war, konnte der organisch gebundene Kohlenstoff ermittelt werden.

Der verbleibende Restgehalt sollte im Wesentlichen den Gesamtschichtsilikaten (außer Chlorit, Serpentin und Talk, die über Eichkurven bestimmt wurden) entsprechen:

$$\text{Gesamtschichtsilikate [%]} = 100 [\%] - \text{Minerale (mittels Standards ermittelt)} [\%]$$

Die Gesamtschichtsilikate wurden prinzipiell wie in RVS 11.062 (1997) mittels XRD-Identifizierung in die einzelnen Tonmineralgruppen untergliedert.

Die semiquantitative Berechnung erfolgte im Vergleich zu MA-RVS mit (leicht) modifizierten Korrekturfaktoren (s. Tab. 3, rechte Spalte).

### 3.3.3 Komplexe Mineralanalyse (KMA)

Die KMA umfasst neben der XRD als unbestrittene Kernmethode zusätzlich besonders die Simultane Thermoanalyse (STA) und die geochemische Analyse (RFA).

Das Grundprinzip beruht auf einer sorgfältigen Qualifizierung aller Peaks, bzw. Mineralphasen mittels XRD, einer ersten Quantifizierung geesteinsbildender Minerale über Eichminerale, der Quantifizierung von Schichtsilikaten (besonders quellbarer Phasen) mittels STA und schließlich Verifizierung und Adaptierung der bis dahin ermittelten Gehalte durch Gegenüberstellung mit den chemischen Daten.

Durch ständigen Vergleich der sich aus den ausgewerteten Mineralen ergebenden Elementoxidgehalte mit den RFA-Messungen können u.U. definitive Ausschlüsse vermuteter Minerale, bzw. auch Annahmen wahrscheinlicher Minerale getroffen werden.

In jedem Fall ist eine gute chemische Abschätzung des Bereiches bestimmter Mineralgehalte (Min. / Max.) möglich.

Es handelt sich bei diesem Methodenkomplex um einen iterativen Prozess, bei dem die Auswertungen nach den einzelnen Methoden miteinander in Wechselwirkung stehen und ständig angeglichen werden müssen.

Die KMA soll die Schwächen der bisherigen Auswertemethodik (MA-RVS) aufzeigen und gleichzeitig Lösungsansätze für eine verbesserte Mineralbestimmung anbieten.

### 3.3.3.1 Qualitative Gesamt- und Tonmineralanalyse

Die qualitative Bestimmung der Minerale erfolgt ebenfalls analog MA-RVS (s. Kap. 3.3.1.1), bzw. EMA.

Im Unterschied zur EMA wurden weitere Analysemethoden hinzugezogen (s. Kap. 3.3.3.2), wodurch manchmal Minerale zusätzlich zur XRD identifiziert, in den meisten Fällen aber zumindest verifiziert werden konnten.

### 3.3.3.2 Quantitative Gesamt- und Tonmineralanalyse

Durch Ergänzung der XRD als Kernmethode um weitere, nach völlig unterschiedlichen Prinzipien arbeitenden Methoden kann besonders in quantitativer Hinsicht eine bedeutende Verbesserung der Resultate erzielt werden.

#### 3.3.3.2.1 Geochemische Analysen (Röntgenfluoreszenzanalyse RFA)

Die Ermittlung der Haupt- und Spurenelementzusammensetzung der Proben (Fraktionen < 20 µm und < 2 µm) wurde mittels RFA durchgeführt (wellenlängendiffusives Röntgenfluoreszenzspektrometer Philips PW2400, Anregungsspannung 60 kV, Anodenmaterial der Röntgenröhre Rh, Analysatorkristalle LiF200, LiF220, Ge, PET und ein Multilayerkristall PX1, Durchfluss-, Xe-gefüllter Detektor und Szintillationsdetektor mit automatischem Probenwechsler).

Zur Probenvorbereitung wurden ungefähr 5 g Probe in einer halbautomatischen Tablettenpresse mit einem Druck von 20 Tonnen in einem Bett aus Borsäure zu Tabletten (40 mm Durchmesser) verpresst. Weiters wurde der Glühverlust im Muffelofen bei 1000°C bestimmt.

Die Ergebnisse der chemischen Analysen waren schließlich wesentliche Grundlagen, Minimal- bzw. Maximalwerte bestimmter Minerale abzuschätzen (z.B. Pyrit, Apatit, Karbonate) und durch andere Methoden ermittelte Mineralgehalte auf Plausibilität zu überprüfen und Korrekturen vorzunehmen.

Die Daten aus der RFA wurden zu diesem Zweck jenen Elementoxidegehalten gegenübergestellt, die sich aus der Multiplikation der über die jeweilige Methode bestimmten Mineralgehalte mit den entsprechenden Elementoxidegehalten der eigens angefertigten geochemischen Berechnungstabelle ergaben. In dieser Tabelle wurden unter Selektion von Ausreißern durchschnittliche Elementoxidegehalte für bestimmte Minerale aus der Literatur zusammengefasst (DEER et al., 1962, NEMECZ, 1981, RÖSLER & LANGE, 1976, BAILEY, 1991). Sie umfasst über 20 Mineralgruppen (Differenzierung von insgesamt etwa 60 Einzelmineralen) und eine Aufgliederung in ca. 20 verschiedene Elementoxide.

Darüberhinaus konnten die wahrscheinlichen Gehalte glimmerartiger Minerale berechnet werden. Auf Grund der fehlerbehafteten Bestimmung der Gesamtschichtsilikate aus der Röntgendiffraktometrie und kaum zu differenzierender Peaküberlagerungen mit anderen Mineralen bei der Simultanen Thermoanalyse (s. Kap. 3.3.3.2.2) wurden die Glimmergehalte chemisch berechnet:

Dazu wurden auf Basis der geochemischen Berechnungstabelle die K-Gehalte aus der chemischen Analyse nach Abzug aller in einer Probe mittels Standards quantifizierbaren K-hältigen Minerale (besonders Kalifeldspäte) auf durchschnittliche K-Gehalte von Mineralen der Glimmergegruppe bezogen. Dadurch konnten die wahrscheinlichen Schwankungsbreiten der Glimmergehalte einer Probe ermittelt und so bei der Simultanen Thermoanalyse quantitativ berücksichtigt werden.

#### 3.3.3.2.2 Simultane Thermoanalyse (STA)

Die Proben wurden mittels Differenzialthermoanalyse (DTA), Thermogravimetrie (TG) und zusätzlich Differential Scanning Calorimetry (DSC) an Hand von STA 409 PC (Fa. Netzsch) simultan untersucht.

Dabei wurden etwa 50 mg bei 80°C vorgetrocknetes Probenmaterial in einem Platintiegel eingewogen und mit konstanter Aufheizrate von 10°C pro Minute von 20 bis 1100°C gemessen.

Der Schwerpunkt der STA im Rahmen dieses Forschungsprojektes lag besonders in der quantitativen Bestimmung von quellbaren Tonmineralen (Smektit- und Vermikulitgruppe, bzw. quellfähige Mixed Layer-Minerale).

Die Entwässerungen des adsorptiv gebundenen Zwischenschichtwassers dieser Minerale ist oft nicht eindeutig von der Verdunstung an der äußeren Oberfläche anhaftenden Wassers (feuchte Probe) zu trennen, was u.U. zur Überbestimmung quellbarer Phasen führen kann.

Daher wurden alle Proben < 20 µm standardmäßig bei 80°C über mehrere Tage getrocknet und unmittelbar darauf gemessen. Die Entwässerung im Bereich zwischen 60-80°C konnte dadurch verringert werden. Geringfügige Entwässerungen erfolgten in diesem Temperaturbereich dennoch, weil die Proben während der wenigen Minuten, bis die Messtemperatur wieder 80°C erreicht hatte, Wasser aufnahmen.

Ebenfalls standardisiert wurde bei eindeutigem Vorliegen quellbarer Phasen (gemäß XRD und FT-IR) ein Auswertebereich von zumeist 100 – 220°C ( $\text{H}_2\text{O}^{+}$ ) als realistischer, erster Orientierungswert für die Berechnung quellbarer Phasen. Zur Abschätzung des Maximalwertes (in Bezug auf den Gewichtsverlust) wurde noch der Bereich um etwa 70 – 100°C hinzugefügt.

Gewichtsverluste anderer identifizierter Minerale bei diesen geringen Temperaturen wurden entsprechend ihrer Quantitäten (aus XRD) und Wassergehalte (DEER et al., 1962, NEMECZ, 1981, RÖSLER & LANGE, 1976, BAILEY, 1991) berücksichtigt (s. Tab. 4).

Die so ermittelten Gehalte an quellbaren Phasen wurden adäquat bei der Entwässerung des Konstitutionswassers ( $\text{H}_2\text{O}^{+}$ ) abgezogen. Der restliche Gewichtsverlust wurde anderen entsprechend der XRD qualifizierten Mineralen zugeordnet. Dabei wurde ein etwaiger Glimmergehalt aus der chemischen Berechnung (s. Kap. 3.3.3.2.1) für eine erste Kalkulation im Bereich der Konstitutionswasser-Entwässerung berücksichtigt und entsprechend abgezogen.

Grundlage der Berechnung von Mineralgehalten aus deren Masseverlusten waren Literaturwerte (DEER et al., 1962, NEMECZ, 1981, RÖSLER & LANGE, 1976, BAILEY, 1991) und z.T. eigene Erfahrungswerte.

Eine Zusammenstellung der zur Kalkulation herangezogenen Wassergehalte verschiedener Minerale findet sich in der folgenden Tab. 4.

Für die Abzüge des Adsorptionswassers und des Konstitutionswassers der Glimmer (entsprechend der aus der chemischen Analyse ermittelten Gehalte) wurden die Werte für Muskowit (bzw. Biotit) herangezogen, auch wenn es sich gem. XRD eher um illitisches Material handelte.

Der Hintergedanke dafür beruht auf der sehr unsicheren Charakterisierung eines Illites, der etwa nach HOWE & MOWATT (1966) als mineralogisches Endglied der Montmorillonit-Mixed-Layer-Gruppe zu verstehen ist.

SRODRON (1984) unterscheidet ebenfalls „Illit“ als 100% nicht expandierbares Mineral und „Illitisches Material“ (illitic material) als Gruppenname, der die mögliche Anwesenheit quellbarer Schichten miteinschließt.

Dementsprechend verhalten sich auch gewisse Anteile des „illitischen Materials“ wie quellbare Phasen, wodurch der höhere adsorptiv gebundene Wassergehalt von Illiten im Vergleich zu hochgeladenen Glimmern erklärbar wird.

Aus diesem Grund wurde mit den geringeren Wassergehalten des Muskowits (bzw. Biotits) gerechnet und gleichzeitig der imaginäre Restwassergehalt aus der Differenz Illit / Muskowit (bzw. Biotit) den quellbaren Phasen zugeschlagen.

Dies mag zwar zu einer geringen Überbestimmung definierter quellbarer Tonmineralgruppen (Smektit, Vermikulite) führen, der gesamte Umfang „quellbarer Phasen“ kann dadurch aber genauer ermittelt werden.

Tab. 4: Zusammenstellung der Zwischenschicht- ( $H_2O'$ ) und Konstitutionswassergehalte ( $H_2O^+$ ).

Mineralgruppen	Minerale	$H_2O_{ges}$	$H_2O'$	$H_2O^+$
FSP-Vertreter	Analcim	8,3	0,0	8,3
Glimmergruppe	Muskowit	4,6	0,1	4,5
	Biotit (magmatisch)	2,4	0,2	2,2
	Talk	5,0	0,1	5,0
Chlorite	Fe-reiche Chlorite	11,1	0,6	10,5
	Mg-reiche Chlorite	12,5	0,3	12,3
Serpentine	Chrysotil (NEMECS)	14,8	1,3	13,5
	Lizardit (NEMECS)	13,3	0,0	13,3
	Antigorit (NEMECS)	12,1	0,0	12,1
	Chrysotil (DEER)	14,7	0,9	13,8
	Lizardit (DEER)	13,7	0,4	13,3
	Antigorit (DEER)	12,4	0,0	12,3
Kaolinitgruppe	Kaolinit / Dickit/ Nakrit	14,3	0,3	14,0
Smektitgruppe	Montmorillonit	21,8	13,9	7,9
	Nontronit	22,2	15,3	7,0
	Stilpnomelan	8,7	1,8	6,9
	Vermikulit	19,7	8,1	11,6

Die nach verschiedenen Autoren doch geringfügig unterschiedlichen Gehalte der Serpentine wurden nicht gemittelt, sondern als Grundlage für die Berechnung von Bereichen für Serpentingehalte herangezogen.

Dies macht insoferne Sinn, als Serpentinite zum überwiegenden Teil aus Serpentinmineralen bestehen und daher geringfügige Unterschiede in der Annahme des Wassergehaltes zu größeren Differenzen im Ergebnis absoluter Serpentingehalte führen können.

Die Wassergehalte der Minerale der Smektitgruppe stellen ein Problem dar, weil es sich um eine äußerst heterogene Mineralgruppe handelt.

Auf Grund des generell häufigen Auftretens des Montmorillonites wurden diese Werte für die meisten Berechnungen herangezogen.

Beidellit kommt seltener vor, außerdem scheinen die Kristallwasserwerte im Vergleich mit eigenen Referenzmessungen sehr hoch. Beidellit wurde daher grundsätzlich nicht berücksichtigt.

Nontronit fand grundsätzlich bei den Basalten stärkere Beachtung.

Auch bei Vermikulit wurde mangels hinreichender eigener Referenzmessungen bis dato auf die angegebenen Literaturwerte zurückgegriffen.

### 3.3.3.2.3 Alkylammonium-Methode

Das Verfahren beruht darauf, dass die Proben zunächst mit  $Na^+$  und anschließend mit  $n$ -Alkylammoniumionen der allgemeinen Formel  $C_nH_{2n+1}NH_3^+$  (mit  $n = 6 - 18$ ) belegt werden. Dies ermöglicht einerseits über die röntgenographische Bestimmung der Schichtabstände eine Abschätzung der Schichtladung, andererseits verstärkt sich die Intensität der Reflexe (weil mit steigenden Schichtabständen der Polarisations- und Lorentzfaktor ansteigt, WEISS, et al., 1971).

Dieses Verfahren eignet sich daher zum sicheren röntgenographischen Nachweis sehr geringer Mengen quellbarer Substanzen bis herab zu Gehalten von ca. 1 M.-% (WEISS, et al., 1971, LAGALY & WEISS, 1971).

Für die untersuchten Fraktionen  $< 20 \mu m$  wurde Octadecyl-Ammonium ( $n = 18$ ) verwendet und nach dem beschleunigten Verfahren gemäß RUEHLICKE & KOHLER (1981) vorgegangen.

Durch die Alkylammonium-Methode konnten in Einzelfällen Gehalte quellbarer Minerale definitiv bestätigt oder ausgeschlossen werden.

### 3.3.3.2.4 Infrarotspektroskopie (FT-IR)

In Ergänzung zur röntgenografischen und thermoanalytischen Mineralanalyse wurden von allen Proben  $< 20 \mu m$  IR-Spektren mittels FT-IR Spectrometer Spectrum 1000 (Fa. Perkin Elmer) aufgezeichnet.

Die Stärken des FT-IR liegen in der Identifikation verschiedener Tonminerale und deren Kristallinität, aber auch von verschiedenen Karbonaten, wodurch Bestätigungen anderer Analysen oder auch wertvolle Zusatzinformationen erhalten werden konnten.

## 4 Resultate

### 4.1 Vergleich der mineralanalytischen Routinemethoden

Ein wesentliches Ziel dieses Forschungsvorhabens war es, die aus der Praxis bekannter Weise zu strengen Grenzwerte des Mineralkriteriums zu verifizieren und gegebenenfalls zu modifizieren.

Unerlässliche Voraussetzung dafür war, eine vertrauenswürdige Mineralanalyse als wirksames Instrument zur Verfügung zu haben.

Aus diesem Grund wurde die bisher übliche, gleichzeitig aber sehr fehlerbehaftete Auswerterroutine gemäß Mineralkriterium (MA-RVS: semiquantitative Auswertung der Tonminerale über Peakintensitäten und Korrekturfaktoren, sowie Nicht-Berücksichtigung vieler gesteinbildender Minerale) einer erweiterten (EMA) und schließlich einer komplexen Mineralanalyse (KMA) gegenübergestellt.

Vergleiche der nach der jeweiligen Methode ermittelten Mineralgehalte zeigten zum Teil enorme Unterschiede, auch hinsichtlich der im Rahmen des zu untersuchenden Mineralkriteriums relevanten Gruppe der „aktiven“ Minerale, also der Tonminerale (s. Abb. 1 und Abb. 2, links unten).

An dieser Stelle wird daher angesichts der großen Differenzen ersichtlich, dass bereits die Auswahl der mineralanalytischen Methode darüber entscheiden kann, ob ein Material nach dem derzeitigen Mineralkriterium als frostsicher gilt oder nicht.

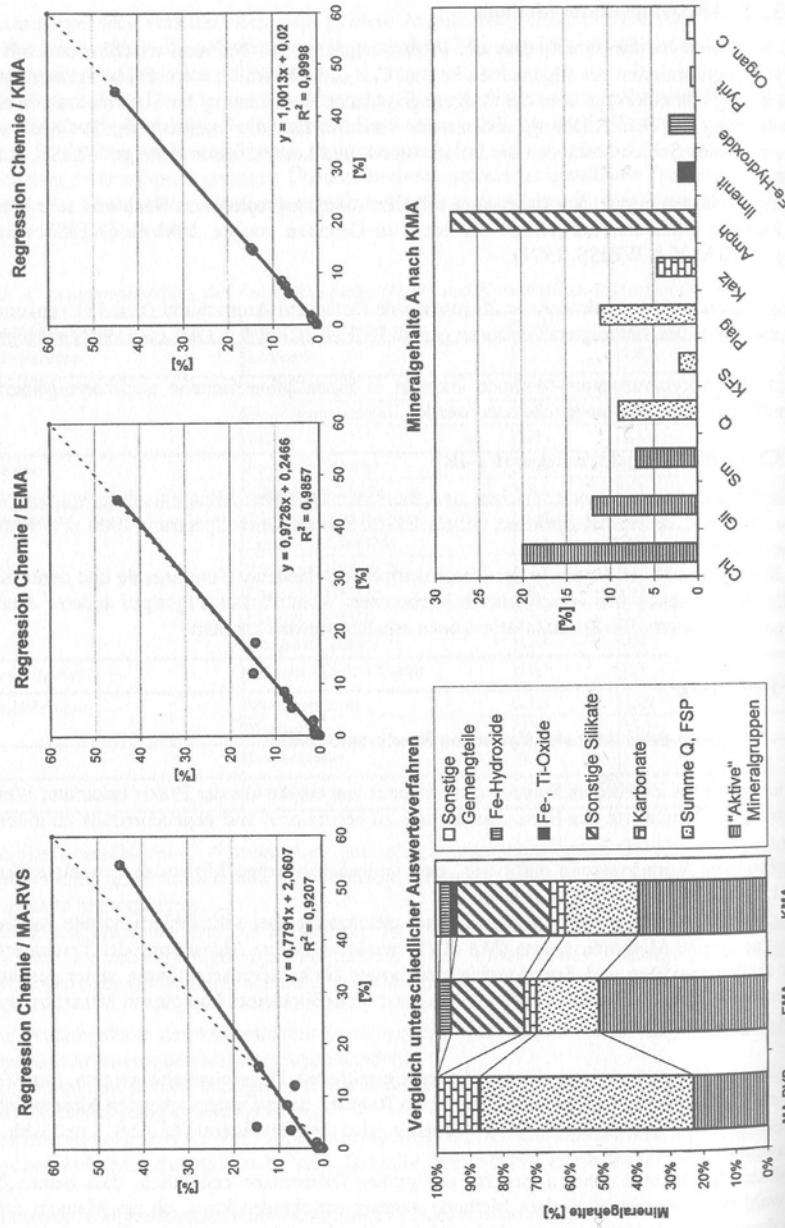


Abb. 1: Amphibolitbrekzie A: Gegenüberstellung der drei Auswertemethodiken mit der chemischen Analyse, Vergleich der jeweils ermittelten Mineralgehalte und endgültige Mineralverteilung gemäß KMA. Chl=Chlorit, Gli=Glimmer, Sm=Smektit, Q=Quarz, KFS=Kalifeldspat, Plag=Plagioklas, Kalz=Kalzit, Amph=Amphibol.

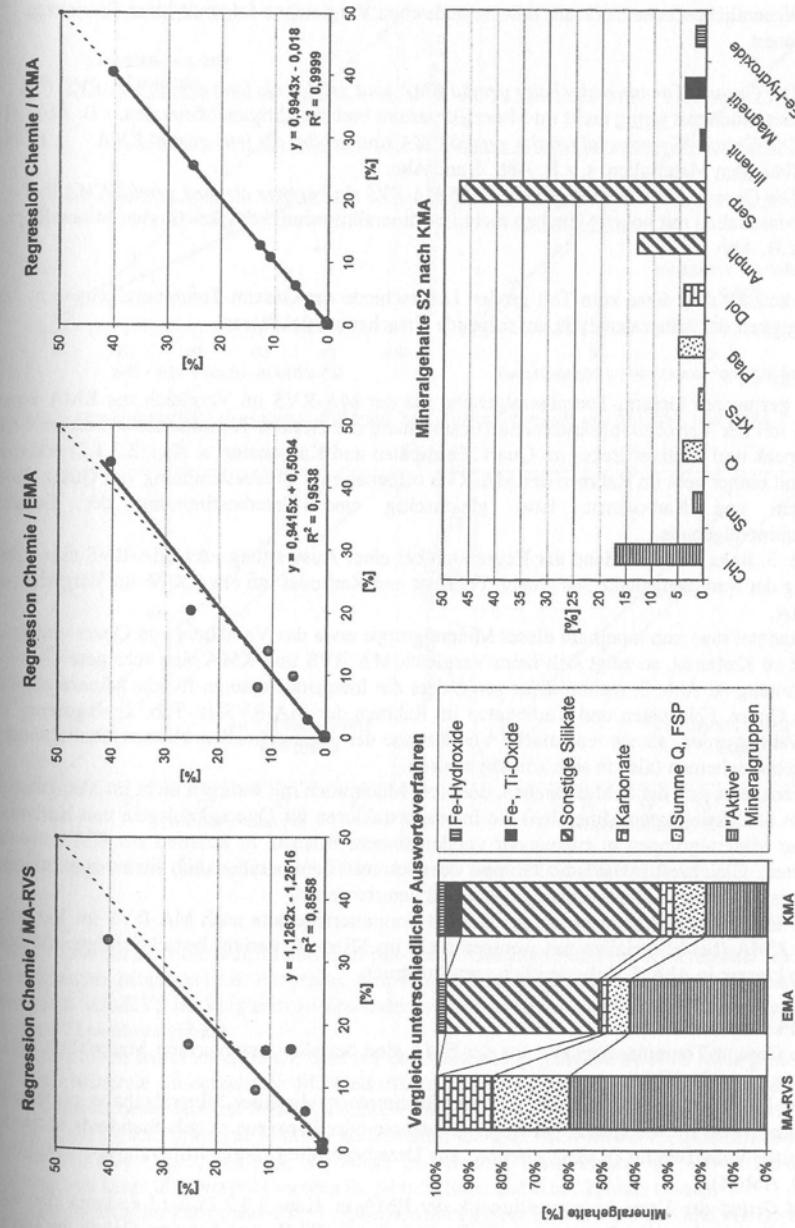


Abb. 2: Serpentinit S2: Gegenüberstellung der drei Auswertemethodiken mit der chemischen Analyse, Vergleich der jeweils ermittelten Mineralgehalte und endgültige Mineralverteilung gemäß KMA. Chl=Chlorit, Sm=Smektit, Q=Quarz, KFS=Kalifeldspat, Plag=Plagioklas, Dol=Dolomit, Amph=Amphibol, Serp=Serpentin.

Im Wesentlichen lassen sich aus den methodischen Vergleichen folgende klare Tendenzen erkennen

1. Die Gesamt-Tonmineralgehalte gemäß KMA sind größer als jene gemäß MA-RVS (bei Gesteinen mit wenig nicht im Mineralkriterium berücksichtigten Mineralen, z.B. Abb. 1)
2. Die Gesamt-Tonmineralgehalte gemäß EMA sind größer als jene gemäß KMA (bei allen Materialien, s. z.B. Abb. 1 und Abb. 2)
3. Die Gesamt-Tonmineralgehalte gemäß MA-RVS sind größer als jene gemäß KMA (bei Materialien mit hohen Gehalten nicht im Mineralkriterium berücksichtigten Mineralen, s. z.B. Abb. 2)

Tendenziell sind diese zum Teil großen Unterschiede der Gesamt-Tonmineralgehalte in Abhängigkeit der Mineralanalytik auf folgende Ursachen zurückzuführen:

ad Pkt. 1.:

Die geringeren Gesamt-Tonmineralgehalte aus der MA-RVS im Vergleich zur KMA lassen sich mit der Verrechnungsarithmetik (Bestimmung der Gesamt-Tonminerale aus einem Sammelpeak und relativer Bezug zu Quarz, Feldspäten und Karbonaten, s. Kap. 3.3.1.2) erklären. Damit einher geht im Rahmen der MA-RVS offenbar eine Überbestimmung von Quarz, Feldspäten und Karbonaten, bzw. gleichzeitig eine Unterbestimmung der Gesamt-Tonmineralgehalte.

Abb. 3, links, zeigt an Hand der Regression bei einer Auswertung nach MA-RVS eine Erhöhung der Summengehalte aus Quarz, Feldspat und Karbonat um etwa 50 % im Vergleich zur KMA.

Betrachtet man nun innerhalb dieser Mineralgruppe etwa das Verhältnis von Quarz und Feldspat zu Karbonat, so zeigt sich beim Vergleich MA-RVS und KMA eine sehr gute Übereinstimmung (s. Abb. 3, rechts). Dies zeigt, dass die Intensitätsfaktoren für die Mineralgruppen von Quarz, Feldspäten und Karbonaten im Rahmen der MA-RVS (s. Tab. 2) insoferne gut gewählt wurden, als sie realistische Verhältnisse der entsprechenden Mineralgehalte wiederzugeben scheinen (also in sich konsistent sind).

Daraus lässt sich der Schluss ziehen, dass (bei Materialien mit wenigen nicht im Mineralkriterium berücksichtigten Mineralen) die Intensitätsfaktoren für Quarz, Feldspäte und Karbonate diese Mineralgruppen in zueinander vergleichbarem Ausmaß in Relation zur KMA überbewerten. Gleichzeitig wird die Gruppe der Gesamt-Tonminerale durch deren zugeordneten Intensitätsfaktor in entsprechendem Ausmaß unterbewertet.

Der Effekt der Unterbewertung der Gesamt-Tonmineralgehalte nach MA-RVS im Vergleich zur KMA (bei Materialien mit wenigen nicht im Mineralkriterium berücksichtigten Mineralen) kommt in Abb. 5, links deutlich zum Ausdruck.

ad Pkt. 2.:

Die Gesamt-Tonmineralgehalte aus der EMA sind bei allen untersuchten Materialien größer als jene aus der KMA.

Dies ist darauf zurückzuführen, dass die Bestimmung absoluter Mineralgehalte gesteinsbildender Minerale wie Quarz, Feldspat, Amphibole oder Pyroxene mittels Standards ohne chemische Verifizierung (KMA) offenbar zur Unterbewertung dieser Mineralgruppen führt (s. z.B. Abb. 4).

Auf Grund der Verrechnungsarithmetik der EMA (s. Kap. 3.3.2.2) wird dadurch der nicht über Standards ermittelte prozentuelle Restgehalt auf 100 %, welcher dem Gehalt an Tonmineralen entspricht, im Vergleich zur KMA überbewertet (s. auch Abb. 5, rechts).

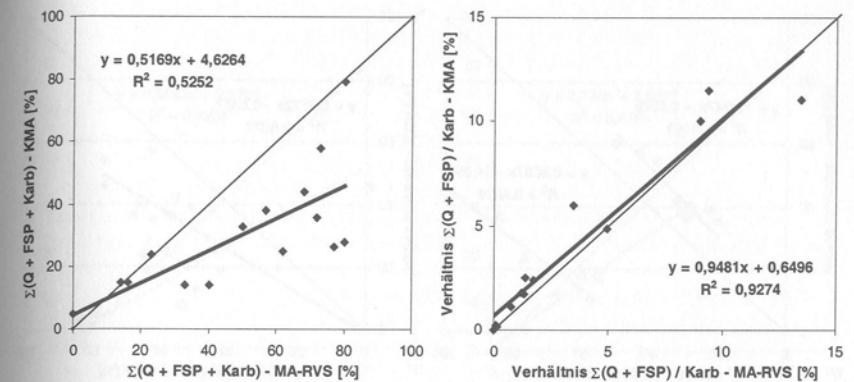


Abb. 3: Gegenüberstellung der Quarz-, Feldspat- und Karbonatgehalte aus MA-RVS und KMA.

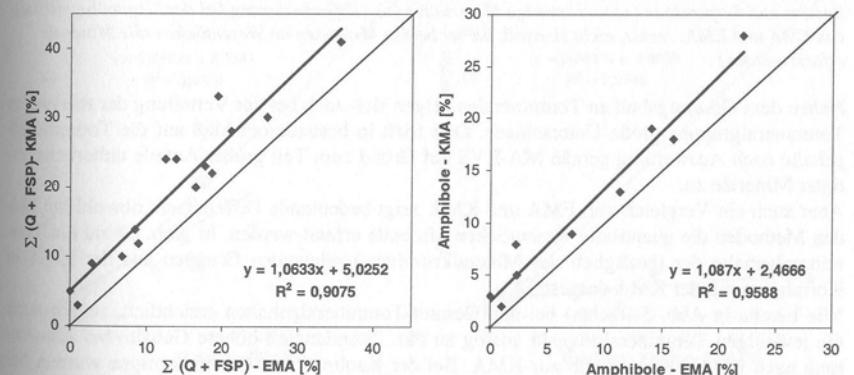


Abb. 4: Vergleich der Gehalte gesteinsbildender Minerale nach EMA und KMA.

ad Pkt. 3.:

Basalte und Serpentiniten sind Materialien mit hohen Gehalten nicht im Mineralkriterium berücksichtigter Minerale (z.B. Pyroxene, Amphibole, Serpentine) und zeigen bei der Auswertung nach MA-RVS im Vergleich zu den anderen beiden Methoden zum Teil übermäßig hohe Gesamt-Tonmineralgehalte.

Dies ist einfach damit zu erklären, dass bei der Auswertung gemäß MA-RVS viele gesteinsbildende Minerale im derzeitigen Mineralkriterium nicht berücksichtigt werden können. Das fällt natürlich besonders bei hohen Anteilen dieser Minerale ins Gewicht, weil dann die eigentlich nur in sehr geringen Mengen auftretenden Gehalte nach MA-RVS quantifizierbarer Minerale, also Quarz, Feldspat, Karbonate und Gesamt-Tonminerale, auf 100 % bezogen und dadurch krass überbewertet werden (s. Abb. 5, links und Abb. 2, links unten).

Der antagonistische Effekt aus Pkt. 1 (Überbewertung von Quarz, Feldspat und Karbonaten bei gleichzeitiger Unterbewertung der Tonminerale nach MA-RVS im Vergleich zur KMA) wird durch diese Nicht-Berücksichtigung sehr hoher Anteile gesteinsbildender Minerale kompensiert und noch bei weitem übertroffen (s. Abb. 2, links unten).

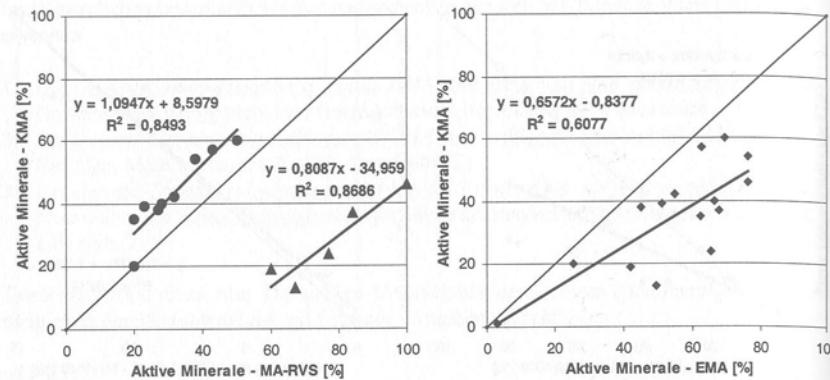


Abb. 5: Methodische Gegenüberstellung von MA-RVS (links) und EMA (rechts) mit der KMA hinsichtlich der „aktiven Minerale“ = Gesamt-Tonminerale. Links: Differenzierung der Materialien in Basalte und Serpentinite ( $\blacktriangle$ ) und sonstige Materialien ( $\bullet$ ). (Differenzierung bei der Gegenüberstellung von EMA und KMA, rechts, nicht sinnvoll, da bei beiden Methoden im Wesentlichen alle Minerale erfasst werden)

Neben dem Gesamtgehalt an Tonmineralen zeigen sich auch bei der Verteilung der relevanten Tonmineralgruppen große Unterschiede. Dies trifft in besonderem Maß auf die Tonmineralgehalte nach Auswertung gemäß MA-RVS auf Grund zum Teil großer Anteile unberücksichtigter Minerale zu.

Aber auch ein Vergleich von EMA und KMA zeigt bedeutende Differenzen, obwohl bei beiden Methoden die quantitativ wesentlichen Minerale erfasst werden. In Abb. 6 sind die Tonmineralgehalte der (bezüglich des Mineralkriteriums) relevanten Gruppen aus der EMA in Korrelation mit der KMA dargestellt.

Wie bereits in Abb. 5 (rechts) bei den Gesamt-Tonmineralgehalten ersichtlich, zeigen auch die jeweiligen Tonmineralgruppen analog zu Pkt. 2 tendenziell höhere Gehalte bei Auswertung nach EMA im Vergleich zur KMA. Bei der Kaolinit- und Glimmergruppe wurden bei Auswertung nach KMA nur etwa 60-70 % der Gehalte im Vergleich zur Auswertung nach EMA ermittelt. Die ähnlich niedrigeren Chloritwerte sind auf eine (ausnahmsweise) Überbewertung der Chloritgehalte durch den verwendeten Standard bei der EMA zurückzuführen.

Die Gruppe der quellbaren Tonminerale bildet auf Grund der übermäßig erhöhten Werte aus der EMA eine Ausnahme. Die enormen Unterschiede einiger Wertepaare, bzw. Materialien (vorwiegend Basalte und Serpentiniten) sind damit zu erklären, dass im Rahmen der Tonmineralanalyse mittels XRD bei diesen Materialien oft nur quellbare Tonminerale Mengen quantifiziert werden konnten. Eine im Rahmen der EMA in erklärter Weise (Pkt. 2) übliche Überbewertung der Tonminerale im Vergleich zur KMA wirkt sich dann ausschließlich auf diese quellbaren Tonminerale aus. Hinzu kommt, dass gerade bei den Basalten und Serpentiniten besonders hohe Anteile über Standards zu ermittelnde Minerale auftreten und damit die auf die quellbaren Tonminerale fokussierte Überbewertung im Vergleich zur KMA noch verstärken.

Die zum Teil großen Differenzen bei den ermittelten Tonmineralgehalten gemäß EMA und KMA sind - neben der Kalkulation gesteinsbildender Minerale über Standards - besonders bei der Gruppe der quellbaren Tonminerale maßgeblich auf die bei der KMA eingesetzten Methoden der STA und der geochemischen Verrechnung zurückzuführen. Diese wurden als vertrauenswürdiger erachtet und führten zu entsprechenden Korrekturen der mittels XRD ermittelten Gehalte.

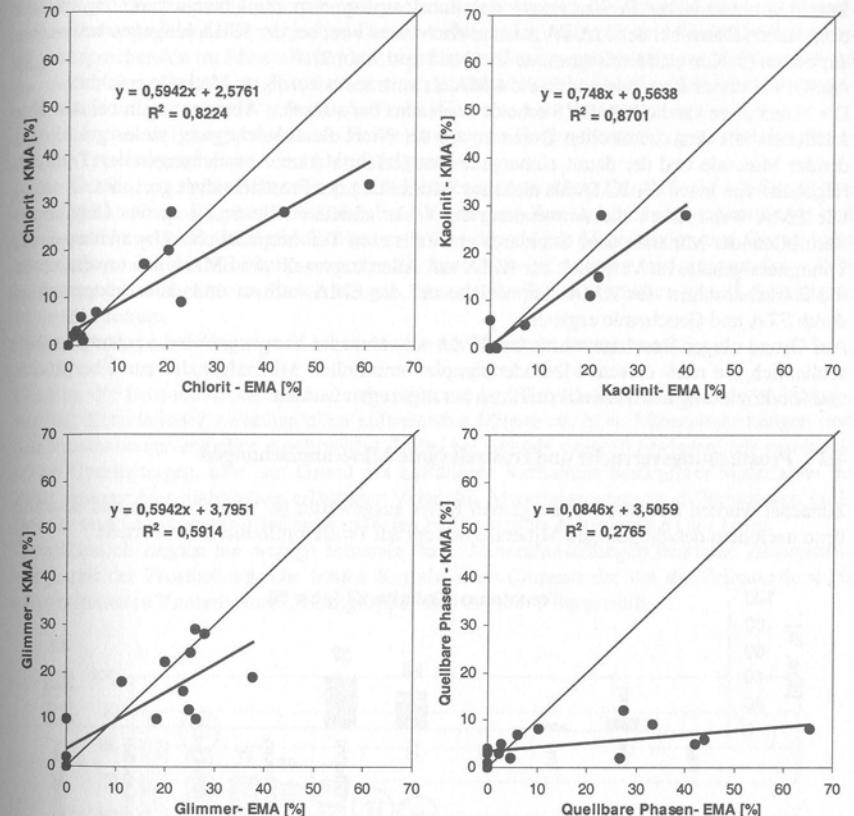


Abb. 6: Gegenüberstellung der jeweiligen Tonmineralgehalte gemäß EMA und KMA.

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass bei bisher üblicher Auswertemethodik (MA-RVS) im Vergleich zur EMA und KMA in Abhängigkeit der im Mineralkriterium nicht berücksichtigten Minerale große positive oder negative Abweichungen der Gesamt-Tonmineralgehalte auftreten können. Auch beim Vergleich der EMA mit der KMA zeigen sich zum Teil beträchtliche Unterschiede, sowohl in den Gesamt-Tonmineralgehalten, als auch in den Tonmineralverteilungen. Dies lässt sich neben der fehlerbehafteten Bestimmung über Standards auf die Methode der Tonmineralanalyse zurückführen (XRD alleine im Vergleich zu XRD in Kombination mit STA und Geochemie).

Da Gehalt und Verteilung von Tonmineralen einen essenziellen Einfluss auf die Beurteilung haben, ob ein Material frostsicher ist oder nicht, kommt der Auswahl der mineralanalytischen Methode eine zentrale Bedeutung zu.

Um die Aussagekraft der einzelnen Methoden zu beurteilen, wurden die mittels der jeweiligen Methode ermittelten Mineralgehalte an Hand einer geochemischen Berechnungstabelle (s. Kap. 3.3.3.2.1) in Elementoxide umgerechnet und den Elementoxiden der geochemischen Analyse als Referenz gegenübergestellt.

Bei allen untersuchten Proben zeigte sich dabei analog, dass die Übereinstimmung mit den chemischen Daten bei der MA-RVS am schlechtesten war, bei der KMA hingegen bei weitem am besten (s. Korrelationsdiagramme in Abb. 1 und Abb. 2).

Auf Grund dieser Resultate wurde die KMA als vertrauenswürdigste Methode erachtet.

Die bisher angewandte MA-RVS scheint angesichts der stärksten Abweichungen bei den Korrelationen mit den chemischen Daten sowie der Nicht-Berücksichtigung vieler gesteinsbildender Minerale und der damit einhergehenden Gefahr starker Abweichungen der Tonmineralgehalte von jenen der KMA als nicht zur Beurteilung der Frostsicherheit geeignet.

Die EMA weist durch die Anwendung der fehlerbehafteten Bestimmung der Gehalte gesteinsbildender Minerale über Standards ebenfalls zum Teil beträchtliche Abweichungen der Tonmineralgehalte im Vergleich zur KMA auf. Allerdings stellt die EMA einen unverzichtbaren Zwischenschritt zur KMA dar, welche auf die EMA aufbaut und diese hauptsächlich durch STA und Geochemie ergänzt.

Auf Grund obiger Resultate wurde die KMA als relevante Vorgangsweise erachtet, weshalb schließlich die nach diesem Methodenkomplex ermittelten Mineralgehalte zur Überprüfung und Modifizierung des Mineralkriteriums herangezogen wurden.

#### 4.2 Frosthebungsversuche und frostrelevante Mineralmischungen

Zunächst wurden alle Materialien gemäß KMA ausgewertet (s. Abb. 7, oben) und anschließend nach dem derzeit gültigen Mineralkriterium auf Frostempfindlichkeit beurteilt.

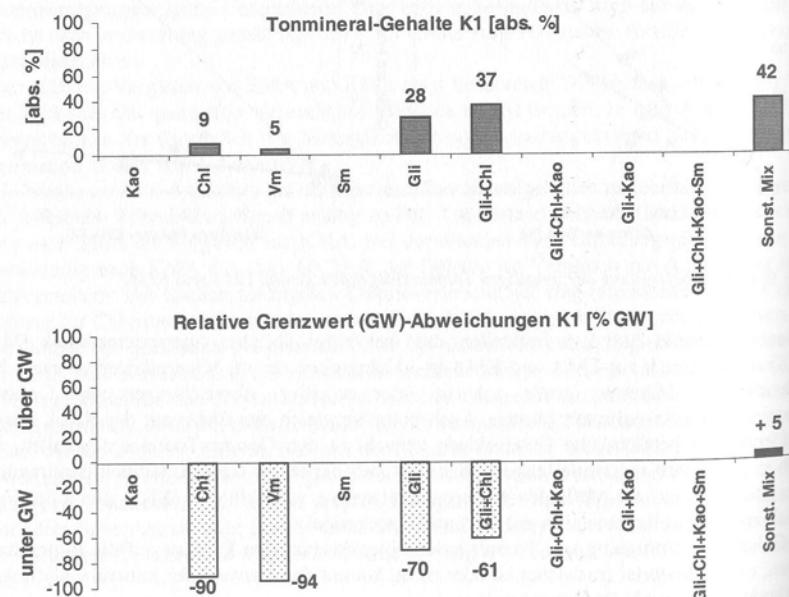


Abb. 7: Tonmineralverteilung der Probe K1 an Hand der im Mineralkriterium vorgegebenen Mineralgruppen (oben) und entsprechende relative Grenzwertabweichungen (unten). Kao=Kaolinit, Chl=Chlorit, Vm=Vermikulit, Sm=Smekit, Gli=Glimmer, Sonst. Mix= Sonstige Mischungen an Tonmineralen.

Ein wesentlicher Aspekt dieser mineralogischen Beurteilung ist die Tatsache, dass ein Material nur dann als frostsicher gilt, wenn für die auftretenden Minerale und Mineralmischungen alle entsprechenden im Mineralkriterium angeführten Grenzwerte eingehalten werden. Sobald nur ein einziger Grenzwert überschritten wird, ist das Material mineralogisch als nicht frostsicher einzustufen. Dies trifft z. B. für die Probe K1 zu (s. Abb. 7, unten).

Die nach diesem Prinzip bewerteten Proben werden in Gegenüberstellung mit den Ergebnissen der Frosthebungsversuche in Abb. 8 dargestellt.

Diese Grafik veranschaulicht sehr gut die Diskrepanz zwischen Frosthebung als Simulation des ungebundenen Tragschichtmaterials in eingebautem Zustand unter Frosteinwirkung und der Beurteilung der Frostempfindlichkeit nach dem derzeitigen Mineralkriterium. Obwohl alle Materialien nach den Frosthebungsversuchen als frostsicher einzustufen sind, zeigen einige Proben, sogar bei nur mittleren Frosthebungen, frostempfindliches Verhalten gemäß derzeitigem Mineralkriterium.

Die mineralogischen Grenzwerte scheinen also tatsächlich zu streng zu sein.

Um nun die frostrelevanten Minerale identifizieren und Grenzwerte modifizieren zu können, wurden Korrelationen zwischen allen auftretenden Mineralen, bzw. Mineralmischungen und den Frosthebungsversuchen durchgeführt. Dabei hat sich als sinnvoll erwiesen, aus petrologischen Überlegungen, bzw. auf Grund des auffälligen Verhaltens bestimmter Materialien im Zuge anderer hier nicht näher erläuterter Versuche, Materialgruppen zu differenzieren (z.B. Basalte und Serpentinite). Dies hatte in vielen Fällen bessere Korrelationen zur Folge. Grundsätzlich zeigten nur wenige Minerale, bzw. Mineralmischungen deutliche Zusammenhänge mit der Frosthebung. Die besten Korrelationen (Summe der um die Feinanteile < 20 µm gewichteten Kaolinit- und Chloritgruppe) sind in Abb. 9 dargestellt.

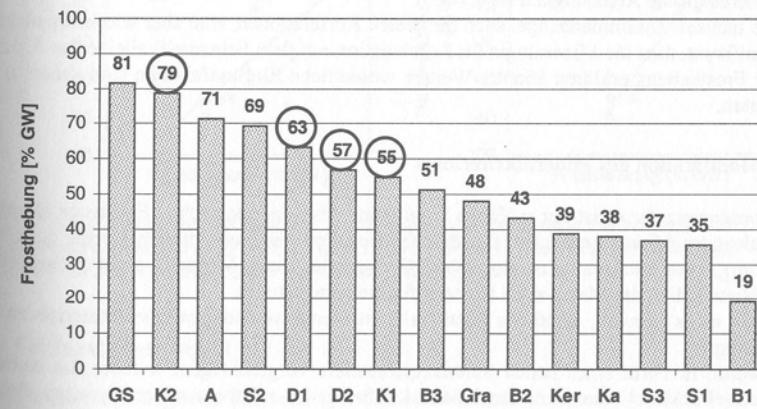


Abb. 8: Gegenüberstellung der Ergebnisse der Frosthebungsversuche [% zulässige Frosthebung, bzw. des Grenzwertes = GW] mit jenen Materialien, die das derzeitige Mineralkriterium nicht bestanden haben (mit eingekreisten Frosthebungswerten).

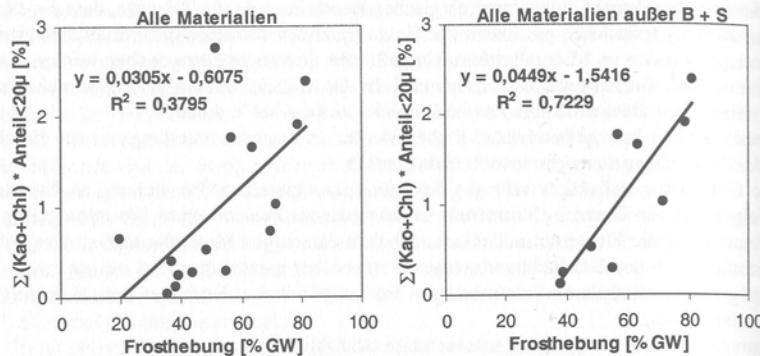


Abb. 9: Identifizierung der um den Anteil < 20 μm gewichteten frostrelevanten Mineralmischung aus Kaolinit und Chlorit. Differenzierung in Materialgruppen: links alle Materialien; rechts alle Materialien außer den Basalten und Serpentiniten.

Aus dem großen Umfang an mineralogischen Korrelationen mit den Frosthebungen lassen sich folgende Aussagen treffen:

- Bei einigen Mineralmischungen zeigen sich trotz der extrem geringen für die Korrelationen herangezogenen Tonmineralgehalte (in Abb. 9 < 3 % des Gesamtmaterials!) tatsächlich mäßige bis signifikante Korrelationen mit den Frosthebungen. Eine grundsätzliche mineralogische Abhängigkeit liegt vor.
- Die meisten Zusammenhänge, auch die besten Korrelationen, sind aber wiederum nicht so signifikant, dass die Mineralogie (in Kombination mit dem Feinanteil) alleine das Ausmaß der Frosthebung erklären könnte. Weitere wesentliche Einflussfaktoren sind daher zu erwarten.

### 4.3 Modifikation des Mineralkriteriums

Als Konsequenz der meist nur mäßigen Signifikanz des mineralogischen Einflusses einzelner Minerale oder Mineralgemische ist daher festzustellen, dass aus diesem Grund die Überschreitung eines einzigen mineralogischen Grenzwertes eines Materials nicht zwangsläufig dazu führen sollte, das Material als frostempfindlich einzustufen.

Vielmehr ist es sinnvoll, sämtliche relativen Grenzwertabweichungen eines Materials zu berücksichtigen.

Dies wurde in Form eines neuen Summenparameters vorgeschlagen, welcher das einfache arithmetische Mittel aller in einem Material auftretenden relativen mineralogischen Grenzwertabweichungen bildet und damit die durchschnittliche Abweichung von allen Grenzen des Mineralkriteriums wiedergibt.

Die Berechnung dieses einfachen Mittelwertes der einzelnen relativen GW-Abweichungen eines Materials sei am Beispiel der Probe K1 (s. Abb. 7, unten) demonstriert:

$$\text{Mittlere GW-Abweichung K1} = \frac{\sum_{j=1}^n \text{GW-Abweichungen}_j}{n} = \frac{(-90) + (-94) + (-70) + (-61) + 5}{5} = -62$$

n = Anzahl der identifizierten aktiven Mineralgruppen, bzw. -gemische, für die im MK Grenzwerte existieren.

K1 muss, wie bereits angeführt, auf Grund der geringfügigen Überschreitung eines einzigen Grenzwertes nach derzeitigem Mineralkriterium als nicht frostsicher eingestuft werden. Bei Berücksichtigung aller relativen Grenzwertabweichungen zeigt sich hingegen eine deutliche mittlere Grenzwertunterschreitung (-62 %), sodass das Gestein nach dieser Beurteilung als eindeutig frostsicher gelten kann.

Durch diese Vorgangsweise muss schlussendlich statt der 4 nach herkömmlicher Bewertung als frostempfindlich eingestuften Materialien nur mehr das Material K2 als mineralogisch nicht frostsicher beurteilt werden. Dieses zeigt gleichzeitig auch die zweitgrößte Frosthebung, was als erster Hinweis für eine realistischere Beurteilung angesehen werden kann (s. Abb. 8). Zur weiteren Überprüfung, ob tatsächlich ein Zusammenhang zwischen der mittleren Grenzwertabweichung als neue Interpretation der Grenzwerte des Mineralkriteriums und der Frosthebung besteht, wurden weitere Korrelationen durchgeführt (s. Abb. 10).

Diese zeigen in Relation zu den meisten Korrelationen einzelner Minerale oder Mineralgemische vergleichsweise gute Zusammenhänge.

Dies kann als Bestätigung sowohl der größeren Vertrauenswürdigkeit der modifizierten Interpretation des Mineralkriteriums anhand der mittleren Grenzwertabweichung, als auch für das Mineralkriterium selber als Beurteilungsinstrument der Frostempfindlichkeit angesehen werden.

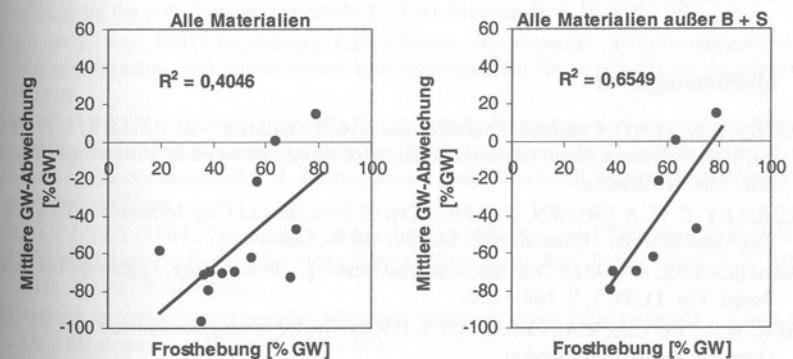


Abb. 10: Gegenüberstellung der mittleren Grenzwertabweichungen von den mineralogischen Grenzen des Mineralkriteriums mit den Frosthebungen. Differenzierung in Materialgruppen: links alle Materialien, rechts alle Materialien außer den Basalten und Serpentiniten.

### 5 Schlussfolgerungen

Die für die mineralogische Beurteilung nach dem Mineralkriterium relevanten Tonminerale weisen in den untersuchten Gesteinsmaterialien je nach angewandter mineralanalytischer Methode zum Teil deutlich unterschiedliche Gehalte auf. Dies unterstreicht die Bedeutung einer vertrauenswürdigen Mineralanalyse für das Mineralkriterium.

Die vorgestellte KMA scheint den Anforderungen am besten gerecht zu werden und ist auf Grund der Kombination aus XRD als Kernmethode, STA und chemischer Analyse als Ergänzung in Zukunft als Routinemethode einzusetzen. Ein einheitliches Vorgehen und ein möglichst hoher Grad an Standardisierung ist dabei die Voraussetzung für eine laborübergreifend vergleichbare Beurteilung im Rahmen des Mineralkriteriums.

Die angestrebte Modifizierung des Mineralkriteriums auf Grund zu strenger Grenzwerte wurde durch Einführung eines neuen Summenparameters, der sämtliche relative Grenzwertab-

weichungen eines Materials berücksichtigt, vorgeschlagen. Auf diese Weise können Tragschichtmaterialien vermutlich bedeutend realistischer auf Frostempfindlichkeit beurteilt werden als bisher, obwohl kein einziger Grenzwert an sich verändert wurde. Dies wäre angesichts der Unterschiedlichkeit der Materialien, des relativ geringen Probenumfangs und noch nicht erfasster Einflüsse auch nicht seriös.

Durch diese Neuinterpretation der bestehenden Grenzwerte können nun unter Umständen Materialien im Straßenbau Verwendung finden, die bisher das Mineralkriterium (trotz nachweislicher Frostsicherheit) nicht bestanden haben.

In Zukunft wäre es sinnvoll, weitere wesentliche Einflussfaktoren auf die Frostsicherheit zu identifizieren und gleichzeitig verstärkt materialspezifisch zu arbeiten. Es ist wahrscheinlich, dass mit ergänzenden Untersuchungen auf der Ebene bestimmter Materialgruppen, wie etwa den Basalten, realistischere Grenzwerte für diese spezifischen Materialien ermittelt werden können.

#### Danksagung

Dieses Projekt wurde unter dem Namen "Frostsicherheit im Straßenbau – Ein neues MK" dankenswerter Weise vom Bundesministerium für Verkehr, Innovation und Technologie finanziell unterstützt.

## 6 Quellenangaben

- BAILEY, S.W. (1991): Chlorites: Structures and crystal chemistry. -In: BAILEY, S.W. (editor, 1991): Hydrous Phyllosilicates (exclusive of micas). Reviews in Mineralogy, Vol. 19, Min. Soc. of America.
- BRINDLEY, G.W. & BROWN, G. (1980): Crystal Structures of Clay Minerals and their X-Ray Identification. - Mineralogical Society, 495 S., London.
- CASAGRANDE, A. (1931): Discussion on frost heaving. - Proceedings, Highway Research Board, Vol. 11, Pt. 1, S. 168 – 172.
- DEER, W.A., HOWIE, R.A., ZUSSMAN, J. (1962): Rock-Forming Minerals, Vol. I – V. Longman Group Ltd., London.
- HOWER, J., MOWATT, T.C. (1966): The mineralogy of illites and mixed-layer illite-montmorillonites. - Amer. Mineral. **51**, 825 – 854.
- KINTER, E.B. & DIAMOND, S. (1956): A new Method for preparation and treatment of orientated - aggregate specimens of soil clays for X-Ray diffraction analysis. - Soil Sci. **81**, 111-120, Baltimore.
- KUGLER, H., OTTNER, F., SCHWAIGHOFER, B., STRASSER, W., CAP, M., MEISSNER, M. (2001): Die Frostempfindlichkeit ungebundener Tragschichten im Straßenbau – Eine kritische Beleuchtung des Mineralkriteriums. -In: Tone in der industriellen Anwendung. Beiträge zur Jahrestagung Limburg. Berichte der Deutschen Ton- und Tonmineralgruppe e.V., Bd 8, 8.-10.Okt. 2001, Limburg/Lahn, Deutschland.
- LAGALY, G., WEISS, A. (1971): Neue Methoden zur Charakterisierung und Identifizierung quellungsfähiger Dreischichttonminerale. - Zeitschrift für Pflanzernährung und Bodenkunde, **130**. Band, Heft 1.
- MEHRA, O.P. & JACKSON, M.L. (1960): Iron oxide removal from soils and clays by a dithionite-citrate system buffered with sodium bicarbonate. - Clays and Clay Miner. **7**, 317 – 327.
- MINERAL POWDER DIFFRACTION FILE (1980) – Data Book, bzw. Search Manual. Published by the JCPDS Int. Centre for Diffraction Data, Pennsylvania, USA.
- MOORE, D.M. & REYNOLDS, R.C. jr (1997): X – Ray Diffraction and the Identification and Analysis of Clay Minerals. - Oxford Univ. Press, 378 S., New York.
- NEMECZ, E. (1981): Clay Minerals. Akadémiai Kiadó. Budapest.
- ÖNORM B 4810 (2001): Prüfverfahren für mechanische und physikalische Eigenschaften von Gesteinskörnungen. Frostsicherheit von Gemischen für ungebundene Tragschichten im Straßen- und Flugplatzbau.
- ÖNORM B 4811 (2001): Gesteinskörnungen für ungebundene Tragschichten im Straßen- und Flugplatzbau. Beurteilung der Frostsicherheit.
- OTTNER, F., SCHWAIGHOFER, B., MÜLLER, H.W. (1996): Quantitative Tonmineralanalyse- Phantasie, Philosophie oder Realität. - Zbl. Geol. Paläont. Teil I, 1996.
- RIEDMÜLLER, G. (1978): Neoformations and Transformations of Clay Minerals in Tectonic Shear Zones. - TMPM Tschermaks Min. Petr. Mitt. **25**, 219-242.
- RÖSLER, H.J., LANGE, H. (1976): Geochemische Tabellen. 2., stark überarbeitete und erweiterte Auflage. Ferdinand Enke Verlag Stuttgart.
- RUEHLICKE, G., KOHLER, E.E. (1981): A simplified procedure for determining layer charge by the n-alkylammonium method. - Clay Minerals Vol. **16**, 305 – 307.
- RVS 11.062 (Sept. 1997): Grundlagen, Prüfverfahren, Steinmaterial. - Forschungsgesellschaft für das Verkehrs- und Straßenwesen. Bundesministerium für wirtschaftliche Angelegenheiten.
- SCHLICHTING, E., BLUME, H.P., STAHR, K. (1995): Bodenkundliches Praktikum. Eine Einführung in pedologisches Arbeiten für Ökologen, insbesondere Land- und Forstwirte und für Geowissenschaftler. 2., neubearbeitete Aufl., Blackwell Wissenschafts-Verlag Berlin und Wien.
- SCHULTZ, L.G. (1964): Quantitative Interpretation of Mineralogical Composition from X-Ray and Chemical Data of the Pierre Shales. - Geol. Surv. Prof. Paper, 391 C, 1-31, 10 Abb., 8 Tab., Washington.
- SRODRON, J. (1984): X-ray powder diffraction identification of illitic materials. - Clays and Clay Minerals, Vol. **32**, No. 5, 337 – 349.
- THOREZ, J. (1975): Phyllosilicates and clay minerals - a laboratory handbook for their x-ray diffraction analysis. Editions G. Lelotte, 579 S., Liege.
- WEISS, A., LAGALY, G., BENEKE, K. (1971): Steigerung der Nachweisempfindlichkeit von quellungsfähigen Dreischichttonmineralen in Gemengen. - Zeitschrift für Pflanzernährung und Bodenkunde, **129**. Band, Heft 3.
- WHITTIG, L.D. (1965): X-ray diffraction techniques for mineral identification and mineralogical composition. -In: Black, C.A. [editor] : Methods of Soil Analysis, 671-698. 1. Amer. Soc. Agron., Madison, Wisconsin.
- WILSON, M.J. (1987): A handbook of determinative methods in clay mineralogy. - Verlag Blackie, 308 S., Glasgow and London.