

**FT-IR-SPEKTROSKOPISCHE QUANTIFIZIERUNGEN AM GIPS/ANHYDRIT-ROHSTEIN
DES BERGBAUS PUCHBERG AM SCHNEEBERG**

K. Schwendtner¹, E. Libowitzky¹, M. A. Götzinger¹ & S. Koss²

¹Institut für Mineralogie und Kristallographie
Universität Wien, Geozentrum, Althanstrasse 14, A-1090 Wien, Austria

²RIGIPS Austria GmbH
Wr. Neustädter Strasse 63, A-2734 Puchberg am Schneeberg, Austria

Qualitätssicherung zählt zu den wichtigsten Aufgaben eines modernen Industriebetriebes um auf dem Markt wettbewerbsfähig zu bleiben. Durch eine genaue Kenntnis des Rohmaterials gelingt es, die Qualität eines Produktes dauerhaft auf hohem Niveau zu halten. Zu diesem Zweck wurde eine FT-IR-spektroskopische Methode entwickelt, die schnell und benutzerfreundlich die Quantifizierung von Gips, Anhydrit, Magnesit und Cölestin im Rohstein ermöglicht.

Die Vorteile der FT-IR Spektroskopie im Vergleich zu herkömmlichen Methoden wie XRD oder Thermogravimetrie (TG) liegen auf der Hand: Ein Spektrum kann binnen Minuten ohne komplizierte Probenvorbereitung ausgewertet werden, was einen direkten, raschen Eingriff in die Prozesssteuerung ermöglicht.

Der Einfluss von Korngröße und Verdünnung in KBr wurde sowohl in diffuser Reflexion (DRIFT) als auch in Transmission verglichen. Korngrößeneffekte führen in Transmission zu enormen Intensitätsschwankungen im Spektrum, während DRIFT relativ unsensibel darauf reagiert. Transmissionsmessungen erfordern eine sehr große Probenverdünnung in KBr (2 mg Probe auf 500 mg KBr), was bereits beim Einwiegen zu großen Fehlern führen kann.

DRIFT Messungen ergeben auch unverdünnte Spektren, die qualitativ ausgewertet werden können. Zur quantitativen Analyse erwies sich eine Mischung von 27 mg Probe in 270 mg KBr als optimal, bei Verdünnungen von 1:5 zeigen stark absorbierende Banden noch beträchtlichen Einfluss von gerichteter Reflexion. Mischungsverhältnisse von 1:20 verbessern die Qualität der Spektren nur geringfügig, was nicht im Verhältnis zur wesentlich geringeren Probeneinwaage steht.

DRIFT Spektren liefern wesentlich mehr Daten, die zur Auswertung herangezogen werden können, besonders stark absorbierende Banden werden schwächer, während sehr schwache Banden, wie Oberton- oder Kombinationsschwingungen noch detektiert werden können.

Zur Erstellung der Standardreihe wurden natürliche hochreine Proben (> 98 % rein) verwendet und in definierten Verhältnissen gemischt und dann gemahlen.

Die Standardmaterialien wurden so gewählt, dass auch die physikalischen Eigenschaften dem in Puchberg abgebauten Material möglichst ähnlich sind. Versuche mit reinem Gelmagnesit führten aufgrund der Zähigkeit und Härte zu nicht reproduzierbaren und mit dem abgebauten Material nicht vergleichbaren Korngrößen.

Aus hochreinem Gips (durch Brennen bei 600°C für 48h) hergestellter Anhydrit erwies sich als anfälliger auf Luftfeuchtigkeit als natürliches Material.

Großer Wert muss auf den Mahlvorgang gelegt werden: Innerhalb der Standardreihe darf sich die Korngrößenverteilung nicht wesentlich ändern. Dieses Problem könnte zwar im Prozess durch Normierung auf einen internen Standard umgangen werden, aber TG Messungen zeigen, dass sich sowohl Gips als auch Anhydrit durch den Mahlvorgang verändern.

Gips, welcher in einer Schlagkugelmühle für 5 min gemahlen wurde, zeigte in der TG statt des erwarteten Gewichtsverlusts von 20.92 %, welcher im Einkristall derselben Probe gemessen wurde, einen Gewichtsverlust von nur noch 19.86 % (vorsichtig per Hand gemahlener Gips zeigte einen Verlust von 20.45 %). Das entspricht einem Wasserverlust von beinahe 5 % bereits während des Mahlens.

Natürlicher Anhydrit nimmt hingegen durch den Mahlvorgang - wenn auch nur geringfügig - Wasser auf (bei nach oben geschilderter Methode künstlich produziertem Anhydrit verstärkt sich dieser Effekt). Die FT-IR-Methode reagiert auf Wassergehalte sehr sensibel, der Mahlvorgang muss daher für genaue Ergebnisse immer reproduzierbar sein.

Messungen von 5 gleichen Probenmischungen, die mit einer modernen Planetenkugelmühle aufbereitet wurden, zeigten Abweichungen vom Mittelwert der Bandenfläche von etwa 2–3 %.

Ein Vergleich der Vor- und Nachteile der FT-IR, XRD-Rietveld und TG/DSC Verfahren bestätigt die Anwendbarkeit der FT-IR Methode. Als problematisch erweist sich bei der Rietveld-Methode die starke Textur der gut spaltbaren Minerale, die eine quantitative Auswertung sehr erschwert. Die Vorteile chemometrischer Software, basierend auf multivariaten statistischen Methoden im Vergleich zu herkömmlichen Peakfitting Methoden werden noch untersucht werden.