

PANK

RÖNTGENDIFFRAKTIO- MENETELMÄ

PÄÄLLYSTEALAN NEUVOTTELUKUNTA

Hyväksytty: 15.3.2012
Korvaa menetelmän:

1. MENETELMÄN TARKOITUS

Röntgendiffraktiomenetelmää (XRD) käytetään mineraalien tunnistamiseen. Se on nopea ja varma tapa, etenkin hienorakeisten jauheiden mineraalikoostumuksen määrittämiseen, sillä jauheiden mikroskopia on vaikeaa ja valomikroskoopissa suurin, 500-kertainen suurennus on usein liian pieni. Menetelmä on halvempi kuin mikroanalyyttorin käyttö samaan tarkoitukseen, ja joskus ainoa tapa tunnistaa tiettyjä mineraaleja.

2. MENETELMÄN SOVELTAMISALUE

Röntgendiffraktio-menetelmä soveltuu yksittäisten rakeiden mineraalien tunnistamiseen sekä jauheiden mineraalikoostumuksen semikvantitatiiviseen määrittämiseen. Jauheessa olevat mineraalit tunnistetaan suurella tarkkuudella, mutta niiden paljousuhteet ovat yleensä arvioita.

3. VIITTEET

Mineralogia

4. MÄÄRITELMÄT

Röntgensäteily on erittäin lyhytaaltoista sähkömagneettista aaltoliikettä, jonka aallonpituus vaihtelee välillä 10^{-9} - 10^{-6} cm. Tässä yhteydessä käytetyn monokromaattisen säteilyn aallonpituus on noin 10^{-8} cm eli likimäärin 1/ 10000 näkyvän valon aallonpituudesta.

Röntgendiffraktio on röntgensäteilyn hajaantumista kiteessä useiksi eri säteiksi, jotka muodostavat määrätyn kulman alkuperäisen säteen kanssa.

5. KOEMENETELMÄ

5.1 Periaate

Röntgensädekimppu kohdistettuna näytteeseen siroaa kullekin mineraalille tyypillisellä, sen hilarakenteen mukaan määräytyvällä tavalla. Heijastuneet säteet voidaan todeta ja tulostaa filmille tai diffraktometrin avulla piirturin paperille. Filmin viivat ja piirturin tekemät piikit ovat kullekin mineraalille luonteenomaisia ja niitä verrataan referenssitiedostoihin manuaalisesti tai tietokoneohjelman avulla.

5.2 Laitteet

- Näytteiden jauhatus-, preparointi-, ja separointilaitteet ja kemikaalit
- Röntgengeneraattori, röntgenputki, kamera ja/tai diffraktiometri
- Tulkintaa varten referenssikortisto (voi olla ATK-pohjaisena)
- Uuni näytteiden kuumennusta varten savimineraalien tunnistuksen yhteydessä

5.3 Näytteen esikäsittely

Näyte toimitetaan laboratorioon kiviappaleina tai kuivana jauheena. Tutkimuksessa tarvittava näytemäärä on 1-2 g. Laboratorioon toimitettava näyte voi olla esimerkiksi 50 g.

Useita mineraaleja sisältävässä jauheessa eri mineraalien röntgenheijastukset saattavat peittää toisiaan, jolloin tunnistamisen tarkkuus saattaa kärsiä. Tarkoissa töissä näyte jaetaan mineraalien magneettisten ominaisuuksien, ominaispainon, rakeiden ulkoasun jne. perusteella osanäytteisiin, jolloin tunnistaminen varmistuu.

5.4 Tutkimusmenettely

Näytteestä tehty preparaatti sijoitetaan röntgenlaitteistoon ja siihen kohdistetaan röntgensäteilyä. Mineraalirakeista heijastuva säteily tallennetaan kameran avulla filmille tai diffraktometrin avulla piirturin paperille.

Savimineraalien kohdalla määrittäminen toistetaan näytteen sekä kuumentamisen että etyleeniglykolikäsittelyn jälkeen paisuvahilaisten mineraalien tunnistamiseksi.

Röntgendiffraktogrammeista mitataan piikkien paikat ja intensiteetit, jotka ovat kullekin mineraalille tyypillisiä. Saatuja tuloksia verrataan referenssitiedostojen arvoihin mineraalien tunnistamiseksi. Tämä voidaan tehdä tietokoneella, mutta parhaan tuloksen saa toistaiseksi taitavan mineralogin tulkitessa tulokset.

Työn tekijän on oltava röntgendiffraktiomenetelmään perehtynyt kokenut tulkitsija.

6 TULOSTEN ESITTÄMINEN

Tulokset esitetään tunnistettujen mineraalien paljousuhteiden mukaan luetellen.