12. Manual of mineralogy, door C.S. Hurlbut Jr. en C. Klein, John Wiley & Sons, New York/Londen, 1974, 19e druk, 579 pag. Ook voor amateurs met enige voorkennis goed bruikbaar. Kristallografie, chemische en fysische eigenschappen van mineralen en uitvoerige beschrijving van ongeveer 200 soorten met voorkomen en gebruik, paperback ca. f. 70, tijdelijk uitverkocht. Tot en met de 18e druk: Dana's Manual of mineralogy.
13. Lehrbuch der Mineralogie, door H.J. Rösler, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffenindustrie, Leipzig, 1979, 832 pag. Uitgebreid en duidelijk, ook voor amateurs. Afwijkende volgorde en indeling in kristalchemische klassen (o.a. silicaten bij oxiden). Opvolger van de verouderde "Betechtin", ca. f. 70.
14. Klockmanns Lehrbuch der Mineralogie, door P. Ramdohr en H. Strunz, Ferd. Enke Verlag, Stuttgart, 16e herziene druk 1978, 876 pag. Het volledigste en uitgebreidste mineralogieboek, met kristallografie, kristalchemie, mineraalchemie, chemische en fysische eigenschappen, ontstaan van mineralen, enz. Ook een uitgebreide beschrijving van alle mineralen die in 1978 bekend waren, ca. f. 170.

Regionale gidsen

Het verdient aanbeveling om voor mineralen uit een bepaald gebied zoveel mogelijk ook de literatuur over de regio te bestuderen. Vaak staan daar ook nog algemene inleidingen in, zoals in 15.
We kunnen niet aan de gang blijven. Daarom maar een heel kleine greep:

15. Die Mineralien der Alpen, door C.M. Gramaccioli, Franckh'sche Verlagshandlung (Kosmos), Stuttgart, 1978, in twee banden van ca. 260 pag., 23 x 24½ cm, deel 1: kristallografie en andere fysische eigenschappen, 2: beschrijving van de Alpenmineralen, 3: excursies en vindplaatsen, met kleurenfoto's, ca. f. 120.
16. Die Mineralien der Eifelvulkane, door G. Hentschel, Chr. Weise Verlag, München, 152 pag., 15 x 21 cm, met 47 prachtige kleurenfoto's en vele in zwart/wit, ca f. 40.
17. Die Grube Clara zu Wolfach im Schwarzwald, door H. Kaiser, Verlag K. Schillinger, Freiburg, 102 pag., met 94 kleurenfoto's en vele in zwart/wit, met beschrijvingen van Schwarzwaldmineralen, ca. f. 60.

Mineralogen doen het met röntgenstralen !

door drs. E.A.J. Burke
Instituut voor Aardwetenschappen
Vrije Universiteit, Amsterdam

Inleiding

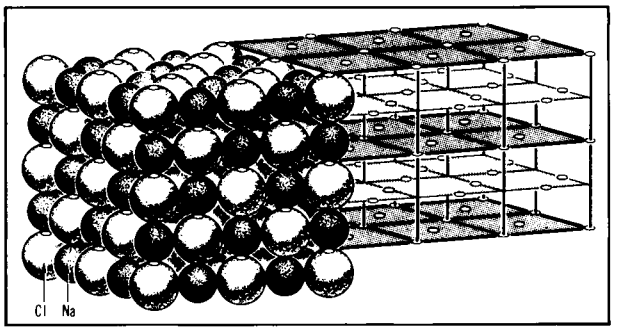
Eerder in dit nummer heeft u uitgebreid kunnen lezen hoe men met een paar eenvoudig te bepalen eigenschappen (glans, kleur, streepkleur, hardheid, splijting, etc.) een mineraal macroscopisch (dus zonder uitgebreide hulpmiddelen) kan identificeren. In de voorgaande zin dient de nadruk op het woord **kan** te vallen. Het aantal mineralen dat men op die wijze van een naam kan voorzien is afhankelijk van de ervaring met deze eenvoudige methoden, en van het eerder gezien hebben van vergelijkbaar materiaal (bij andere verzamelaars, op beurzen, in musea); voor een beginneling zal het aantal rond de 50 schommelen, voor zeer ervaren mensen rond de paar honderd.
Amateurs, ook die van de Stichting GEA, kunnen soms met vertederende verbaasdheid een mineraloog gadeslaan, die bij wijze van spreken de namen van de hem ter identificatie aangeboden specimens gretig rondstrooit. Dezelfde mensen kunnen soms een even vertederende hevige verontwaardiging uiten als diezelfde mineraloog hen mededeelt dat hij ook niet weet wat hij in zijn handen heeft, terwijl hij er per slot van rekening voor gestudeerd heeft om het te weten! Maar ja, ook voor hem gelden dezelfde beperkingen als voor ieder ander: de grenzen kunnen wellicht wat verder liggen, maar het macroscopisch identificeren van mineralen heeft zijn beperkingen, net als iedere andere methode. Er bestaat weliswaar een boek met tabellen (R.V. Dietrich, 1969)*) dat pretendeert de gebruiker te kunnen leiden naar de macroscopische identificatie van zo'n 1500 mineralen, maar als je bv. de 15 pagina's ziet met witte mineralen zonder metaalglans, dan weet je wel dat je er van zijn leven niet uitkomt als jouw onbekende mineraal toevallig wit is en geen metaalglans heeft. Men kan dan op grond van de hardheid de mogelijkheden wel beperken, maar er zijn binnen die groep bv. nog altijd 4 lange pagina's vol met mineralen waarvan de hardheid tussen 3 en 4 op de schaal van Mohs ligt!
Voor de overgrote meerderheid van de amateurs houdt het dan helaas op; het enige wat zij dan meestal nog kunnen hopen is een mineraloog tegen het lijf te lopen die bereid is om hen een mineraalnaam te noemen, al dan niet na inschakeling van wat meer ingewikkelde apparatuur dan mes en loep.

*) R.V. Dietrich (1969): Mineral Tables: hand-specimen properties of 1500 minerals. McGraw-Hill, New York etc., 237 pp.

Mogelijkheden

Een van de taken waarvoor een mineraloog betaald wordt, is het met zekerheid identificeren van mineralen. Omdat dit voor de meeste mineralen niet lukt op macroscopische wijze heeft de mineraloog een aantal methoden tot zijn beschikking om die onzekerheid weg te nemen. De daarvoor meest geschikte en gebruikte instrumenten zijn de microscoop, het röntgenstralendiffractie-apparaat en de elektronen-microsonde. Welke methode dan eerst ingeschakeld wordt, hangt af van de snelheid waarmee het antwoord verwacht of geëist wordt, van de persoonlijke voorkeur van de mineraloog en zeker niet als laatste, van de aard van het mineraal (al dan niet doorzichtig, beschikbare hoeveelheid, kwaliteit van het monster, verwachte mineraalgroep).
Een nog niet vermelde, maar zeker niet onbelangrijke

factor is de hoeveelheid geld die men voor de identificatie over heeft. Deze factor is meestal niet van toepassing voor amateurs: als de mineraloog het belangrijk genoeg vindt, en als hij er tijd en zin voor heeft, dan zal hij de identificatie kosteloos uitvoeren, zij het dat het ontvangen van een stuk mineraal dan gewoonlijk wel op prijs gesteld wordt. Dat een dergelijke samenwerking van amateur en mineraloog belangrijke gevolgen kan hebben is o.a. aangetoond door Herman van Dennebroek (zie Gea, vol. 15, nr. 2, pp. 58-59).
Maar om u te laten zien hoeveel de instrumentele methoden voor de identificatie van een mineraal tegenwoordig kosten, geef ik u hierbij de tarieven die door de Vrije Universiteit te Amsterdam gehanteerd worden voor commerciële doeleinden. Het maken van één preparaat ten behoeve van microscopie (dunne doorsnede, polijstvlak of gepolijste dunne doorsnede): f. 30,– per preparaat; arbeidskosten voor de bestudering van die preparaten: f. 75,– per uur; het maken en interpreteren van één röntgenstralendiffractiepatroon: f. 100,– per patroon, inclusief arbeidskosten; het maken van een chemische analyse met de elektronen-microsonde: f. 205,– per uur, inclusief arbeidskosten, exclusief preparaatkosten. Dat zijn bedragen die er niet om liegen: u weet nu hoeveel het kan kosten om één naam te horen te krijgen.



Afb. 1. De ordening van natrium- en chloorionen in de kristalstructuur van keukenzout, NaCl, het mineraal haliet. Op de contacten van chloorionen met bovenliggende natriumionen is een cirkeltje getekend. In de rechterzijde van de afbeelding zijn de ionen weggelaten, en zijn slechts die contactpunten weergegeven. Deze punten vormen een rooster: door onderlinge verbinding van de punten worden roostervlakken gemaakt. Het rooster van de contactpunten geeft een beeld van de symmetrie, van het herhalingsschema in de NaCl-structuur. Let op het verschil tussen de woorden "structuur" en "rooster". De verdeling van de ionen (links) stelt de structuur *van NaCl voor; de verdeling van punten (rechts) stelt het* rooster *voor. (Naar F.J. Bloss, 1971)*

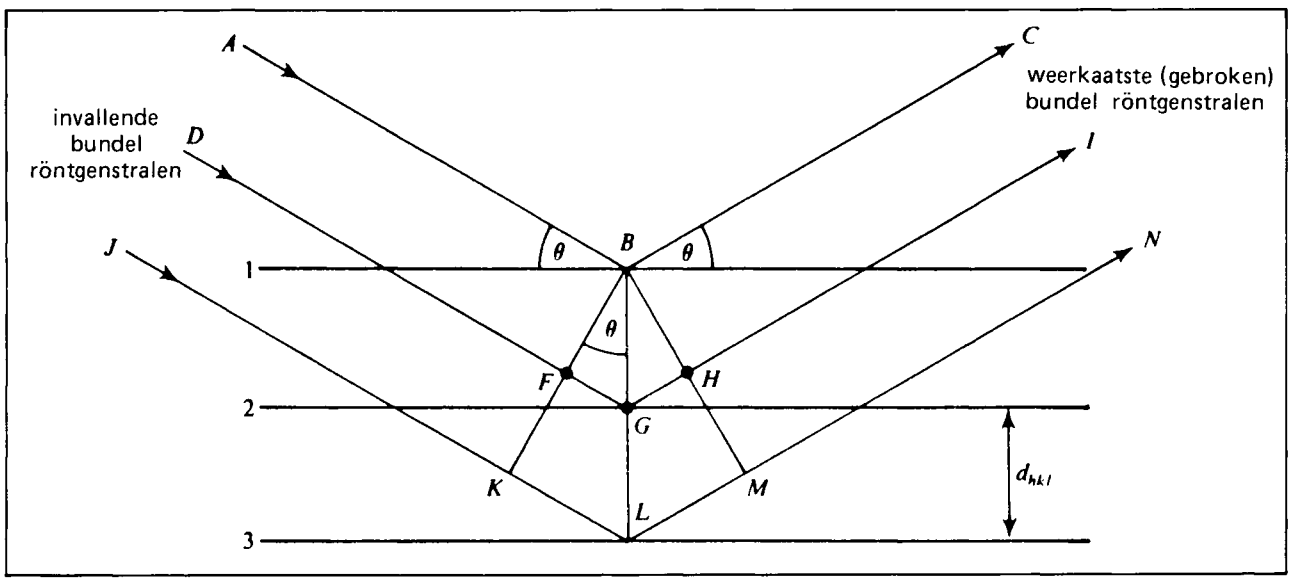
Microscopie

Dit is niet bepaald het kader om de microscopische identificatiemethoden uitgebreid te behandelen; hier volgt slechts een overzicht van de mogelijkheden.
De mineraloog kan twee soorten polarisatiemicroscopie toepassen: doorvallend-lichtmicroscopie en opvallend-lichtmicroscopie, die resp. gebruikt worden voor doorzichtige (transparante) mineralen en voor ondoorzichtige (opake) mineralen. Van doorzichtige mineralen worden dunne doorsneden gemaakt (zie Gea, vol. 12 (1979), nr. 1: Dieptegesteenten). Van ondoorzichtige mineralen, die ook wel ertsmineralen genoemd worden, maakt men polijstvlakken: stukjes gesteente of erts worden ingebed in kunsthars en daarna wordt het preparaat eerst geslepen met slijpmiddel (meestal carborundum), van steeds kleinere korrelgrootte. Tenslotte wordt het letterlijk spiegelglad geslepen met diamantpasta. Er zijn microscopen waarmee men zowel met doorvallend als met opvallend licht kan werken; daarvoor worden speciale preparaten gemaakt die zowel de eigenschappen van dunne doorsneden als van polijstvlakken hebben: gepolijste dunne doorsneden. Deze preparaten moeten ook gemaakt worden van doorzichtige mineralen die men met de elektronen-microsonde wil analyseren.
Met de microscoop kan men van een mineraal een aantal eigenschappen vaststellen. Van doorzichtige mineralen zijn dat kleur, pleochroisme, reliëf, dispersie, dubbelbreking, assenhoek, optisch teken, elongatie, uitdovingshoek, splijting. Van de opake mineralen bepaalt men kleur, pleochroisme, reflectie, anisotropie, interne reflecties, relatieve slijphardheid. Op dezelfde wijze als met de macroscopische eigenschappen kan men vervolgens determinatietabellen raadplegen, maar ook hier zal men op een gegeven ogenblik op het onoplosbare stuiten: een bepaald stel van eigenschappen blijkt op meer dan één mineraal te passen, en dan zit ook de mineraloog in de problemen.
Met doorzichtige mineralen kan men dan nog een stap verder gaan onder de microscoop: met een set immersievloeistoffen met verschillende brekingsindices kan men aan kleine korreltjes van een stuk vergruisd mineraal de brekingsindices bepalen. Voordeel: men kent een extra eigenschap van het mineraal; nadelen: 1) men heeft een refractometer nodig om de brekingsindices van de vloeistoffen te controleren, en 2) de mogelijkheid dat men er niet uitkomt blijft bestaan.
Men kan dan nog wat meer optische apparatuur inschakelen, zoals de Fedorov-tafel, allerlei compensatoren, reflectiemeter, hardheidsmeter; maar die dingen kosten stuk voor stuk duizenden guldens en het essentiële probleem wordt er niet mee opgelost. Bovendien zijn van veel mineralen niet eens alle optische eigenschappen bekend. Maar zowel de macroscopische als de microscopische eigenschappen zijn afgeleide eigenschappen: eigenschappen die bepaald worden door de twee werkelijk fundamentele eigenschappen van een mineraal: kristalstructuur en chemische samenstelling.
De meeste zekerheid bij de identificatie van een mineraal krijgt men dus als men die beide fundamentele eigenschappen onderzoekt.
De kristalstructuur van een mineraal wordt onderzocht met behulp van de diffractie (= breking) van röntgenstralen; de chemische samenstelling van een mineraal wordt tegenwoordig vaak onderzocht met behulp van een elektronen-microsonde. Beide methoden werken met het principe van de Wet van Bragg: enige eenvoudige theorie is dus wel geboden.

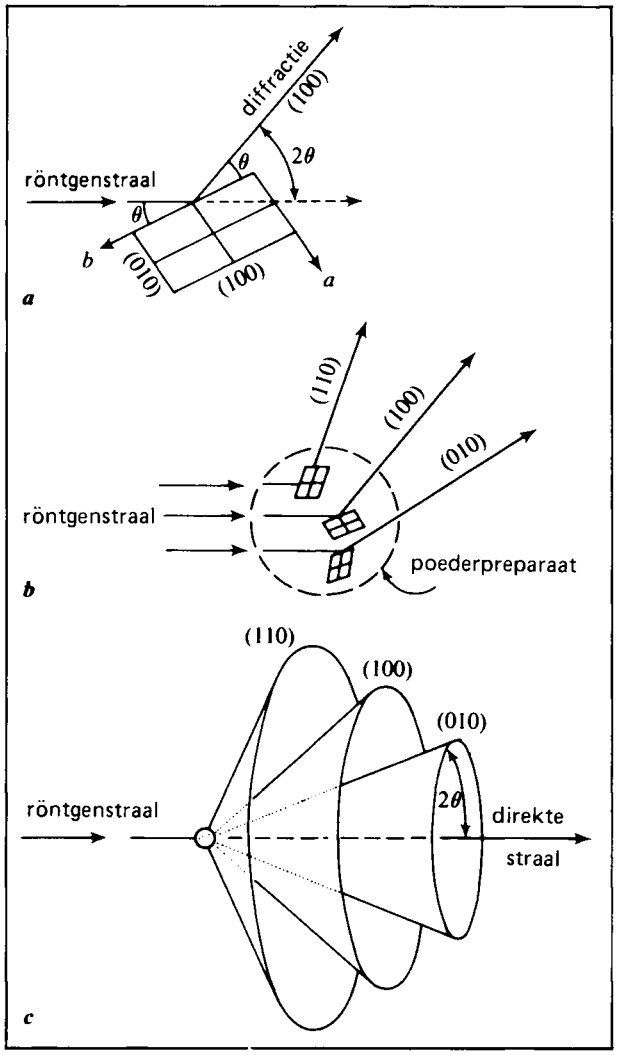
De Wet van Bragg

De inwendige bouw van kristallen (en dus van mineralen) bestaat uit een geordende driedimensionale rangschikking van atomen en/of ionen (afb. 1, links). Het patroon van de ordening, het herhalingsschema van een dergelijke rangschikking wordt voorgesteld door punten en vlakken (afb. 1, rechts): dit noemt men het kristalrooster. Om een beeld te krijgen van die regelmaat moet men gebruik maken van een straling die ongeveer dezelfde golflengte heeft als de afmetingen van de atomen en/of ionen, namelijk in de orde van grootte van ongeveer 1Å (= 10^{-10} meter): röntgenstraling.

Röntgenstraling ontstaat als elektronen met een zeer hoge energie botsen op een willekeurige stof. Een moderne röntgenstralenbuis of -lamp bestaat uit een gloeidraad die verhit wordt (de bron van de elektronen) en een metalen plaatje in een luchtledige mantel van glas. Door een hoog spanningsverschil (enkele tientallen kV) aan te brengen tussen gloeidraad en plaatje spoeden de elektronen zich met grote snelheid (= hoge energie) van de gloeidraad (katode) naar het plaatje (anode). Door de inslag van de elektronen op de atomen in het plaatje ontstaat röntgenstraling, die via een beryllium-venster de buis kan verlaten. De röntgenstraling bestaat uit een continu spectrum van golflengten, en uit welbepaalde golflengten van hoge intensiteit die specifiek zijn voor het metaal dat met elektronen beschoten wordt, in röntgenbuizen meestal koper, ijzer, kobalt of molybdeen.
Alleen deze karakteristieke straling, waarvan de golflengte afhankelijk is van de atoombouw van de diverse elementen, wordt gebruikt. Met behulp van geschikte filters wordt niet alleen het continue spectrum weggehaald, maar ook een aantal specifieke golflengten, zodat er een bundel ontstaat met bv. alleen maar Kα-straling: straling met een zeer bepaalde golflengte λ, bv. Cu Kα is 1,54 Å, Fe Kα is 1,93 Å, enz.
Deze "monochromatische" bundel röntgenstraling laat men op een kristalfragment van een mineraal vallen. Het merendeel van de straling wordt verstrooid door de atomen in het fragment. Om een afgebogen of weerkaatste (gediffracteerde) bundel röntgenstraling te krijgen moet de verstrooiing van de vele op een regelmatige afstand van elkaar in vlakken liggende atomen (afb. 1) elkaar versterken. Nu ontstaat versterking van twee of meer stralen in een bundel alleen dan als die stralen zich "in fase" bevinden, of als ze met een geheel aantal golflengten van fase verschillen.
De voorwaarden voor versterkte terugkaatsing van röntgenstraling door een stel evenwijdige vlakken in een kristalrooster zijn in 1912 geformuleerd door de Engelse kristallograaf William Lawrence Bragg. De afleiding van deze "Wet van Bragg" is geïllustreerd in afb. 2.
De vlakken 1, 2 en 3 zijn een stel evenwijdige vlakken met willekeurige Miller-indices (hkl), bv. een stel vlakken uit een kristalrooster zoals in afb. 1. De onderlinge afstand tussen deze evenwijdige vlakken is d_{hkl}. Een bundel evenwijdige röntgenstralen A, D en J met een welbepaalde golflengte λ vallen onder een hoek Θ op die vlakken. Om een weerkaatste (gebroken, gediffracteerde) bundel te krijgen moet het wegverschil tussen ieder van die stralen in het kristal (ABC, DGI en JLN) een geheel aantal keren de golflengte λ van de stralen zijn. Dat betekent dat voor vlak 2 (FG + GH) = $n_1\lambda$ moet zijn, en voor vlak 3 dat (KL + LM) = $n_2\lambda$ moet zijn. In het geval van vlak 2 kan men met wat driehoeksmeetkunde bewijzen dat de afstand FG = $d_{hkl}\sin\Theta$. Het wegverschil FG + GH is dus gelijk aan $2d_{hkl}\sin\Theta$ (zie afb. 2). Dit wegverschil, dat dus gelijk is aan $2d_{hkl}\sin\Theta$, moet in het geval van diffractie gelijk zijn aan een geheel aantal keren de golflengte λ : nu wordt $2d_{hkl}\sin\Theta = n\lambda$. Deze laatste formule is de Wet van Bragg. Daarin zitten dus drie variabelen die, zoals in afb. 2 aangetoond is, nauw met elkaar verbonden zijn:
λ: de golflengte van de gebruikte röntgenstraling,
d: de afstand tussen een stel vlakken in een kristalrooster,
Θ: de invals-/uitvalshoek van de straling.
Als men één van die drie variabelen als een constante neemt, dan is er uiteraard een direct verband tussen de twee andere parameters.
In de **röntgendiffractie** wordt, zoals eerder gezegd is, straling van één bepaalde en constante golflengte gebruikt. Als men de verschillende hoeken Θ bepaalt waaronder diffracties optreden, kan men daarmee de verschillende afstanden *d* tussen de verschillende stellen evenwijdige vlakken in een kristalrooster bepalen, en daarmee dus de **structuur** van het kristalrooster, een fundamentele eigenschap van een mineraal.
Als men een mineraal met elektronen met hoge energie beschiet, ontstaat er röntgenstraling met zeer verschillende golflengten, afhankelijk van de elementen die in het mineraal aanwezig zijn. Als men die straling laat vallen op een kristal met een bekende en constante *d*-waarde tussen een stel evenwijdige vlakken, dan kan men door draaiing van het kristal over bepaalde hoeken Θ de verschillende golflengten van de invallende straling bepalen en daarmee de elementen waarvan die straling afkomstig is: men voert een **chemische analyse** uit door de intensiteit van de röntgenstraling van de diverse aanwezige elementen in het mineraal te vergelijken met de intensiteit van de röntgenstraling van bekende standaardpreparaten. Het instrument waarmee deze analyses uitgevoerd worden, heet een **elektronen-microsonde.**



Afb. 2. Diffractie van een monochromatische bundel röntgenstralen door een stel evenwijdige vlakken 1, 2 en 3 in een kristalrooster: afleiding van de Wet van Bragg. (Naar T. Zoltai en J.H. Stout, 1983)



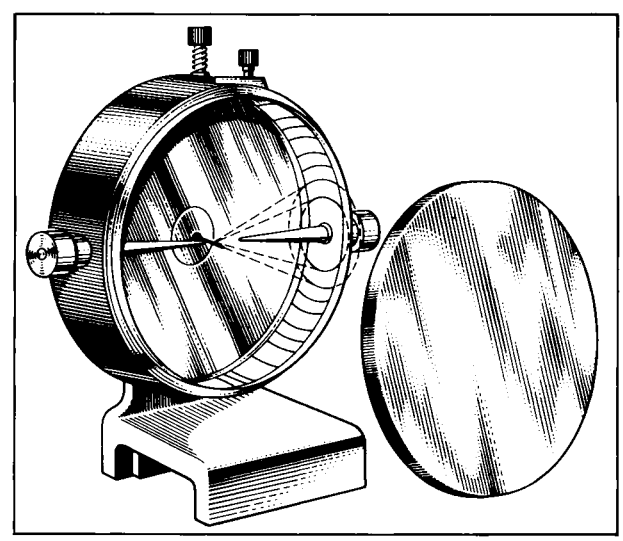
Afb. 3.

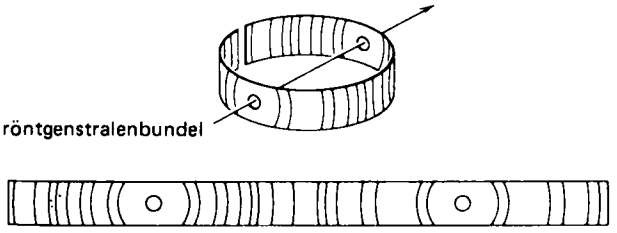
a. *Diffractie door één stel vlakken (100) van een stilstaand kristal.*
b. *Diffractie door drie stellen vlakken (110), (100) en (010) van kristalletjes in een stilstaand gepoederd monster.*
c. *Diffractiekegels van drie stellen vlakken (110), (100) en (010) van kristalletjes in een ronddraaiend gepoederd monster. (Naar Zoltai en Stout, 1983)*

Röntgenstralendiffractie: de poedermethode

Een bundel monochromatische röntgenstralen zal door slechts weinig vlakken van één enkel stilstaand kristal gebroken worden: aan de Wet van Bragg zal slechts per uitzondering voldaan kunnen worden.
In afb. 3a wordt de noodzakelijke hoek Θ slechts door de vlakken (100) bereikt. Let er op dat de hoek tussen de invallende en de weerkaatste bundels röntgenstralen 2Θ is (vergelijk ook afb. 2)!
Van een ronddraaiend kristal zal een veel groter aantal stellen vlakken met verschillende *d*-waarden opeenvolgend de vereiste hoek Θ bereiken tijdens de draaiing. Men krijgt nog meer resultaat als men in plaats van één kristal een fijnkorrelig poeder neemt, zodat veel kristalletjes tegelijkertijd een diffractiepositie zullen innemen t.o.v. de invallende röntgenstralen: in afb. 3b vindt diffractie plaats aan drie kristalletjes in verschillende oriëntatie, zodat er signaal komt van respectievelijk de vlakken (110), (100) en (010). Door het poeder rond te draaien in de röntgenbundel krijgen alle mogelijke vlakken van het kristalrooster de gelegenheid om de röntgenbundel onder de voor hen geschikte hoek te breken.
Het driedimensionale patroon van de diffractie door één bepaald stel roostervlakken is een kegel (afb. 3c), waarin de hoek tussen de kegelomtrek en de straal uiteraard 2Θ is. Die hoek (en dus de kegel) is verschillend voor ieder stel vlakken in de structuur: de onderlinge afstand *d* is immers verschillend voor ieder stel vlakken. Van een bepaald mineraalpoeder krijgt men dus een stel diffractiekegels, waarvan er in afb. 3c drie getekend zijn. Deze diffractiekegels kan men op fotografische film vastleggen, want de emulsie op die films is gevoelig voor röntgenstralen (vandaar de loden beschermingstasjes voor films bij het passeren van de vuurwapencontrole op luchthavens!).
De meest gebruikte camera voor röntgenstralendiffractie is de Debye-Scherrercamera, die een klein deel van de diffractiekegels registreert (afb. 4 en 5).
De 35 mm brede film ligt tegen de omtrek van de cylindrische camera aan; het poedermonster bevindt zich in het centrum van de camera, en wordt door een motortje rondgedraaid. Het poedermonster kan verschillende vormen en verpakkingen hebben (afb. 6). De camera wordt zodanig geconstrueerd dat de hoek 2Θ of 4Θ later via een lichtbak rechtstreeks van de film in millimeters kan worden afgelezen zonder verdere berekeningen: in de praktijk gebruikt men daarom camera's met 57,26 mm of 114,5 mm diameter (= tweemaal de straal:2R) (die met de

Afb. 4. Debye-Scherrer-poedercamera.
In de cylindrische camera bevindt het mineraalpoeder(zie afb. 6) zich in het centrum. De röntgenstralen komen links de camera binnen via een collimator, en worden dan door de verschillende roostervlakken gediffracteerd tot verschillende kegels (vgl. afb. 3). De niet-gediffracteerde röntgenstralen worden rechts in een uitgangs-collimator opgevangen op een stuk loodglas.
De film ligt tegen de omtrek van de camera aan. Door de platte vorm van de camera komen slechts kleine cirkelfragmenten van de diffractiekegels op de film.
Uiterst rechts het deksel van de camera. De twee schroeven op de camera dienen voor het vastzetten van de film en voor het centreren van het monster. De motor voor het ronddraaien van het monster bevindt zich achter de camera (niet zichtbaar). (Naar C.S. Hurlbut en C. Klein, 1977)





Afb. 5. Ronde (boven) en uitgeklapte (onder) filmstrip uit een Debye-Scherrer-poedercamera. De film bevat twee gaten voor de ingangs- en uitgangscollimatoren van de camera (vgl. afb. 4).
Door de straal (of diameter) van de cirkels op te meten (aantal graden 2Θ of 4Θ) kan men de d*-waarden van de roostervlakken bepalen. (Naar Hurlbut en Klein, 1977)*

formule 2 Π R respectievelijk 180 en 360 mm omtrek hebben).
De verschillende cirkels op de film (althans fragmenten daarvan, zie afb. 5) corresponderen via de Wet van Bragg met de verschillende *d*-waarden van diverse stellen roostervlakken in de structuur van het onderzochte mineraal. In afb. 7 zijn twee zogenoemde "poederfilms" afgebeeld van verschillende mineralen. Ieder mineraal heeft zijn eigen karakteristieke structuur, en produceert in een bundel röntgenstralen dus zijn eigen patroon van cirkels, niet alleen wat betreft de onderlinge afstand, maar ook wat betreft de intensiteit van de zwarting van de film. De diverse cirkels van een poederfilm vormen zo als het ware een "vingerafdruk" van het onderzochte mineraal. Er zijn een aantal mineralen, zij het zeer weinig, die exact hetzelfde patroon van *d*-waarden hebben, maar in hun overige eigenschappen zijn zij dermate verschillend dat er praktisch nooit een vergissing in de identificatie gemaakt wordt.
Het thuisbrengen van een onbekend mineraal met een poederopname gebeurt langs een nogal ingewikkeld determinatiesysteem dat gebruik maakt van de drie sterkste of van de acht sterkste lijnen in het patroon (zie de intensiteitsverschillen in afb. 7), en hun onderlinge ligging. Het identificeren van een mineraal met behulp van de poedermethode gaat meestal vrij snel: bij voldoende materiaal (en dat is heel weinig: een klein splintertje is al genoeg) kan de film binnen een paar uur belicht, ontwikkeld en afgelezen zijn. Bij kleinere hoeveelheden materiaal, dat bv. onder de microscoop uit een slijpplaatje geboord wordt, kan de belichtingstijd van de film oplopen tot 48 uur, en zelfs nog langer.
Echte problemen met het identificeren van mineralen met de poedermethode ondervindt de mineraloog alleen als hij zonder voorkennis mengsels van mineralen aan het analyseren is: er ontstaan dan uiteraard gemengde patronen, en die zijn niet makkelijk uit elkaar te halen als men niet tenminste de identiteit van één van de mineralen kent!

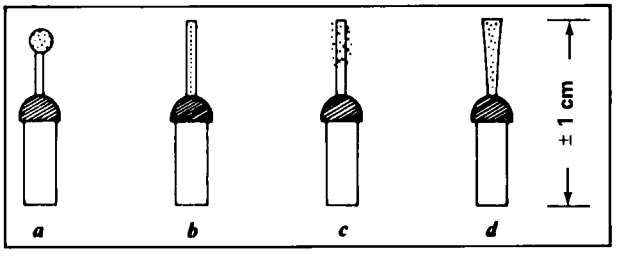
Chemische analyse met een elektronen-microsonde

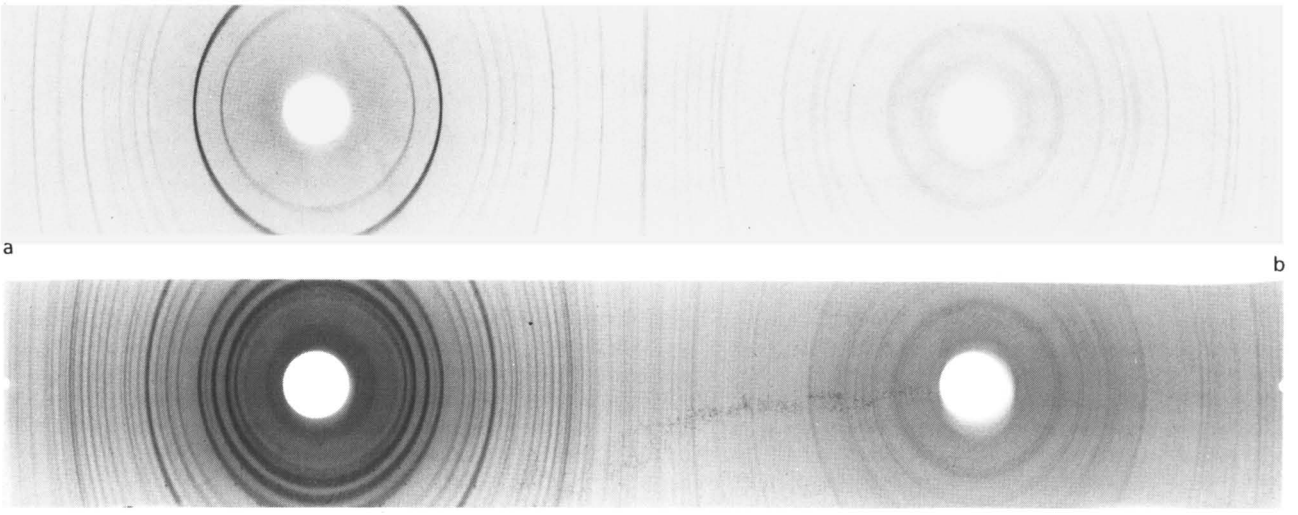
Met behulp van röntgenstralendiffractie (vorige alinea's) kan men de structuur van een mineraal bepalen: de verschillende diffractiehoeken 2Θ van röntgenstralen met één bepaalde golflengte leiden ons met de Wet van Bragg naar de verschillende *d*-waarden: de afstanden tussen evenwijdige roostervlakken in een kristalstructuur.
In het tegenovergestelde geval worden we geconfronteerd met röntgenstralen van onbekende golflengte; als we die stralen laten diffracteren op een ronddraaiend kristal met één stel roostervlakken waarvan we de *d*-waarde kennen, dan kunnen we alweer langs de Wet van Bragg de golflengte van die stralen bepalen, en daarmee het element waarvan ze afkomstig zijn.
Het instrument waarmee op deze wijze chemische analyses uitgevoerd worden is een elektronen-microsonde. Dit apparaat is in de jaren 1950 ontwikkeld door de Fransman Castaing, en is nu een onontbeerlijk middel bij mineralogische studies.
De theorie is eerder uiteengezet: als men een bundel elektronen met hoge energie op een mineraal laat botsen, dan zullen de verschillende atomen in het mineraal röntgenstralen uitzenden. De golflengten van deze röntgenstralen zijn afhankelijk van het element waartoe de atomen behoren; de atomen van ieder element hebben een verschillende bouw, en zenden daarom karakteristieke golflengten van röntgenstraling uit.

Via een draaibaar analysatorkristal (afb. 8), dat bestaat uit een stof met één bekende *d*-waarde loodrecht op de lengterichting van het kristal, kan men dan langs de Wet van Bragg de golflengten van de onbekende röntgenstralen bepalen. De sterkte van de pulsen van de röntgenstralen is afhankelijk van het percentage van de atomen die deze stralen uitzenden uit het mineraal; het meten van de pulsen en het vergelijken met de pulsen van standaardpreparaten met bekende percentages van hetzelfde element levert een kwantitatieve chemische analyse.
De röntgenstraling van de diverse elementen in één mineraal kan via een katodestraalbuis zichtbaar gemaakt worden; een voorbeeld daarvan (een granaat) is uitvoerig beschreven in Gea (1983), vol. 16, nr. 4, p. 128.

In grote lijnen zit een elektronen-microsonde als volgt in elkaar (afb. 9). Een gloeidraad produceert een bundel elektronen die onder invloed van een groot spanningsverschil met grote snelheid op een monster geschoten worden. Dit monster is een gepolijste dunne doorsnede of een polijstvlak, waarop een heel dun koolstoflaagje aangebracht is om de lading af te voeren. De elektronenbundel wordt door twee stellen magnetische lenzen zodanig gefocusseerd dat zijn diameter slechts in de orde van 1 micrometer (= 0,001 mm) is. De in het monster geproduceerde röntgenstraling wordt via een draaibaar analysator-

Afb. 6. Diverse typen van gepoederd monster voor röntgendiffractie.
Op een metalen staafje wordt een propje plasticine aangebracht, en daarin het monster:
a. balletje van solutie of collodion met mineraalpoeder op een glazen staafje;
b. staafje van solutie of collodion met mineraalpoeder;
c. glasvezeltje met daarop geplakt mineraalpoeder;
d. glazen capillair buisje gevuld met mineraalpoeder.
Het metalen staafje past in een klem in het midden van de poedercamera (vgl. afb. 4). (Naar Zoltai en Stout, 1983)

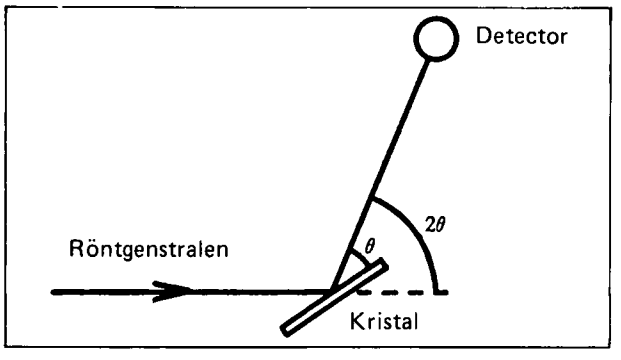


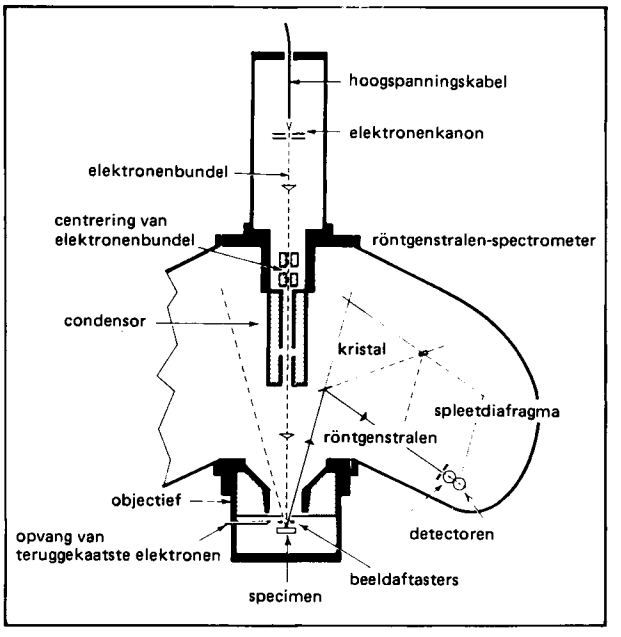


Afb. 7. Poederfilm van a. kwarts; b. skapoliet. Let op de verschillen in aantallen cirkels, hun onderlinge positie en hun intensiteit (eigen opnamen).

kristal en detectoren geanalyseerd, en vergeleken met röntgenstraling van bekende standaardmonsters. De sturing van het apparaat en de verwerking van de gegevens is zeer ingewikkeld en gebeurt met een on-line computer. Het geheel is een kamervullend apparaat, en kost tegenwoordig om en nabij de 1 miljoen gulden.
Ook deze methode heeft zijn voordelen en zijn nadelen. De voordelen zijn de volgende: 1) het is mogelijk om een kwantitatieve analyse te maken van korrels met een diameter van slechts een paar micrometer, en het is dus mogelijk om zeer kleine insluitsels in mineralen te identificeren; 2) men kan binnen één korrel variaties in de chemische samenstelling vaststellen; 3) men kan afzonderlijke korrels in gesteenten of ertsen analyseren in gepolijste dunne doorsneden of in polijstvlakken: om een mineraal te analyseren is het niet nodig om het vooraf te isoleren van de andere mineralen in het monster, vaak een zeer tijdrovend en zelfs onmogelijke opgave; 4) als het monster (dunne doorsnede of polijstvlak) eenmaal gemaakt is, verloopt de analyse zeer snel; 5) de methode is meestal niet destructief: na analyse kan men gewoon verder werken met het monster.
Er zijn ook een paar belangrijke nadelen: 1) elementen met een atoomgetal lager dan 9 kunnen slechts moeilijk of zelfs helemaal niet geanalyseerd worden: zo is het niet mogelijk om aan te tonen of een mineraal H_2O of $(OH)^-$ bevat, een zeer ernstige handicap; 2) de methode maakt geen verschil tussen de diverse valenties van één element: Fe^{2+} en Fe^{3+} kan men niet van elkaar onderscheiden; 3) de monstervoorbereiding (maken van de polijstoppervlakken en het opdampen met koolstof) is bewerkelijk; 4) een en ander is bepaald niet goedkoop!

Afb. 8. Analysatorkristal uit een elektronen-microsonde. De hoek Θ moet voor de diverse golflengten van de stralen aangepast worden. Het bedrag van de hoek Θ leidt tot de identificatie van het element waarvan de röntgenstraling afkomstig is.
In de detector wordt de intensiteit van de röntgenstraling gemeten, zodat vergelijking met röntgenstraling van een standaardpreparaat mogelijk is. (Naar S.J.B. Reed, 1975)





Afb. 9. Bouw van een elektronen-microsonde. Uit een elektronenkanon wordt een bundel elektronen op een specimen (onderin) geschoten. De focussering van deze bundel geschiedt via magnetische lenzen (condensor en objectief). De röntgenstralen uit het monster worden langs een kristal naar detectoren geleid.
De afmetingen van deze doorsnede is in werkelijkheid ongeveer 2 x 2 m; in sommige apparaten is de opstelling horizontaal (zoals afgebeeld), in andere verticaal. (Naar J.V.P. Long, 1977)

Besluit

Voor het identificeren van mineralen is de combinatie van de beide beschreven röntgenstralenmethoden (diffractie en elektronen-microsonde) praktisch onverslaanbaar. In de zeldzame gevallen waarin het ons op de Vrije Universiteit niet gelukt is om een mineraal op deze wijze te identificeren, hadden we uiteindelijk te maken met een nieuw mineraal: dat is ons in de laatste 20 jaar zo'n 15-tal keren overkomen. De procedures die dan in werking treden vormen echter een heel apart verhaal.

Mineralentabel

Sleutel voor de mineralentabel

In de tabel van mineralen, die in de GEA-mineralenwijzer zijn verwerkt, zijn letters, cijfers en afkortingen opgenomen. De betekenis daarvan luidt als volgt:

A: afkorting van het mineraal op de wijzer, alfabetisch gerangschikt
B: naam van het mineraal
C: kristalsysteem

reg	=	regulair (kubisch)	rho	=	rhombisch
tet	=	tetragonaal	mon	=	monoklien
hex	=	hexagonaal	trk	=	triklien
trg	=	trigonaal	O	=	niet-kristallijn

D: dichtheid
E: indeling in klassen volgens chemische samenstelling
1 = Elementen
2 = Sulfiden, Arseniden
3 = Halogeniden
4 = Oxiden en Hydroxiden
5 = Nitraten, Carbonaten, Boraten
6 = Sulfaten, Chromaten, Molybdaten, Wolframaten
7 = Fosfaten, Arsenaten, Vanadaten
8 = Silicaten
a = nesosilicaten
b = sorosilicaten
c = cyclosilicaten
d = inosilicaten
e = phyllosilicaten
f = tektosilicaten
O = Organische verbindingen
F: mineralengroep
11 = amfiboolgroep
12 = pyroxeengroep
13 = kwartsgroep
14 = plagioklaasgroep
15 = kaliveldspaatgroep
16 = granaatgroep
17 = glimmergroep
18 = zeolietgroep
19 = vaalertsgroep
G: optreden van fluorescentie in
K = kortgolvig
L = langgolvig UV-licht
H: eventueel voorkomen als gesteentevormend mineraal
I: gegevens over de kenmerkende uiterlijke vorm die het mineraal **doorgaans** heeft: habitus, tweelingen, streping, aggregaatvorm. Deze gegevens zijn zeer summier en sluiten andere mogelijkheden niet uit.

Concentratietabel

	Hardheid								
Mineraalkleur	0-2	2-3	3-4	4-5	5-6	6-7	7-8	8-10	
wit/kleurl.	4	8	15	6	15	12	7	1	= 68
rood	3	6	4	1	4	8	8	3	= 37
blauw	2	2	6	2	8	2	4	3	= 29
geel	5	2	12	4	5	4	1	2	= 35
oranje	--	--	5	--	--	--	--	1	= 6
violet	--	3	--	1	--	--	1	--	= 5
groen	2	7	7	1	9	8	7	2	= 43
bruin	2	3	13	6	13	10	9	2	= 58
zwart	1	1	3	5	12	10	4	1	= 37
grijs	2	5	1	6	9	7	2	1	= 33
	21	37	66	32	75	61	43	16	351
Streepkleur									
rood	--	4	2	--	--	2	--	--	= 8
blauw	--	1	1	--	--	--	--	--	= 2
geel	4	1	6	--	--	--	--	--	= 11
oranje	--	--	--	--	--	--	--	--	= --
violet	--	--	--	--	--	--	--	--	= --
groen	--	4	3	2	3	--	--	--	= 12
bruin	1	1	--	3	4	--	--	--	= 9
zwart	2	2	4	4	7	4	--	--	= 23
grijs	2	5	--	2	--	--	--	--	= 9
	9	18	16	11	14	6	--	--	74

De Mineralentabel bevat niet alleen een schat aan gegevens van ACT tot ZWA, maar geeft ook aanleiding tot enige conclusies.
We kunnen bijvoorbeeld bekijken, hoeveel mineralen dezelfde waarden van de eigenschappen gemeen hebben; waar liggen de concentraties van combinaties, met andere woorden: hoe goed is de mineralenwijzer in staat de ingevoerde mineralen te scheiden. We stelden een "Concentratietabel" samen aan de hand van alle vijf in de Mineralenwijzer gebruikte eigenschappen. Deze werd voor publicatie wat erg omvangrijk, zodat we ons hier beperken tot de eigenschappen kleur/streepkleur en hardheid. Uit de concentratietabel kan de belangstellende lezer zelf zijn conclusies trekken.
Doordat mineralen met meer dan één kleur meer dan eens in de wijzer verwerkt zijn, leveren de 171 mineralen 351 posities op.
Moeilijkheden zijn vooral bij de witte/kleurloze mineralen te verwachten, die immers geen streepkleur hebben. Van de 68 mineralen in deze groep hebben er 53 glasglans. Als het onderzochte mineraal uit deze groep H 3-4 of H 5-7 heeft, zal het in belangrijke mate van andere eigenschappen afhangen, bij welke uitkomst men terechtkomt, zoals de uiterlijke vorm. Belangrijk is ook, in welk mineralengezelschap het gezochte mineraal zich bevindt. In een mineralengezelschap of associatie komen bepaalde combinaties van mineralen voor, terwijl andere combinaties zeldzaam zijn of zelfs onmogelijk. Zo zal men nefelien, leuciet of olivijn in normale gevallen nooit samen met kwarts vinden.

J.S.-v.B.