

# SBORNÍK NÁRODNÍHO MUZEA V PRAZE

ACTA MUSEI NATIONALIS PRAGAE

B XLVI (1990), No. 1–2

REDAKTOR: JIŘÍ ČEJKA

---

**L. MEGARSKAJA – D. RYKL**

Institut für Geologie und Geotechnik der Tschechoslowakischen Akademie der Wissenschaften,  
V Holešovičkách 41, CS 182 09, Praha 8

## BEITRAG ZUR ERKENNTNIS DER PB-SULFOANTIMONATEN (III)

### KURZFASSUNG

Mit Röntgemikroanalysator JEOL JXA-50A ist ein Probekörper unter der Bezeichnung Plagionit, Inventarnummer 9626 aus der Lokalität Wolfsberg (DDR) studiert worden. Es wurde festgestellt, dass es sich um Plagionitmetakrysten im Semseyit handelt. Die Variabilität der chemischen Zusammensetzung und der Diffraktionsdaten wird durch die Mikroverwachsungen von Plagionit und weiterer Sulfoantimonaten (III), im gegebenen Falle Semseyit verursacht.

### EINFÜHRUNG

Im Rahmen des systematischen Studiums der Pb-Sulfoantimonaten (III) wurde mittels Elektronmikrosonde eine Probe aus den Sammlungen des Nationalmuseums, Inventarnummer 9626, mit der ursprünglichen Bezeichnung Plagionit (Lokalität Wolfsberg, Harz, DDR) studiert. Die genannte Lokalität stellt eine typische hydrothermale Antimonerzlagerstätte dar (ZORKOVSKÝ 1972, WOLFSON, DRUŽOVIČ 1982). Bereits früher sind die Pb-Sulfoantimonaten (III) dieser Lagerstätte studiert worden (SPENCER 1899, JAMBOR 1969, SEUNG AM CHO, WUNSCH 1970). In der vorliegenden Mitteilung werden sie mittels Röntgenmikroanalysator studiert.

### VERSUCHSTECHNIK

Die chemische Zusammensetzung der einzelnen Mineralphasen ist mit Röntgenmikroanalysator JEOL JXA-50A in Verbindung mit einem Energiedispersionsanalysator EDAX 711 bestimmt worden. Gewählt wurden folgende Arbeitsbedingungen: Beschleunigungsspannung 20 kV für alle analysierten

Elemente, Strom der an der Probenoberfläche absorbierten Elektronen  $1,8-3,5 \cdot 10^{-8}$  A je nach Kombination der gleichzeitig gemessenen Elemente, Expositionszeit 10 sec. Zwecks Kontrolle der Stromstabilität wurde jede Messung dreimal wiederholt. Analytische linie: K  $\alpha$  für Fe, Cu, Zn, S; L  $\alpha$  für Sn, Sb, Ag; L  $\beta'$  für As; M  $\alpha$  für Pb, Bi. Benutzte Standards: Reine Metalle für Bi, Sb, Sn, Ag, Cu, Fe, ZnS für S und Zn; PbSe für Pb; GaAs für As. Die sogenannte „Geräteverschiebung“ (Drift) wurde durch Einschaltung der Messung von Standards nach dem Messen der einzelnen ausgewählten Probenreihen und entsprechende Korrektur eliminiert. Die gemessenen Röntgenstrahlungsintensitäten wurden nach der Methode ZAF auf den Gehalt der einzelnen Elemente umgerechnet, die Korrektur erfolgte mittels Programm Sonde Version 03 (JUREK, ŠKVÁRA 1973). Auf empirische Koeffizienten wurden die Analyseergebnisse ebenfalls mit Computer nach eigenem Programm umgerechnet (MEGARSKAJA 1983).

Die Röntgendiffraktionsaufzeichnungen erfolgen nach Debye-Scherer Verfahren sowohl nach der Separation der einzelnen Mineralphasen aus dem Anschliff mit Diamant-Mikrobohrmaschine (DADÁK, HLOUŠEK 1982), wie auch der Probe als solcher. Dabei wurde eine Kamera von  $\phi$  114,5 und 57,3 mm bei 30-stündiger Expositionszeit und CuK  $\alpha$  ( $\lambda = 0,154$  nm), Ni Filter, 35 kV, 20 mA benutzt. Geeicht waren die Kameras mit  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Indexiert wurden die gemessenen Werte der zwischenebenen Entfernungen mit Programm TREOR (WEISS 1982), und gleichzeitig wurden die Abmessungen der Elementarzelle berechnet.

## ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Die studierte Probe stellte kleine Tafeln körnigen Aggregats auf Quarz dar. Beim detaillierten mikroskopischen Studium mittels reflektierter Elektronenemission (COMPO) ist festgestellt worden, dass die Probe aus parallel im Semseyit-medium angeordneter Plagionitkristallen besteht. Die tafelförmige Plagionitmetakristalle werden vom Semseyit umgeben und teilweise korrodiert (Fig. 3). Im optischen Mikroskop sind beide Phasen nicht unterscheidbar. Diese Mineralphasen gehören zu der sehr interessanten Gruppe der Pb-Sulfoantimonaten (III), die die homologe Reihe Semseyit-Füllöpit (MOZGOVA, BORODAJEV 1972), oft als „tafelförmige“ Gruppe der Pb-Sulfoantimonaten (III) bezeichnet, darstellt. Alle Glieder dieser Gruppe sind monoklinisch, und ihre Zusammensetzung kann durch die allgemeine Formel  $Pb_{3-4}Sb_8S_{15+2n}$  ausgedrückt werden, wobei (O-3) ist.

Mittels Röntgenmikroanalysator ist die chemische Zusammensetzung beider festgestellten Mineralphasen bestimmt worden. In den Tabellen 1 und 2 sind die Ergebnisse angeführt. In der Tabelle 3 ist zum Vergleich die chemische Zusammensetzung von Semseyit von der Lokalität Băița (Sozialistische Republik Rumänien) angeführt.

Aus den Tabellen 1 und 3 ist erkenntlich, dass die Zusammensetzung von Semseyit sehr gut sowohl mit der idealen Formel als auch mit den tabellierten Angaben (STRUNZ 1982), die von der klassischen chemischen Analyse abgeleitet worden sind, übereinstimmen. Dabei wird auch die Übereinstimmung der chemischen Zusammensetzung des Semseyits von zwei verschiedenen Lokalitäten deutlich.

Aus der Tabelle 1 wird auch die gute Analysenübereinstimmung von Plagionit mit der idealen Formel, die auf Grund der klassischen chemischen Analyse bestimmt worden ist, deutlich.

Die polykristallinische Röntgendiffraktionsaufzeichnung ist in die Tabelle 4 angeführt. Ebenfalls sind dort die Angaben für Semseyit von der Lokalität Băița nach Separation mit Diamantmikrobohrmaschine aus dem Anschliff angeführt.

Aus der Tabelle 4 ist ein gewisser, wenn auch nicht grosser Unterschied bei den Werten für die zwischenebenen Entfernung ersichtlich. Es kann behauptet werden, dass die Angaben für Semseyit von der Lagerstätte Wolfsberg den Angaben für Plagionit (JCPDS) näher kommen als denen für Semseyit. Wahrscheinlich sind die Plagionitinklusionen im Semseyit eine häufige Ursache für erhebliche Differenzen in den Angaben sowohl der chemischen Zusammensetzung als auch der Diffraktionsaufzeichnungen.

## SCHLUSSFOLGERUNGEN

Aus der Sammlungen des Nationalmuseums wurde eine Probe mit der ursprünglichen Bezeichnung Plagionit mit Röntgenmikroanalysator studiert. Es wurde festgestellt, dass sie eine heterogenne Mischung zweier Mineralien darstellt, und zwar Plagionitmetakristen in Semseyit. Desweiteren wurde festgestellt, dass die Angaben der chemischen Zusammensetzung wie auch die in der Literatur angeführten Diffraktionsdaten und deren grosse Variabilität durch Mikroverwachsungen von Plagionit und Semseyit verursacht werden, sodass nicht immer das Mineral als Individuum, sondern die gesamte heterogenne Mischung gemeinsam studiert wird.



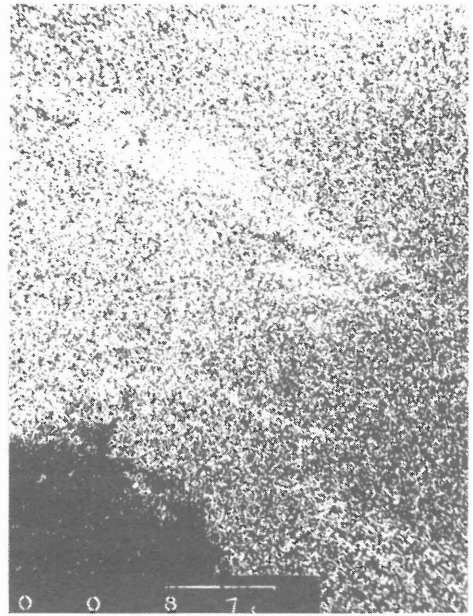
Fig. 1. Pb-Sulfoantimonat (III) Wolfsberg, Inventarnummer 9626. Sekundärelektronen (1000-fach vergrössert).



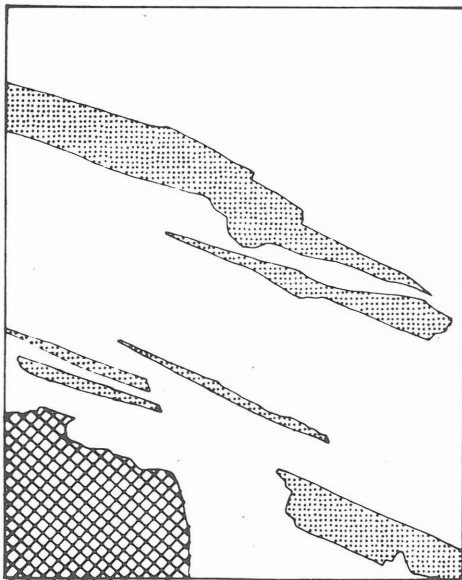
Fig. 2. Pb-sulfoantimonat (III) Wolfsberg, Sekundärelektronen (3000-fach vergrössert)



**Fig. 3.** Anschlifffläche von Pb-Sulfoantimonat (III), aufgenommen in COMPO (300-fache Vergrößerung)



**Fig. 5.** In Spektrallinie  $L\alpha$  aufgenommene Anschlifffläche. Auf der Aufnahme wird die erhöhte Sb-Konzentration in Semseyit deutlich.



**Fig. 4.** Strichätzung der Anschlifffläche nach der Aufnahme COMPO (300-fache Vergrößerung)

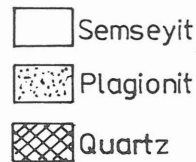
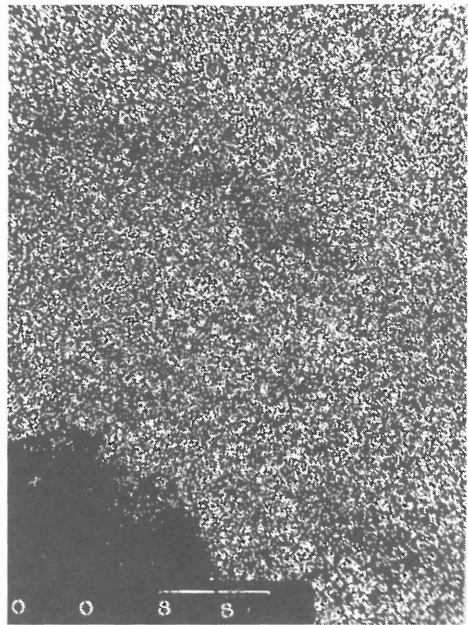


Fig. 6. Spektrallinie Pb  $M\alpha$  aufgenommene Anschlifffläche. Auf der Aufnahme wird die reduzierte Pb-Konzentration im Semseyit deutlich.



#### LITERATUR

- DADÁK, M., HLOUŠEK, K. (1982): Im mineralogischen Laboratorium des Forschungsinstitut für Erze, Praha, vorgenommene Bestimmungen.
- JAMBOR, J. L. (1969): Sulphosalts of the pligionite group. *Min. Mag.* 37, (228), 437.
- JCPDS (1968): Selected powder diffraction data for minerals. Pennsylvania, USA.
- JUREK, K., ŠKVÁRA, F. (1973): Kvantitativní rentgenová mikroanalýza silikátů. *Silikáty* Nr. 3–4.
- MEGARSKAJA, L. (1983): Komplexní sulfoantimonitany. Dissertation, ÚGG ČSAV, Praha.
- MOZGOVA, N. N., BORODAJEV, J. J. (1972): Gomologičeskij rad semseyit-füllöpit. *Zap. Vsesojuz. Min. Obšč. II*, 101 (311), 299.
- SEUNG AM CHO, WUENSH, B. J. (1970): Crystal chemistry of the pligionite group. *Nature* 225, 5231.
- SPENCER, L. J. (1899): Pligionite, heteromorfitte and semseyite as members of a natural group of minerals *Min. Mag.* 12, 288.
- STRUNZ, H. (1982): Mineralogische Tabellen. 8. Auflage, Leipzig, Akad. Verlag.
- WEISS, Z. (1982): Im VVUÚ Ostrava-Radvanice vorgenommene Messungen.
- WOLFSON, F. J., DRUŽOVIN, A. V. (1982): Glavnějšije tipi rudnych Městorozděnij, Nědra, Moskva.
- ZORKOVSKÝ, V. (1972): Ložiska nerostných surovin a jejich vyhledávání. Alfa, Bratislava.

L. MEGARSKAJA – D. RYKL

#### PŘÍSPĚVEK K POZNÁNÍ SULFOANTIMONITANŮ OLOVA

Pomocí rentgenového mikroanalyzátoru JEOL JXA-50A a energiově dispersním analyzátozem EDAX 711 byl studován vzorek ze sbírek Národního muzea s původním názvem pligionit. Bylo zjištěno, že tento vzorek představuje heterogenní směs dvou minerálů a to metakrystalů pligionitu v semseyitu. Bylo zjištěno, že údaje chemického složení, tak i difrakční data uváděná v literatuře a jejich velká variabilita je způsobena mikrosrůsty pligionitu a semseyitu, takže není vždy studován minerál jako individuum, ale celá heterogenní směs společně.

**Tabelle 1. Ergebnisse der Röntgenmikroanalyse von Plagionit (Wolfsberg)**

	1	2	3	4	5	6
Pb	42,25	41,74	0,2014	5,07	5,17	40,55
Sb	37,07	36,62	0,3008	7,58	7,66	38,12
S	21,91	21,64	0,6750	17,00	17,20	21,33
Σ	101,23	100,00			30,00	100,00

Ideale Formel  $Pb_5Sb_8S_{17}$

Reale Formel  $Pb_{5,13}Sb_{7,66}S_{17,20}$

**Tabelle 2. Ergebnisse der Röntgenmikroanalyse von Semseyit (Wolfsberg)**

	1	2	3	4	5	6
Pb	53,09	52,97	0,2557	8,95	8,95	53,10
Sb	28,11	27,73	0,2277	7,94	7,97	27,79
S	19,71	19,30	0,6020	21,00	21,08	19,17
Σ	101,11	100,00			38,00	100,00

Ideale Formel  $Pb_9Sb_8S_{21}$

Reale Formel  $Pb_{8,95}Sb_{7,97}S_{21,08}$

**Tabelle 3. Ergebnisse der Röntgenmikroanalyse von Semseyit (Băița)**

	1	2	3	4	5	6
Ag	0,19	0,19	0,0018	0,06	0,06	0,00
Pb	53,45	53,22	0,2569	9,26	9,12	53,10
Sb	28,03	27,91	0,2292	8,25	8,14	27,73
S	18,76	18,68	0,5826	21,00	20,08	19,17
Σ	100,43	100,00			38,00	100,00

Ideale Formel  $Pb_9Sb_8S_{21}$

Reale Formel  $(Pb, Ag)_{9,18}Sb_{8,14}S_{20,08}$

Bedeutung der einzelnen Spalten in den Tabellen 1, 2, 3

1 – Masse % (Analyseergebnisse)

2 – Masse % (Umrechnung auf 100)

3 – Automquotienten

4 – Atomzahl auf der Basis der Schwefelatomzahl

5 – Atomzahl auf der Basis der gesamten Atomzahl

6 – theoretische Zusammensetzung

Tabelle 4. Röntgendiffraktionsdaten von Semseyit von Wolfsberg und Băița (nm · 10<sup>-1</sup>)

Wolfsberg					Băița		
h	k	l	d <sub>gem.</sub>	I <sub>rel.</sub>	d <sub>gem.</sub>	d <sub>ber.</sub>	I <sub>rel.</sub>
1	2	6	4,220	4	3,740	3,630	5
			3,760	8			
			3,560	5			
			3,510	3			
-4	1	2	3,220	10	3,280	3,200	10
			3,020	1			
-3	2	9	2,970	9	2,950	2,890	8
-4	1	9	2,810	4	2,850	2,800	1
4	2	2	2,650	5	2,700	2,660	6
			2,550	1			
-5	2	3	2,420	4	2,460	2,430	1
			2,340	1			
1	2	13	2,220	6	2,250	2,220	4
-3	1	16	2,140	3	2,140	2,120	3
			2,060	1			
4	2	9	2,030	2	2,030	2,010	1
0	6	4			1,900	1,880	2
-7	1	0			1,820	1,810	1
53	3	9	1,680	2	1,700	1,690	2
0	7	4	1,640	1	1,630	1,620	1
6	3	8			1,580	1,570	1
-1	7	11	1,450	1	1,480	1,470	1
			1,380	2			

a = 13,390 (18)  
 b = 11,560 (7)  
 c = 35,230 (5)  
 β = 106,9\* (8)

a = 13,390 (12)  
 b = 11,560 (8)  
 c = 35,290 (4)  
 β = 105,98\* (9)

Semseyit von der Lokalität  
 Wolfsberg

die Werte sind in nm · 10<sup>-1</sup> angeführt  
 gem. = gemessen  
 ber. = berechnet

Semseyit von der Lokalität  
 Băița