

Geol. vjesnik	33	203—207	1 slika u tekstu, 1 tabela 2 table	Zagreb, 1981
---------------	----	---------	---------------------------------------	--------------

548.73:549.6

Mogu li se po rendgenskim difrakcijskim slikama praha sigurno razlikovati politipi biotita 1M i 2M₁?

Dragutin SLOVENEČ¹ i Stanko POPOVIĆ²

¹ Zavod za mineralogiju, petrologiju i ekonomsku geologiju,
Rud.-geol.-naftni fakultet, Pierottijeva 6, 41000 Zagreb

² Institut »Ruder Bošković«, Bijenička 54, 41001 Zagreb, p. p. 1016

U radu je diskutirana mogućnost odredbe politipa biotita 2M₁ primjenom rendgenske difrakcije na kristalnom prahu. Pokazano je da taj često primjenjivani način odredbe politipa biotita nije pouzdan, jer politip 2M₁ može biti zamijenjen za politip 1M (3T).

U prethodnom članku (Slovenec & al., 1979) opisali smo da primjenom difrakcije rendgenskih zraka na kristalnom prahu nismo mogli odrediti politipe biotita iz tri različite stijene Papuka, iako su difrakcijske slike praha upućivale više na politip 1M nego na politip 2M₁. Međutim, difrakcijske slike po Weissenbergu pet proizvoljno odabranih listića biotita iz porfiroblastičnog gnajsa (potok V. Radetina) i pet listića biotita iz pegmatita (potok Brzaja) ukazale su na politip 2M₁. To nas je potaknuo biotita 1M i 2M₁. Snimljene su difrakcijske slike po Weissenbergu (nulta, prva i druga slojna linija oko osi *a* i oko osi *b*) oba politipa, te indicirani refleksi (difrakcijski maksimumi).

U porfiroidnom kvarcdioritu iz potoka Pakre (Papuk) nalaze se politipi biotita 1M i 2M₁. Snimljene su difrakcijske slike po Weissenbergu (nulta, prva i druga slojna linija oko osi *a* i oko osi *b*) oba politipa, te indicirani refleksi (difrakcijski maksimumi).

Upotrebom nultih slojnih linija rotacijskih snimaka listića biotita oko osi *a* i osi *b* (Popović, 1974; Popović & al., 1974; Popović, 1976) točno su izmjereni parametri jedinične ćelije politipa 1M i 2M₁ iz istog uzorka stijene:

$$1M \quad a = 5,338 (1) \text{ \AA} \quad b = 9,249 (1) \text{ \AA} \quad c = 10,229 (1) \text{ \AA} \quad \beta = 100,143 (2)^\circ,$$

$$2M_1 \quad a = 5,339 (1) \text{ \AA} \quad b = 9,251 (1) \text{ \AA} \quad c = 20,213 (2) \text{ \AA} \quad \beta = 95,137 (2)^\circ,$$

gdje brojevi u zagradama označuju pogrešku zadnjeg decimalnog mjesta.

Iz parametara jedinične ćelije izračunati su Braggovi kutovi θ svih mogućih refleksa politipa biotita 1M i 2M₁ za CuK α_1 zračenje do $\theta = 20^\circ$. Dobivene vrijednosti kutova θ politipa 1M i 2M₁ neznatno se međusobno razlikuju, s odstupanjima manjim od 0,02°. U tabeli 1 navedene su stoga vrijednosti kutova θ usrednjene za oba politipa.

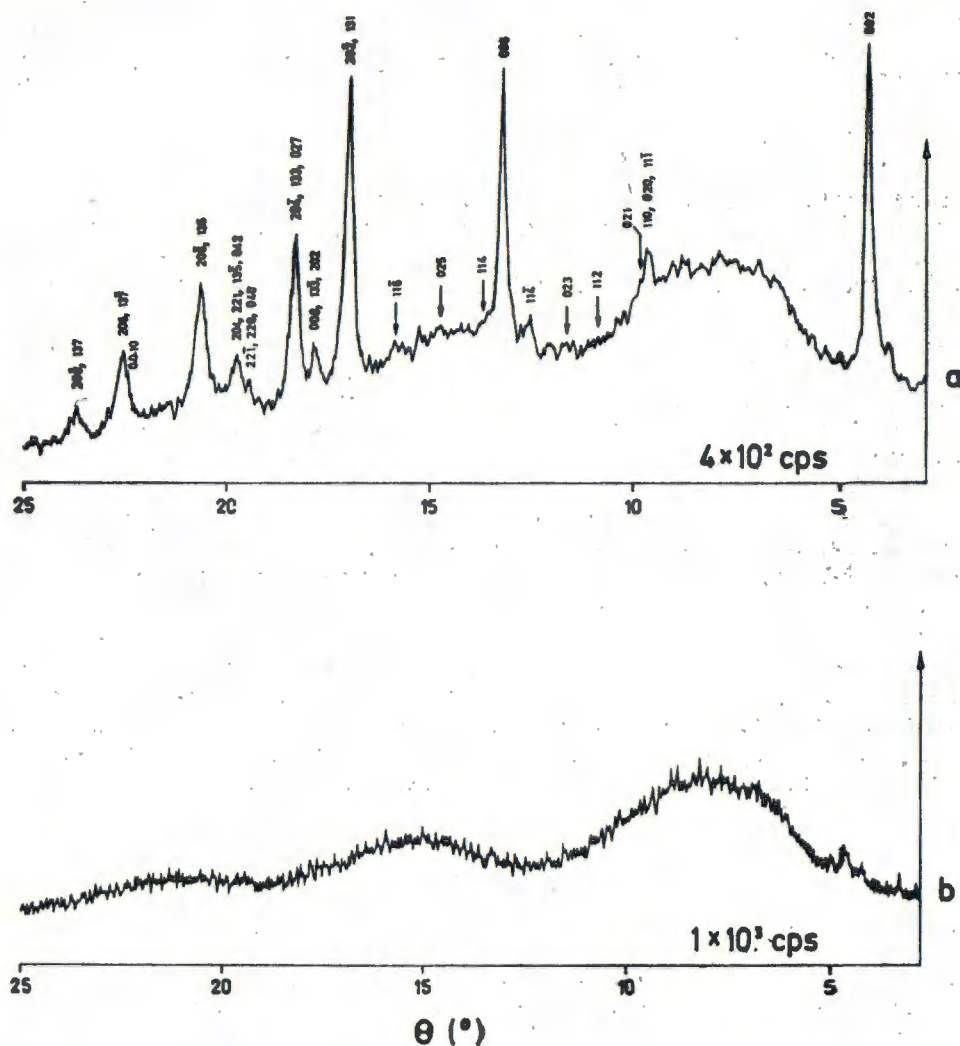
Tabela 1. Braggovi kutovi refleksa (difrakcijskih maksimuma) politipa biotita 1M i 2M₁ za CuK α_1 zračenje (biotit iz porfiroidnog kvarcdiorita, potok Pakra, Papuk)

Table 1. Bragg angles of reflections (diffraction maxima) of polytypes 1M and 2M₁ of biotite, CuK α_1 radiation (biotite from porphyritic quartz diorite, Pakra stream, Papuk)

<i>hkl</i> (1M)	<i>hkl</i> (2M ₁)	θ (°) CuK α_1	<i>hkl</i> (1M)	<i>hkl</i> (2M ₁)	θ (°) CuK α_1
001	002	4,39	130	200	16,84
002	004	8,80	131	202	17,03
020	020	9,59	200	131	17,04
	110	9,62		116	17,11
110	111	9,70	113	117	17,74
	021	9,84	202	133	17,81
111	111	10,03	004	008	17,82
	112	10,27	131	202	17,83
021	022	10,56	132	204	18,38
	112	10,90		027	18,38
111	113	11,27	201	133	18,40
	023	11,67	114	117	19,04
112	113	12,11	040	040	19,46
	114	12,57		221	19,48
022	024	13,07	221	220	19,52
003	006	13,27		041	19,59
	114	13,60	220	222	19,70
112	115	14,14		118	19,70
	025	14,69	203	133	19,82
113	115	15,27		221	19,83
	116	15,86	132	204	19,85
023	026	16,47	041	042	19,98
201	131	16,83			

Iz tabele 1 vidi se da se na kutnim položajima θ , na kojima se nalaze refleksi 02l s $l = 2n + 1$ i refleksi 11l s $l = 2n$ politipa 2M₁, politip 1M nema refleksa. Ovi refleksi, u skladu sa Smithom & Yoderom (1956) i Zvjaginom (1961), mogu poslužiti za razlikovanje 2M₁ i 1M (3T) politipa trioktaedrijskih tinjaca po snimcima praha.

Difrakcijska slika praha biotita iz porfiroblastičnog gnajsa (potok V. Radetina) u kojem prevladava politip biotita 2M₁, prikazana je na sl. 1a. Sl. 1b prikazuje difrakcijsku sliku amorfne supstance »palaferm« koja je kod pripreme uzorka primiješana prahu biotita, čime je utjecaj preferirane orijentacije bitno smanjen. Na sl. 1a međutim se vidi da je od samostalnih refleksa karakterističnih za politip 2M₁ uočljivo registriran jedino



Sl. 1. Rendgenske difrakcijske slike praha snamljene pomoću difraktometra s brojačem, $\text{CuK}\alpha$ zračenje. a — biotit iz porfiroblastičnog gnajsa (potok V. Radetina, Papuk) s primiješanom amorfnom supstancom »palaferm« (indeksi refleksa odnose se na politip $2M_1$); b — supstanca »palaferm«.

Text-fig. 1. X-ray diffraction patterns taken by means of the counter diffractometer, $\text{CuK}\alpha$ radiation. a — biotite from porphyroblastic gneiss (V. Radetina stream, Papuk) with an amorphous substance »palaferm« added (indices of reflections are given in terms of the polytype $2M_1$); b — amorphous substance »palaferm«.

refleks 11 $\bar{4}$. Refleksi 021, 112, 023, 114, 025 i 11 $\bar{6}$ (položaj kojih je označen strelicama) jedva se naziru i prema tome u ovom slučaju ne mogu poslužiti za sigurnu identifikaciju politipa 2M₁. Uočljivo registrirani su osim refleksa 00 \bar{l} jedino superponirani refleksi 20 \bar{l} i 13 \bar{l} , te refleksi kod $\sim 9,6 - 9,8^\circ$ (θ). Međutim, na tim kutnim položajima nalaze se i refleksi politipa biotita 1M.

Na tab. I, sl. 1 i 2 i tab. II sl. 1 i 2 prikazani su snimci po Weissenbergu (nulta, prva i druga slojna linija oko osi *a* i druga slojna linija oko osi *b*) politipa biotita 2M₁. Usporedbom intenziteta refleksa na snimcima po Weissenbergu (tab. I, sl. 2 i tab. II, sl. 1 i 2) vidi se da su refleksi 13 \bar{l} i 20 \bar{l} znatno većeg intenziteta od refleksa 11 \bar{l} i 02 \bar{l} . Unatoč tome linija kod $\approx 19,8^\circ$ (θ) je relativno slaba iako je tvore refleksi 204, 221, 135 i 042. Prema vizuelnoj procjeni, intenzitet refleksa 02 \bar{l} tek je nešto veći od intenziteta refleksa 22 \bar{l} (tab. II, sl. 2). Budući da superponirani refleksi 221, 220 i 040 tvore vrlo slabu liniju na snimku praha, samostalni refleksi 02 \bar{l} još su slabiji i gotovo se ne uočavaju u šumu. Isto objašnjenje vrijedi i za refleks 11 \bar{l} nakon usporedbe s refleksima 13 \bar{l} i slabom linijom koju tvore refleksi 208 i 137.

Iz izloženog je jasno da primjenom difrakcije na prahu, biotit u kojem prevladava politip 2M₁ može biti zamijenjen za biotit u kojem prevladava politip 1M (3T), pogotovo ako je utjecaj preferirane orijentacije veći.

Treba još primijetiti da se u stijenama uz biotit često nalazi i klorit ili je biotit u manjem ili većem stupnju kloritiziran. Separacija i male količine čiste faze biotita je u tom slučaju teška i dugotrajna, a katkad i nemoguća. Zbog toga su na snimcima praha uz refleks biotita često registrirani i refleksi 00 \bar{l} klorita. Refleks 004 klorita prekriva se s refleksom 11 $\bar{4}$ politipa 2M₁ biotita. U tom slučaju je mogućnost sigurne odredbe politipa biotita po difrakcijskim slikama praha još manja.

LITERATURA

- Popović, S. (1974): Determination of Unit Cell Parameters of Single Crystals from Rotation Patterns. — *J. Appl. Cryst.* 7, 291—292.
- Popović, S., Sljukić, M. & Hanic, F. (1974): Precise Unit Cell Parameter and Thermal Expansion Measurements of Single Crystals by X-ray Diffraction. — *Phys. Stat. Sol.* (a) 23, 265—274.
- Popović, S. (1976): Precizno mjerenje parametara jedinične ćelije kristala. — *Kem. Ind.* 25, 453—466.
- Slovenec, D., Popović, S. & Galešić, N. (1979): An X-ray diffraction investigation of trioctahedral micas. — *Geol. vjesnik* 31, 273—277, Zagreb.
- Smith, J. V. & Yoder, H. S. (1956): Experimental and theoretical studies of the mica polymorphs. — *Min. Mag.* 31, 209—235.
- Zvjagin, B. B. (1961): K teoriji polimorfizma sljud. — *Kristalografija*, 6, 714—726.

Predano 22. 5. 1979.

Is it possible to differentiate with certainty the polytypes of biotite $2M_1$ and $1M$ according to their X-ray powder diffraction patterns?

D. Slovenec and S. Popović

The possibility of differentiation of the polytypes of biotite $2M_1$ and $1M$ using X-ray powder diffraction is discussed.

From the accurate values of the unit cell parameters of the polytypes $2M_1$ and $1M$ the Bragg angles θ of all possible diffraction maxima (reflections) for both polytypes have been calculated. From their list in Table 1 it follows that at the Bragg angles θ , where the reflections $02l$ with $l = 2n + 1$ and the reflections $11l$ with $l = 2n$ of the polytype $2M_1$ are present, the polytype $1M$ does not show its own reflections. However, the powder diffraction pattern of biotite samples, in which the polytype $2M_1$ is dominant (Text-fig. 1a), contains only one clearly visible, independent, reflection, $11\bar{4}$, characteristic for $2M_1$, in spite of the fact that the influence of the preferred orientation has been strongly suppressed by additions of an amorphous substance (Text-fig. 1b) to the powdered biotites. Beside reflections $00l$, clearly recorded reflections are only superimposed reflections $20l$ and $13l$, and the reflections at $9.6-9.8^\circ$ (θ). However, at all these Bragg angles the polytype $1M$ also shows its reflections.

From the Weissenberg patterns of the polytype $2M_1$ (Plates I and II) it is obvious that intensities of the reflections $20l$ and $13l$ are much greater than the intensities of the reflections $02l$ and $11l$. In spite of that fact, in powder patterns some diffraction lines, which appear as superposition of reflections $20l$ and $13l$, are weak, e. g. the line formed from the reflections $20\bar{8}$ and $13\bar{7}$. It is then clear that the diffraction lines of independent $2M_1$ reflections $02l$ and $11l$ cannot be noticed above the background of powder patterns.

Therefore, it is obvious that, on the basis of X-ray powder diffraction, a biotite sample, in which the polytype $2M_1$ is dominant, can be taken as a biotite sample with the polytype $1M$ (3T) as dominant, and vice versa, especially if the effect of preferred orientation is great.

It is also to be noticed that biotite is often more or less chloritized. In such a case a separation of pure biotite is difficult and sometimes impossible. This is the reason that the reflections of chlorite are recorded in the powder patterns of biotite. The reflection 004 of chlorite and the reflection $11\bar{4}$ of the biotite polytype $2M_1$ overlap. Then the distinguishing of one of the biotite polytypes from the other is even much less certain.

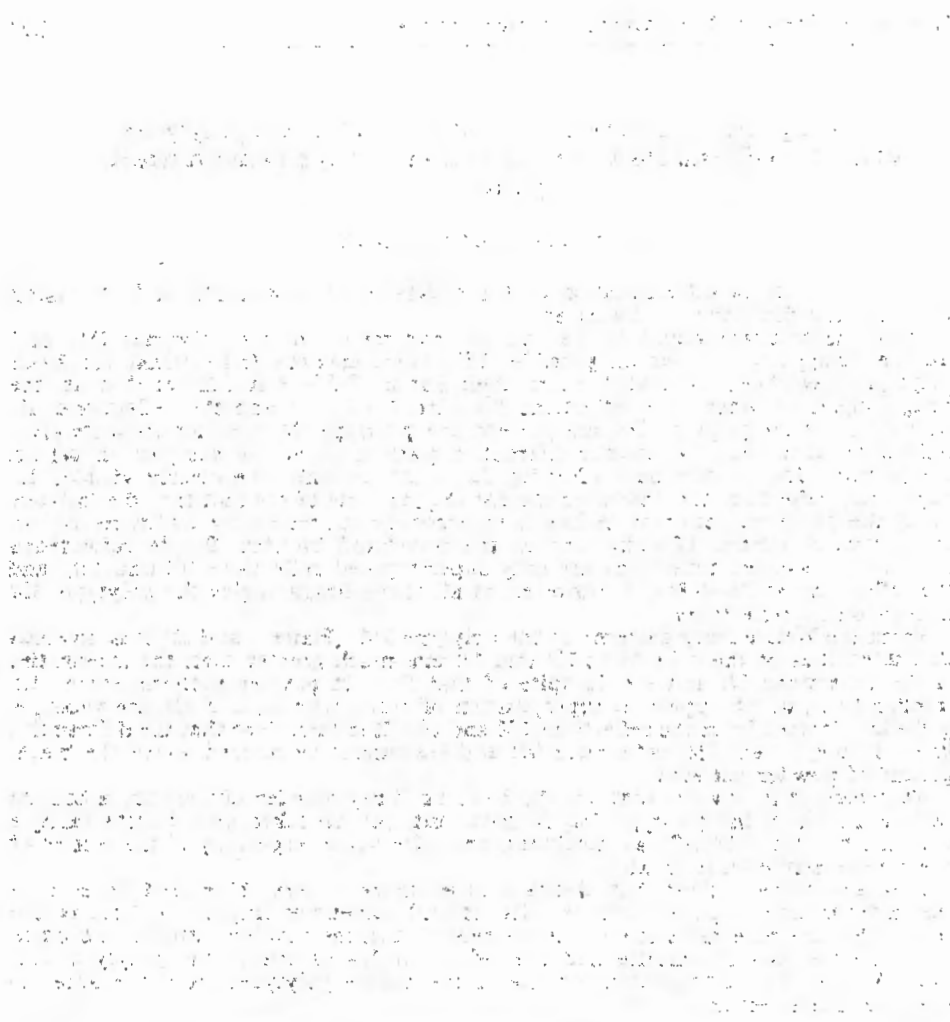
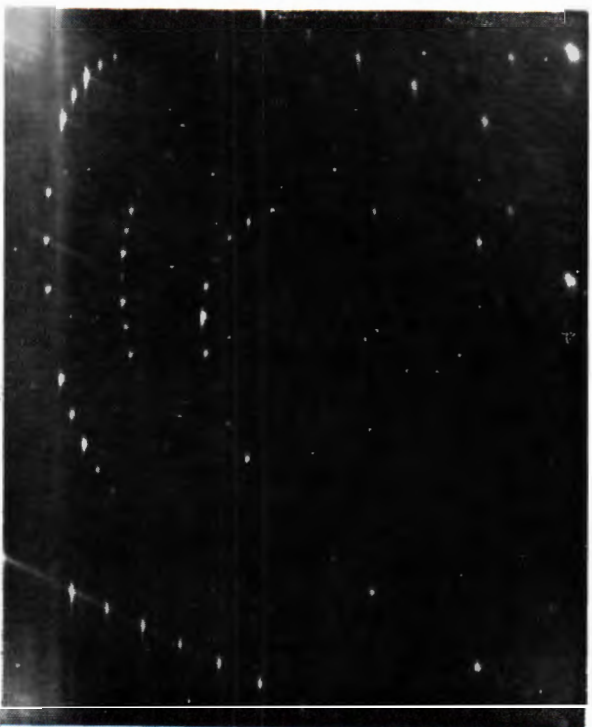


TABLA — PLATE I

Rendgenske difrakcijske slike po Weissenbergu politipa biotita 2M₁
X-ray diffraction Weissenberg patterns of biotite, polytype 2M₁

- 1** Nulta slojna linija, snimak oko osi *a*.
Zero-layer line, pattern around *a* axis.
- 2** Prva slojna linija, snimak oko osi *a*.
First-layer line, pattern around *a* axis.



1



2

TABLA — PLATE II

Rendgenske difrakcijske slike po Weissenbergu politipa biotita $2M_1$
X-ray diffraction Weissenberg patterns of biotite, polytype $2M_1$

- 1 Druga slojna linija, snimak oko osi a .
Second-layer line, pattern around a axis.
- 2 Druga slojna linija, snimak oko osi b .
Second-layer line, pattern around b axis.



1



2