



MASTERARBEIT

Titel der Masterarbeit

„Non-ambiente Untersuchungen an Nabesit“

Verfasser

Michael Walter Feimuth, BSc

angestrebter akademischer Grad

Master of Science (MSc)

Wien, 2014

Studienkennzahl lt. Studienblatt: A 066 815

Studienrichtung lt. Studienblatt: Erdwissenschaften

Betreuerin / Betreuer: Ao. Univ.-Prof. Dr. Christian L. Lengauer

INHALTSVERZEICHNIS

| | |
|---|----|
| 1. Vorkommen von Nabesit | 2 |
| 2. Beryllsilikate im Überblick | 5 |
| 2.1. Bausteine | 5 |
| 2.2. Klassifikation | 7 |
| 3. Nabesit | 12 |
| 4. Untersuchungsmethoden und Probenaufbereitung | 15 |
| 4.1. Durchlichtmikroskopie | 15 |
| 4.2. Vierkreisdiffraktometrie | 16 |
| 5. Handstückbeschreibung | 17 |
| 6. Ergebnisse | 19 |
| 6.1. Kurzzeitmessungen | 19 |
| 6.1.1. Nabesit | 20 |
| 6.1.2. Partiell dehydrierter Nabesit | 21 |
| 6.2. Langzeitmessungen | 24 |
| 6.2.1. Nabesit | 24 |
| 6.2.1.1. Messung bei 100 K | 25 |
| 6.2.1.2. Messung bei 200 K | 27 |
| 6.2.1.3. Messung bei 293 K | 29 |
| 6.2.2. Partiell dehydrierter Nabesit | 31 |
| 6.2.2.1. Messung bei 125 K | 31 |
| 6.2.2.2. Messung bei 300 K | 33 |
| 7. Diskussion | 34 |
| 8. Danksagung | 41 |
| 9. Quellenverzeichnis | 42 |
| 10. Abbildungsverzeichnis | 44 |
| 11. Anhang | 45 |
| Zusammenfassung und Aufgabenstellung | 45 |
| Abstract | 45 |
| Lebenslauf | 46 |

Nabesit konnte bisher nur im Ilímaussaq Alkalin Komplex gefunden werden. Der mesoproterozoische Ilímaussaq Komplex (Abb. 1) liegt nahe Stadt Narsaq in Südgrönland, ist die Typlokalität für agpatische Nephelinsyenite und repräsentiert eine enorme Anreicherung von Elementen, insbesondere Li, Be, Nb, Zr, REE, Y, U und Th. Dies erklärt die Präsenz von über 220 Mineralen, 27 davon dort erstmals beschrieben, 9 konnten bisher nur hier gefunden werden (Sorensen 2001).

Der Komplex wurde datiert mit 1143 ± 21 Ma (neuberechnet von Blaxland et al. 1976), 1130 ± 50 Ma (Paslick et al. 1993), 1160 ± 5 Ma (U-Pb), $1160,7 \pm 3,4$ Ma und $1161 \pm 3,4$ Ma (Rb-Sr). Er ist einer der jüngsten Mitglieder der mesoproterozoischen Gardar Provinz von Südgrönland. Er misst 17×8 km und die exponierte Mächtigkeit liegt bei 1700 m. Es wird geschätzt, dass der Komplex vor ca. 1800 Ma (Chadwick & Garde 1996) 3 bis 4 km unter damaligen Oberfläche an der Diskontinuität zwischen dem Ketilidischen Kristallin als Basement und der aufliegenden Eriksfjord Formation – bestehend aus kontinentalen Sandsteinen und Laven mit hauptsächlich basaltischer Zusammensetzung – positioniert wurde. (Sorensen 2001).

Der Ilímaussaq Komplex besteht aus drei Gesteinsgruppen (Bailey et al. 2001):

- Phase 1: gering-alkaliner Augit-Syenit
- Phase 2: peralkaliner Quarz-Syenit und Alkali-Granit
- Phase 3: Anfänglich gering-peralkaline, Si- unterstättigte Gesteine, welche sich zu den agpatischen Nephelin-Syeniten bilden.

Diese agpatischen Gesteine sind durch einen Agpatischen Index (molares $(\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O})/\text{Al}_2\text{O}_3 > 1,2$ und durch komplexe Zr-Ti Silikate wie Eudialyt und Rinkit charakterisiert.

Betrachtet man die den schematischen Querschnitt durch den Ilímaussaq Alkalin Komplex (Abb. 2A), kann man zuoberst die ersten beiden Gruppen erkennen. Die darunter liegende 3. Gruppe unterteilt sich jedoch – von oben nach unten – in:

- Pulaskrit und Foyait
- Sodalith Foyait
- Naujasit
- Lujavrit
- Kakortokit

Pulaskrit und Foyait, Sodalith-Foyait und Naujasit bilden die Deckengesteine oder Deckenkumulate und kristallisieren von oben nach unten aus. Die untere Grenze bilden Sohlkumulate, die aus Kakortokit bestehen. Dazwischen findet sich eine Schicht – die Lujavrite – deren kumulärer Charakter von unten nach oben abnimmt, so dass die späteren

Gesteinstypen in die früheren intrudieren. Der Aufbau dieser Schicht wird in Abb. 2B genauer erläutert.

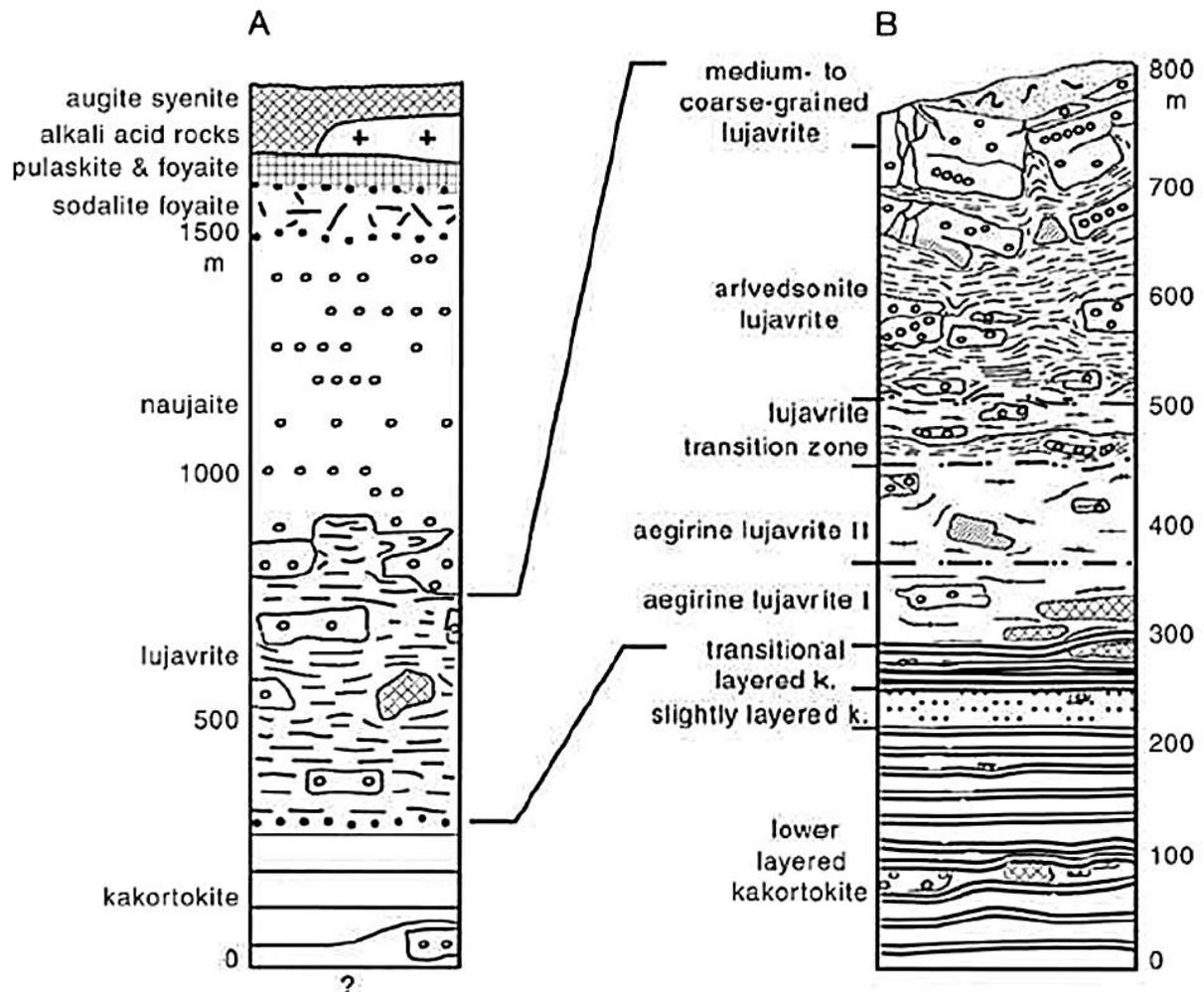


Abbildung 2A: Schematischer Querschnitt durch den Ilímaussaq Komplex. B: detaillierte magmatische Stratigraphie von Kakortokiten und Lujavriten (Bailey et al. 2001)

Die frühesten exponierten Sohlkumulate sind makro-rhythmisch geschichtete Kakortokite. Diese bestehen aus 29 Drei-Lagen-Einheiten, die jeweils aus einer schwarzen Arfvedsonit-reichen Lage, einer roten Eudialyt-Lage, die in wenigen Ausnahmen fehlen kann und einer weißen Alkali-Feldspat-reichen Lage bestehen.

Diese sind überlagert von kaum geschichtetem Kakortokit und darauf folgend einem durchquerend geschichtetem Kakortokit, der wiederum schwarze, rote und weiße Lagen aufweist.

Danach gibt es einen graduellen konkordanten Übergang zu den aufliegenden Aegirin-Lujavriten I, die eine schwach ausgeprägte makro-rhythmische Lagerung zeigen (Bailey 1995).

Die vermehrt geschichteten und besser ausgebildeten Lujavrite auf höheren Ebenen werden aufsteigend als Aegirin-Lujavrite II, Lujavrit-Übergangszone und Arfvedsonit-Lujavrit bezeichnet.

Der letzte mittel- bis grobkörnige Lujavrit (M-C Lujavrit), vorkommend als intrusive Schlote, nähert sich von Korngröße und Textur an Pegmatite an.

Die meisten Gesteine des Komplexes sind Kumulate, ungewöhnlich abgekühlte Bereiche und Gänge jedoch liegen vermutlich nahe an der magmatischen Zusammensetzung des Ilímaussaq-Systems (Bailey et al. 2001).

Weitere Zeolithe im Ilímaussaq Komplex sind Analcim, Chabazit, Gmelinit, Gonnardit, Lovdarit, Natrolit und Stilbit, die wie der Nabesit im Augit-Syenit vorkommen (Petersen et al. 2002).

2. BERYLLOSILIKATE

Nach Grice (2010) gibt es 62 Beryllsilikate, die wie folgt eingeteilt werden:

- 6 ungelöste Strukturen
- 8 Kettensilikate
- 18 Schichtsilikate
- 30 Gerüstsilikate, wovon 10 als Zeolithe anzusprechen sind (Tab. 1)

2.1. Bausteine

Weiters geht Grice (2010) auf die strukturellen Bausteine und Klassifikation der Beryllsilikate ein. Als Bausteine werden FBB (fundamental building blocks), die als Überordnung von PBU (primary building units) und SBU (secondary building units) gelten, bezeichnet. Ein weiteres deskriptives Merkmal sind die CBU (composite building units), außerdem werden CS (coordination sequence), VS (vertex symbol), FD (framework density) und TD (topological density) für die Klassifikation genutzt.

Als FBB werden Gruppen von Tetraedern bezeichnet, die eine kompakte, insulare Einheit bilden und eine geometrische Beschreibung der Struktur erlauben. Diese werden bei Beryllsilikaten dazu verwendet, um eine strukturelle Relation zwischen diesen zu finden.

Im Fall der Beryllsilikate gelten SiO_4 -Tetraeder als PBU und BeO_4 -Tetraeder als SBU, welche die strukturellen Entitäten sind. Das bedeutet, dass aus ihnen (eine oder zwei dieser Einheiten) die gesamte Struktur konstruiert werden kann. Diese wurden von Baerlocher et al. (2007) übernommen und an die Beryllsilikate angepasst, da dieser 23 SBU bei der Beschreibung von Zeolithen benennt. Bei der Beschreibung der Beryllsilikate werden nur 17 SBU benötigt (Grice 2010). In Abb. 3 werden diese nach ansteigender Ringgröße abgebildet (SiO_4 -Tetraeder in schwarz, BeO_4 -Tetraeder in grau).

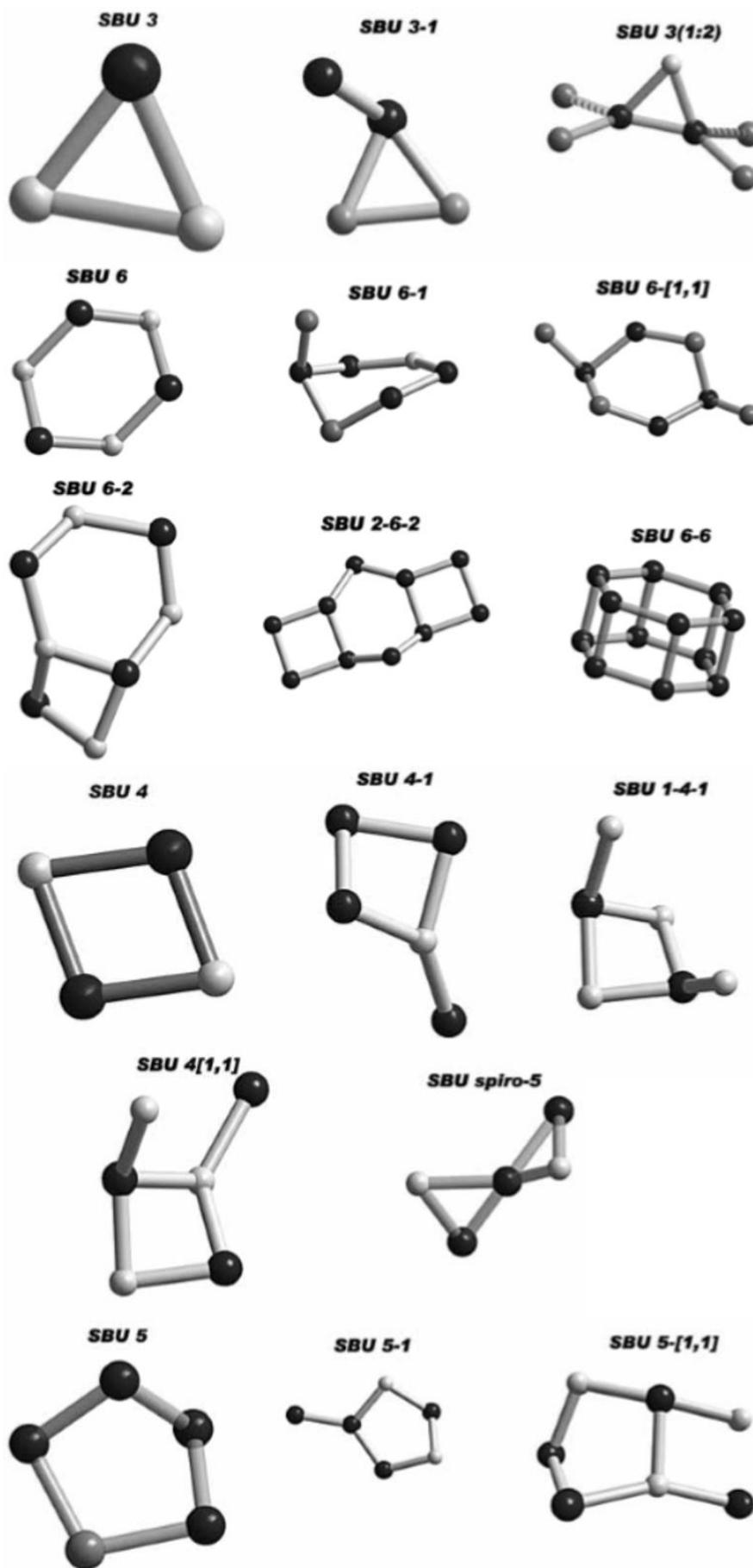


Abbildung 3: SBU der Beryllsilikate angeordnet nach der Zunahme der Ringgröße (Grice 2010)

Ein weiterer Baustein der Beryllsilikate sind die CBU, die aus einer oder mehreren SBU zusammengesetzt sind. Baerlocher et al. (2007) definiert wiederum 52 CBU, die in Anbetracht der Einschränkung für Beryllsilikate auf neun reduziert werden können. Ihre Hauptverwendung gilt der Beschreibung von Käfigen und Tunneln in Zeolith-Strukturen (Grice 2010). Diese werden in Abbildung 4 nach Zunahme ihrer Tetraederzahl abgebildet (SiO_4 -Tetraeder in schwarz, BeO_4 -Tetraeder in grau).

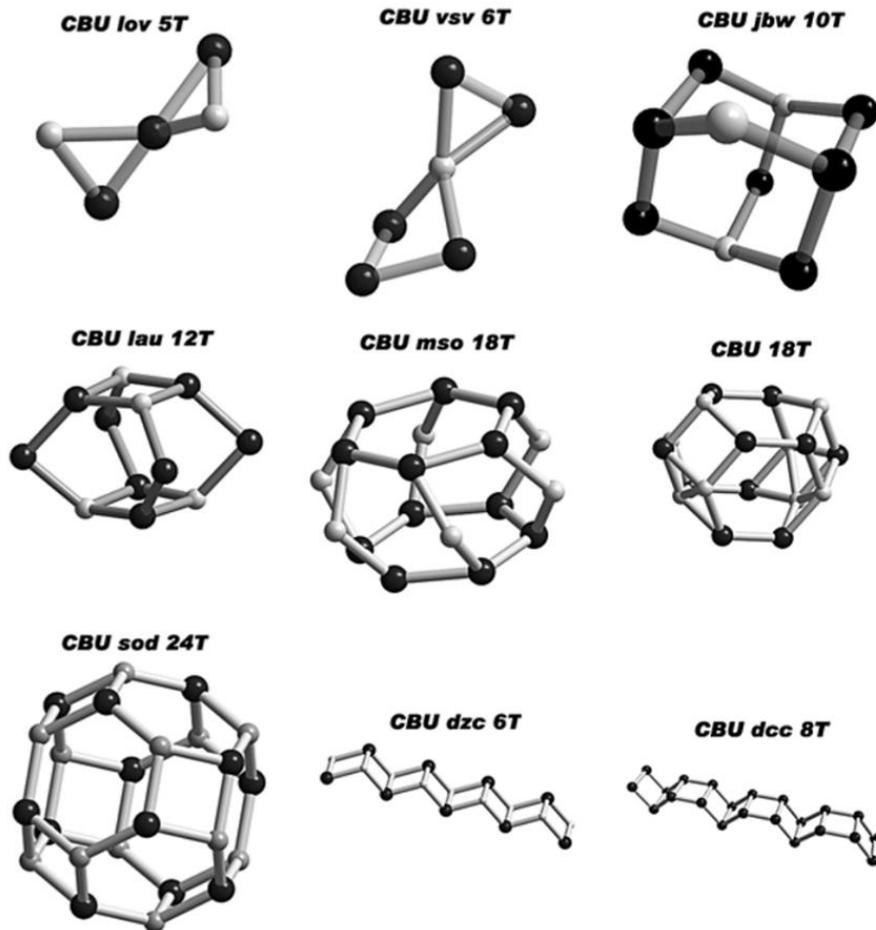


Abbildung 4: Bei Beryllsilikaten vorkommende CBU angeordnet nach Zunahme der Tetraeder (Grice 2010)

2.2. Klassifikation

Wie bereits zuvor erwähnt, werden vertex symbol (VS), coordination sequence (CS), framework density (FD) und topological density (TD) ebenfalls zur Klassifikation der Beryllsilikate verwendet.

VS wird ermittelt, indem von einem Knoten die abgehenden Ringstrukturen gezählt werden, wobei mit der kleinsten begonnen wird. Im Fall des Be in Abb. 5 sind es zwei Vierer-Ringe, gefolgt von vier Sechser-Ringen. Daraus ergibt sich zweimal die 4 und viermal die 6. Dies wird in machen Literaturen auch mit 4^26^4 dargestellt.



Abbildung 5: Beispiel für VS anhand von Danalit (Grice 2010)



Abbildung 6: CS 4 10 20, $TD_3=34$ (Grice 2010)

Die CS ergibt sich, dass bezogen auf umliegenden „Hüllen“, die angrenzenden Tetraeder von einem Knoten aus abgezählt werden. In dem in Abb. 6 dargestellten Beispiel von Be treten in der ersten Hülle vier, in der zweiten zehn und in der dritten 20 Tetraeder auf. Werden die drei Hüllen aufsummiert, ergibt das die topological density ($TD_3 = 34$). Damit ist die CS die mathematisch beste Art der Beschreibung von topologischen Verknüpfungen. FD wurde durch die IZA (International Zeolithe Assosiation) definiert als die Zahl der Kationen mit tetrahedrischer Koordination innerhalb eines Volumens von 1000 \AA^3 (Baerlocher 2007).

In Tabelle 1 sind die 30 Be-Gerüstsilikate mit Gruppe, Formel, FD, TD_6 (für sechs Hüllen), ihrer vorkommenden Ringe und ihrer SBU/CBU angegeben, Tabelle 2 und 3 geben VS und CS an.

NON-AMBIENTE UNTERSUCHUNGEN AN NABESIT

Tabelle 1: FD, TD, Ringgrößen, SBU und CBU für Be-Gerüstsilikate (modifiziert nach Grice 2010)

| Name | Gruppe | Formel | FD | TD ₆ | Ringe | SBU | CBU |
|----------------|-------------------|---|------|-----------------|--------------|-----------------|---------------|
| Phenakit | | [Be ₂ SiO ₄] | 49,0 | 616 | 3 4 6 | 3 | lov, vsv |
| Bertrandit | | [Be ₄ Si ₂ O ₇ (OH) ₂] | 39,5 | 481 | 3 4 6 8 | 3-1, 3 | lov, vsv |
| Sphaerobrandit | | [Be ₃ SiO ₄ (OH) ₂] | 40,0 | 496 | 3 4 6 | 3-1, 3 | lov, vsv |
| Bazzit | Beryll | Sc ₂ [Be ₃ Si ₆ O ₁₈] | 25,1 | 249 | 4 6 8 | 4-1 | |
| Beryl | Beryll | Al ₂ [Be ₃ Si ₆ O ₁₈] | 26,7 | 249 | 4 6 8 | 4-1 | |
| Stoppaniit | Beryll | Fe ₂ [Be ₃ Si ₆ O ₁₈] | 25,6 | 249 | 4 6 8 | 4-1 | |
| Nabesit | NAB | Na ₂ [BeSi ₄ O ₁₃]·4H ₂ O | 16,9 | 207 | 3 4 8 9 | 4-1 | lov, vsv |
| Lovdarit | LOV | K ₂ Na ₆ [Be ₄ Si ₁₄ O ₃₆]·9H ₂ O | 16,8 | 210 | 3 4 6 8 9 | 4-1, 4-[1,1] | lov, vsv |
| Alffarsenit | | NaCa ₂ [Be ₃ Si ₄ O ₁₃ (OH)]·2H ₂ O | 21,7 | 236 | 3 5 6 8 | spiro-5, 5-1 | lov |
| Chiavennit | -CHI ² | CaMn[Be ₂ Si ₅ O ₁₃ (OH) ₂]·2H ₂ O | 19,9 | 205 | 4 5 6 9 10 | 5-[1,1] | |
| Danalit | SOD | Fe ₄ [Be ₃ Si ₃ O ₁₂]S | 16,7 | 194 | 4 6 | 6 | sod |
| Genthelvit | SOD | Zn ₄ [Be ₃ Si ₃ O ₁₂]S | 19,9 | 194 | 4 6 | 6 | sod |
| Helvin | SOD | Mn ₄ [Be ₃ Si ₃ O ₁₂]S | 21,3 | 194 | 4 6 | 6 | sod |
| Tugtupit | SOD | Na ₄ [BeAlSi ₄ O ₁₂]Cl | 18,5 | 194 | 4 6 | 6 | sod |
| Hsianghualit | ANA | Ca ₃ Li ₂ [Be ₃ Si ₃ O ₁₂ F ₂] | 22,5 | 222 | 4 6 8 | 6 | |
| Odintsovit | | K ₂ Na ₄ Ca ₃ Ti ₂ O ₂ [Be ₄ Si ₁₂ O ₃₆] | 20,6 | 83 | 3 4 6 | 6 | lau |
| Chkalovit | | Na ₂ [BeSi ₂ O ₆] | 23,4 | 238 | 6 | 6 | jbw |
| Liberit | Chkalov | Li ₂ [BeSiO ₄] | 28,2 | 238 | 6 | 6 | jbw |
| Roggianit | -RON ² | Ca ₂ [BeAl ₂ Si ₄ O ₁₃ (OH) ₂]·3H ₂ O | 19,1 | 173 | 3 4 6 10 12 | 6-[1,1], 3(1:2) | lau, vsv |
| Bavenit | | Ca ₄ [Be ₃ AlSi ₉ O ₂₆ (OH) ₂] | 23,4 | 222 | 4 6 8 | 6-1 und 6 | |
| Barylit | | Ba[Be ₂ Si ₂ O ₇] | 29,8 | 332 | 3 4 6 | 6-2, 3-1 | vsv, lov, dzc |
| Clinobarylit | Barylit | Ba[Be ₂ Si ₂ O ₇] | 29,8 | 332 | 3 4 6 | 6-2, 3-1 | lov, vsv |
| Trimerit | | CaMn ₂ [Be ₃ Si ₃ O ₁₂] | 27,7 | 239 | 4 6 | | |
| Epididymit | | Na[BeSi ₃ O ₇ (OH)] | 25,2 | 278 | 3 4 6 8 10 | 6-2 und 3-1 | dcc |
| Eudidymit | | Na[BeSi ₃ O ₇ (OH)] | 25,1 | 260 | 3 4 5 6 8 10 | 6-2 und 5 | dcc |
| Leifit | Leifit | Na ₆ [Be ₂ Al ₂ Si ₁₆ O ₃₉ (OH) ₂]·2H ₂ O | 23,1 | 259 | 4 5 6 7 8 9 | 6-2, 5-[1,1] | |
| Eirikit | Leifit | KNa ₆ [Be ₂ Al ₂ Si ₁₆ O ₃₉ F ₂]·2H ₂ O | 25,1 | 259 | 4 5 6 7 8 9 | 6-2, 5-[1,1] | |
| Telyushenkoit | Leifit | CsNa ₆ [Be ₂ Si ₁₆ O ₃₉ F ₂] | 22,9 | 259 | 4 5 6 7 8 9 | 6-2, 5-[1,1] | |
| Milarit | Milarit | KCa ₂ [Be ₂ AlSi ₁₂ O ₃₀]·H ₂ O | 23,1 | 234 | 4 6 9 | 6-6, 6 | |
| Oftedalit | Milarit | ScCaK[Be ₃ Si ₁₂ O ₃₀]·H ₂ O | 24,1 | 234 | 4 6 9 | 6-6, 6 | |

NON-AMBIENTE UNTERSUCHUNGEN AN NABESIT

Tabelle 2: Vertex Symbol für Be-Gerüstsilikate T1-T6 (modifiziert nach Grice 2010)

| Name | VERTEX SYMBOL (VS) | | | | | |
|-----------------|--|--|---|--|------------------------------------|---------------------|
| | T1 | T2 | T3 | T4 | T5 | T6 |
| Phenakit | Be(3 ⁴ 6 ₂ ^{2*}) | Si(3 ⁴ 6 ₂ ^{2*}) | | | | |
| Bertrandit | Be(3 ⁶ 4 ² 6 ⁷ 6 ₂ ³ 8 ³) | Si(3 ⁶ 4 ² 6 ⁷ 6 ₂ ³ 8 ³) | | | | |
| Sphaerobtrandit | Be(3 ⁴ 4 ² 6 ⁵) | Be(3 ⁴ 4 ² 6 ²) | Be(3 ⁶ 4 ² 6 ²) | Si(3 ⁷ 4 ³ 6 ²) | | |
| Bazzit | Be(4 ² 6 ² 8 ²) | Si(46 ⁵) | | | | |
| Beryl | Be(4 ² 6 ² 8 ²) | Si(46 ⁵) | | | | |
| Stoppaniit | Be(4 ² 6 ² 8 ²) | Si(46 ⁵) | | | | |
| Nabesit | Be(3 ² 9 ₄ ⁴) | Si(348 ² 9 ₄ ²) | | | | |
| Lovdarit | Be(348 ₃ 9 ₄ ²) | Si(4 ² 6 ₂ ² 8 ²) | Si(3 ² 9 ₄ ⁴) | | | |
| Allfarsenit | Be(3 ² 68 ² 8 ₂) | Be(5 ² 6 ² 8 ₂ ²) | Si(3568 ³) | Si(35 ² 8 ³) | | |
| Chiavennit | Be(459 ³) | Si(4 ² 5910 ²) | Si(46 ₃ 6 ² 6 ₂ ²) | Si(456910 ₂) | | |
| Danalit | Be(4 ² 6 ⁴) | Si(4 ² 6 ⁴) | | | | |
| Genthelvit | Be(4 ² 6 ⁴) | Si(4 ² 6 ⁴) | | | | |
| Helvin | Be(4 ² 6 ⁴) | Si(4 ² 6 ⁴) | | | | |
| Tugtupit | Be(4 ² 6 ⁴) | Al(4 ² 6 ⁴) | Si(4 ² 6 ⁴) | | | |
| Hsianghualit | Be(4 ² 6 ² 8 ₄ ²) | Si(4 ² 6 ² 8 ₄ ²) | | | | |
| Odintsovit | Be(346 ²⁺²) | Si(346 ²⁺²) | Si(36 ⁴) | Si(6 ^{2*}) | | |
| Chkalovit | Be(6 ³ 6 ₂ ³) | Si(6 ³ 6 ₂ ³) | | | | |
| Liberit | Be(6 ³ 6 ₂ ³) | Si(6 ³ 6 ₂ ³) | | | | |
| Roggianit | Be(3) | Al(4 ² 6 ² 10 ₄ 10 ₂ ²) | Si(4 ² 6 ⁴) | Si(34 ¹⁰ 10 ₄ ²⁺²) | | |
| Bavenit | Be(6 ³) | Al(46 ³ 8 ₂ ²) | Si(6 ⁴⁺²) | Si(46 ²) | Si(6 ⁵ 8 ₂) | Si(6 ⁵) |
| Barylit | Be(3 ⁴ 4 ² 6 ²⁺⁷) | Si(3 ² 4 ² 6 ⁴⁺²) | | | | |
| Clinobarylit | Be(3 ⁴ 4 ² 6 ²⁺⁷) | Si(3 ² 4 ² 6 ⁴⁺²) | | | | |
| Trimerit | Be Si(6 ⁵) | Be Si(46 ⁴ 6 ₂) | | | | |
| Epididymit | Be(3 ² 4 ² 6 ³ 810) | Si(34 ⁶ 6 ³ 810 ²) | Si(4 ³ 6 ² 10) | Si(4 ³ 6 ² 10) | | |
| Eudidymit | Be(3 ² 4 ² 56810) | Si(345810 ²) | Si(4 ² 56810) | Si(4 ³ 6810) | | |
| Leifit | Be(7 ³) | Si Al(45 ³ 68) | Si(4 ⁵ 68 ²) | Si(45 ² 7 ² 9) | | |
| Eirikit | Be(7 ³) | Si Al(45 ³ 68) | Si(4 ⁵ 68 ²) | Si(45 ² 7 ² 9) | | |
| Telyushenkoit | Be(4 ² 6 ⁴) | Si(4 ² 6 ⁴) | | | | |
| Milarit | Be(6 ⁴ 9 ²) | Si(4 ² 6 ⁴) | | | | |
| Oftedalit | Be(6 ⁴ 9 ²) | Si(4 ² 6 ⁴) | | | | |

NON-AMBIENTE UNTERSUCHUNGEN AN NABESIT

Tabelle 3: Coordination Sequence für Be-Gerüstsilikate T1-T6 (modifiziert nach Grice 2010)

| Name | COORDINATION SEQUENCE (CS) | | | | | |
|-------------------|----------------------------|-------------------------|------------------------|------------------------|----------------------|----------------------|
| | T1 | T2 | T3 | T4 | T5 | T6 |
| Phenakit | Be Si: 8 28 62 108 168 242 | | | | | |
| Bertrandit | Be Si: 7 22 49 83 131 188 | | | | | |
| Sphaerobertrandit | Be: 6 22 48 90 136 188 | Be: 6 23 48 88 135 196 | Be: 7 23 50 88 133 197 | Si: 8 21 52 85 138 195 | | |
| Bazzit | Be: 4 10 24 42 58 96 | Si: 4 11 23 46 70 100 | | | | |
| Beryl | Be: 4 10 24 42 58 96 | Si: 4 11 23 46 70 100 | | | | |
| Stoppaniit | Be: 4 10 24 42 58 96 | Si: 4 11 23 46 70 100 | | | | |
| Nabesit | Be: 4 8 20 40 52 82 | Si 4 9 19 40 55 80 | | | | |
| Lovdarit | Be: 4 9 19 39 55 79 | Si: 4 10 21 37 58 87 | Si: 4 8 10 22 39 66 93 | | | |
| Alflarsenit | Be: 4 8 21 42 66 92 | Be: 4 12 24 40 63 94 | Si: 4 10 23 43 75 94 | Si: 4 10 22 39 66 93 | | |
| Chiavennit | Be: 3 8 13 29 53 80 | Si: 4 6 14 28 56 80 | Si: 4 11 22 40 64 89 | Si: 10 20 36 46 60 86 | | |
| Danalit | Be,Si: 4 10 20 34 52 74 | | | | | |
| Genthelvit | Be,Si: 4 10 20 34 52 74 | | | | | |
| Helvin | Be,Si: 4 10 20 34 52 74 | | | | | |
| Tugtupit | Be,Si,Al: 4 10 20 34 52 74 | | | | | |
| Hsianghualit | Si,Be: 4 10 22 39 60 87 | | | | | |
| Odintsovite | Be: 4 7 11 15 22 26 | Si: 4 7 10 16 20 27 | Si: 3 6 12 15 17 27 | Si: 3 8 11 13 19 28 | | |
| Chkalovit | Be Si: 4 12 24 42 64 92 | | | | | |
| Liberit | Be Si: 4 12 24 42 64 92 | | | | | |
| Roggianit | Be: 2 4 10 24 38 58 | Al: 4 10 16 31 56 67 | Si: 4 10 16 31 49 76 | Si: 4 10 20 31 47 78 | | |
| Bavenit | Be: 3 9 20 38 62 86 | Al: 4 9 22 35 60 97 | Si: 4 8 18 38 66 94 | Si: 3 8 17 36 60 89 | Si: 4 12 20 38 60 89 | Si: 4 11 23 39 62 89 |
| Barylit | Be: 6 14 34 62 84 134 | Si: 5 16 32 56 83 128 | | | | |
| Clinobarylit | Be: 6 14 34 62 84 134 | Si: 5 16 32 56 83 128 | | | | |
| Trimerit | Be Si: 4 12 25 42 65 92 | Be Si: 4 11 24 42 65 83 | | | | |
| Epididymit | Be: 5 12 27 48 79 110 | Si: 5 13 26 53 63 108 | Si: 4 13 26 48 79 107 | Si: 4 11 26 48 75 110 | | |
| Eudidymit | Be: 5 12 26 43 75 100 | Si: 5 12 26 48 71 97 | Si: 4 11 25 46 70 101 | | | |
| Leifit | Be: 3 9 24 39 74 102 | Si: 4 12 27 45 74 104 | Si: 4 11 24 44 75 100 | Si: 4 10 23 46 70 108 | | |
| Eirikit | Be: 3 9 24 39 74 102 | Si: 4 12 27 45 74 104 | Si: 4 11 24 44 75 100 | Si: 4 10 23 46 70 108 | | |
| Telyushenkoit | Be: 3 9 24 39 74 102 | Si: 4 12 27 45 74 104 | Si: 4 11 24 44 75 100 | Si: 4 10 23 46 70 108 | | |
| Milarit | Be Al: 4 12 22 36 58 94 | Si: 4 10 22 43 69 95 | | | | |
| Oftedalit | Be: 4 12 22 36 58 94 | Si: 4 10 22 43 69 95 | | | | |

3. NABESIT

Nabesit, $\text{Na}_2[\text{BeSi}_4\text{O}_{10}] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, wurde erstmals von Petersen et al. (2002) beschrieben und benannt. Es ist ein Na-, Be-, und Si-haltiges Mineral, dessen Struktur aus $[\text{SiO}_4]$ und $[\text{BeO}_4]$ Tetraedern aufgebaut ist. Des Weiteren treten Na^+ und H_2O als Kanalfüllungen entlang $[110]$ und $[\bar{1}\bar{1}0]$ auf. Vorkommend in Tugtupit-haltigen Albititen am Kvanefjeld-Plateau im nordwestlichsten Teil des Ilímaussaq Komplexes in Südgrönland, tritt es in Hohlräumen gemeinsam mit Gmelinit, Neptunit, Analcim, Gonnardit, Lovdarit und möglicherweise Trona und Opal auf und ist meist mit Albitkristallen überzogen.

Nabesit bildet Aggregate von dünnplattigen Kristallen aus, die bis zu 5 x 10 x 10 mm groß und parallel oder subparallel orientiert sind. Die einzelnen Kristalle zeigen die Pinakoide $\{100\}$, $\{010\}$, $\{001\}$ und $\{111\}$

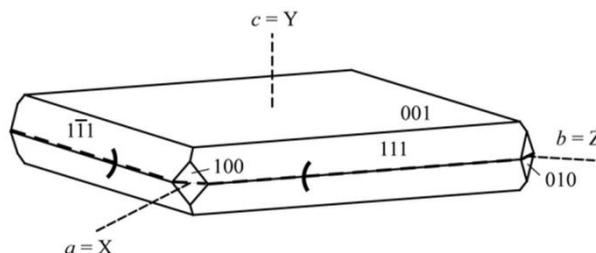


Abbildung 7: Nabesitkristall (<http://www.iza-online.org/natural/Datasheets/Nabesite/nabesite.htm>)

und $\{1\bar{1}\bar{1}\}$, wobei beide Sphenoide sind und sich in einer Größenordnung von 0,05 x 0,5 x 0,5 bis 0,2 x 5 x 5 mm bewegen. Das Mineral selbst ist farblos und transparent, hat eine weiße Strichfarbe und einen durchscheinenden Glanz. Die Mohs'sche Härte beträgt 5 - 6, es ist spröde und zeigt gute Spaltbarkeit entlang $\{110\}$ und $\{001\}$, der Bruch ist ungleichmäßig. Nabesit ist biaxial negativ mit $n_\alpha = 1,499(1)$, $n_\beta = 1,507(1)$ und $n_\gamma = 1,511(1)$, $2V_\alpha$ (calc) = $65(5)^\circ$, $2V_\alpha$ (cal) = 70° mit $X = a$, $Y = b$ und $Z = c$. $D_{\text{obs}} = 2,16(2)$ g/cm³, $D_{\text{calc}} = 2,212$ und $2,222$ g/cm³ für V basierend auf Pulver- und Einkristall-Daten, respektive. Zur Berechnung der Dichten wurde die empirische Formel des Nabesits $(\text{Na}_{1,74}\text{K}_{0,03}\text{Ca}_{0,01})_{\Sigma 1,78}\text{Be}_{0,98}\text{Si}_{4,06}\text{O}_{10} \cdot 3,92\text{H}_2\text{O}$ verwendet. Daten der Elektronenmikrosonde, SEM-EDS und Resultate der Strukturverfeinerung ergaben: Na_2O 13,8, K_2O 0,34, BeO 6,26, CaO 0,13, SiO_2 62,4, und H_2O 18,05 wt%, mit einer Summe von 100,98 wt%. Die ideale Formel lautet $\text{Na}_2\text{BeSi}_4\text{O}_{10} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Die stärksten Reflexe der Röntgen-Pulver-Diffraktometrie [d in Å(hkl)] sind: 6,11(80)(111), 5,97(100)(002), 3,09(70)(310), 3,06(50)(222), und 2,988(60)(311). Die Parameter der Einheitszelle nach der Verfeinerung aus den Pulverdaten sind: $a = 9,722(1)$, $b = 10,142(1)$, $c = 12,030(1)$ Å und das Volumen beträgt 1186,2 Å³. Die Struktur wurde durch Einkristalldiffraktometrie ermittelt. Nabesit kristallisiert in der orthorhombischen Raumgruppe $P2_12_12_1$ mit $a = 9,748(1)$, $b = 10,133(1)$ und $c = 11,954(2)$ Å und $V = 1180,8$ Å³, $Z = 4$. Die Summe von 5704 unigenen Reflexen (bei 293 K) ergab einen $R1$ -Faktor von 0,028 ($wR2 = 0,078$). Die $[\text{SiO}_4]$ Tetraeder bilden Lagen bestehend aus einer Kombination von 4er- und 8er-Ringen ($Z/c \approx 0$ und $Z/c \approx 0,5$), die durch $[\text{BeO}_4]$ Tetraeder (mit spiro-5 Arrangement als SBU) miteinander verbunden sind ($Z/c \approx 0,25$ und $Z/c \approx 0,75$) und so die Gerüststruktur des Nabesit aufbauen. Die Kanäle beinhalten oktaedrisch koordinierte

Na⁺-Kationen (Na1, Na2) und H₂O-Moleküle (OW1-4) mit einem gängigen System von Wasserstoffbindungen. Na1 und Na2 haben eine verzerrte bioktaedrische Koordination zu drei O-Atomen des Gerüsts und die vier H₂O-Moleküle werden in zwei verschiedenen Arten unterteilt. Zwei H₂O-Moleküle, OW1 und OW2, gehören zu beiden Na⁺-Sphären und verbinden diese entlang [100]. Die beiden anderen, OW3 und OW4, gehören nur zu einer Na⁺-Sphäre und fungieren als Akzeptoren für H-Bindungen (Petersen et al. 2002).

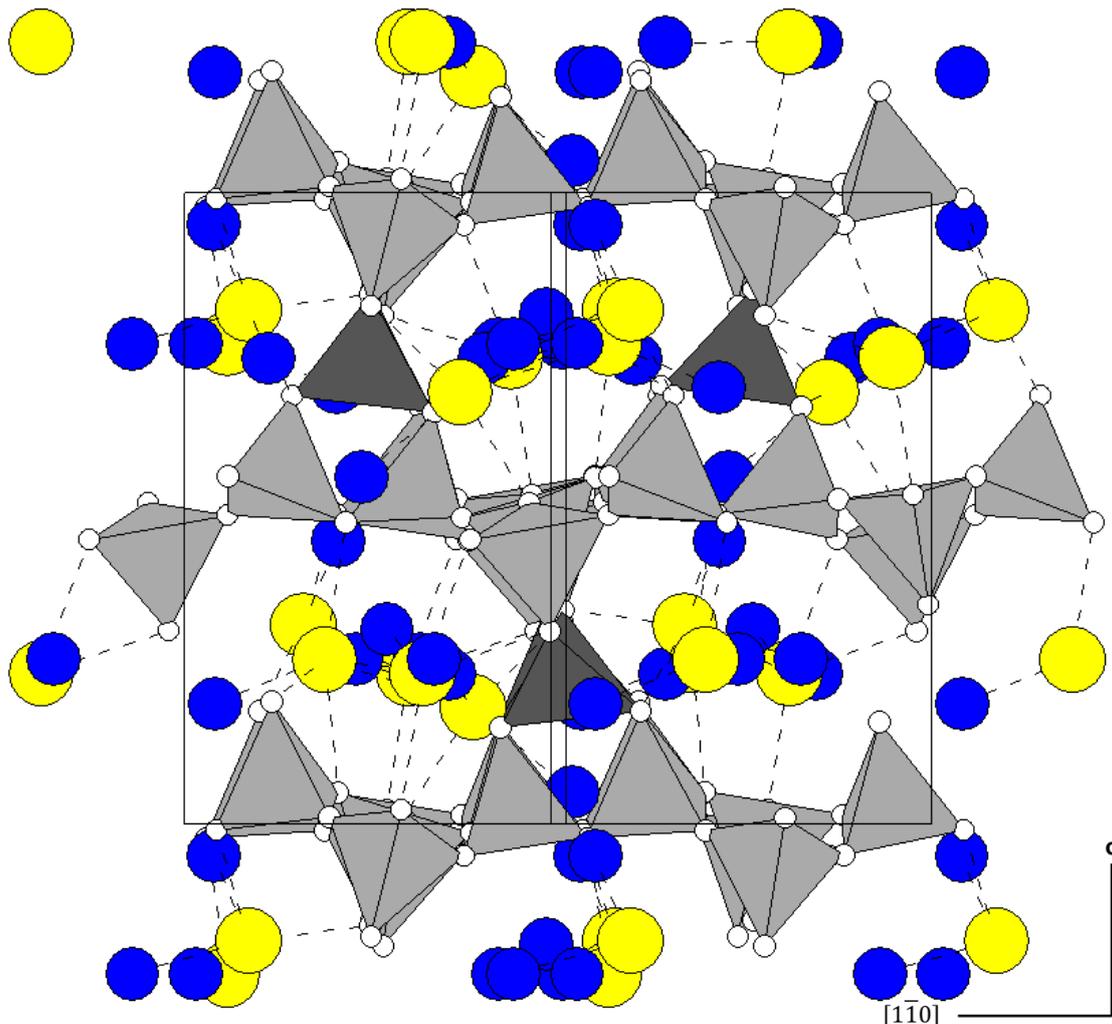


Abbildung 8: Nabesit [SiO₄] Tetraeder (grau) und [BeO₄] Tetraeder (dunkelgrau) mit Einheitszelle und den Koordinationslinien des Na⁺ (gelb), H₂O (blau), H wurde entfernt – 293K (Daten von Petersen et al. 2002)

Die kristallchemisch neutrale Topologie des Nabesits, von der IZA (International Zeolite Association) mit NAB bezeichnet, zeigt jedoch eine höhere Symmetrie (Raumgruppe $\bar{I}4m2$) und des Weiteren unterschiedliche Zellparameter, bezogen auf jene des Minerals. So werden die Zellparameter mit $a = 7,1835$, $b = 7,1835$ und $c = 12,0426$ Å, das Volumen aufgrund der Möglichkeit der Reduktion aufgrund der Symmetrie mit $621,43$ Å³ angegeben. Ebenfalls gibt es dadurch eine Änderung der FD und TD. Besitzt das Mineral beispielsweise eine FD von 16,94, so weist der Aristotyp eine FD von 16,1 auf. Die Ringgrößen sind 3er-, 4er-, 8er- und 9er-Ringe. Die SBU und CBU sind SBU 4-1 und CBU lov, vsv.

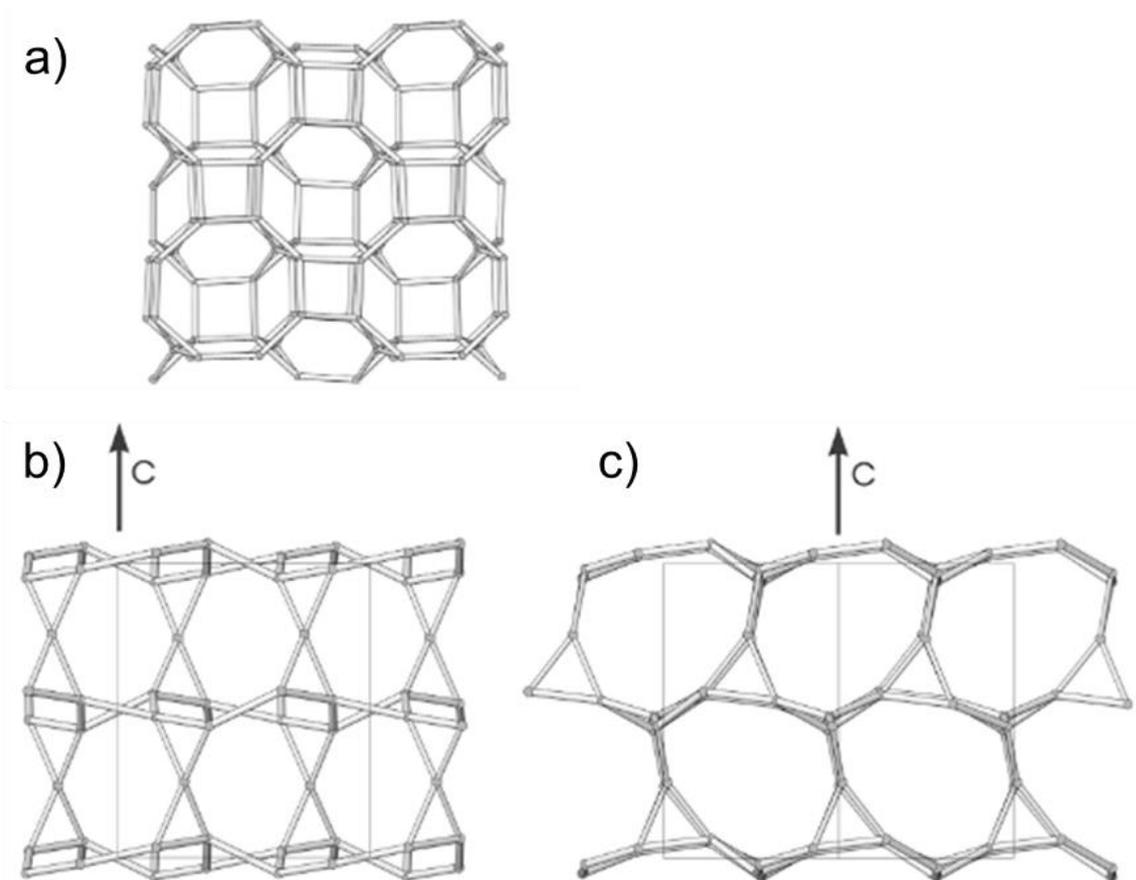


Abbildung 9: Nabesit-Gerüst in Ansicht a) entlang [001], b) entlang [100], c) entlang [110] (modifiziert nach Petersen et al. 2002)

Petersen et al. (2002) berichteten, dass viele Nabesitkristalle entweder teils überzogen oder vollständig alteriert sein können. Das stellte auch im Zuge dieser Arbeit ein Problem dar, da die Kristallqualität entweder von Oberflächendefekten, Alteration oder Verzwilligung beeinträchtigt waren. Die Substanz, welche die Kristalle überzieht, wurde von Petersen et al. (2002) mittels SEM-EDS als reines Si beschrieben. Diese Probleme führten schlussendlich dazu, dass die Probe, die vom Naturhistorischen Museum Wien zur Verfügung gestellt worden war, nach einer Vielzahl von Versuchen, einen passenden Kristall für die Röntgendiffraktometrie zu finden, verworfen werden musste. Aus diesem Grund wurde auf drei bereits ausgewählte Kristalle der Erstbeschreibung des Minerals zurückgegriffen. Von diesen wurde wiederum einer ausgewählt, da die beiden anderen ebenfalls Verzwilligung in der Kurzzeitmessung zeigten.

4. UNTERSUCHUNGSMETHODEN UND PROBENAUFBEREITUNG

Als Untersuchungsmethoden für die Probenahme von der Leihgabe des Naturhistorischen Museums Wien wurden folgende ausgewählt:

- Binokular/Durchlichtmikroskop
- Vierkreisdiffraktometer

4.1. *Binokular/Durchlichtmikroskopie*

Um die Nabesitplättchen, die für die Untersuchung makroskopisch in Frage kamen zu separieren, wurden diese unter einem LEICA MZ6 Binokular (mit LEICA CLS 150 Beleuchtungseinheit) genauer auf Form und Alteration untersucht. Danach wurden diese mittels einer Nadel mit 1 mm Durchmesser vom Handstück getrennt und nochmals separat unter dem Binokular betrachtet, um Proben mit eventuellen Oberflächendefekten von vornherein auszuschließen. Es wurde damit begonnen, die Kristalle, die in der Größenordnung von ca. 1 x 3 x 3 bis 2 x 10 x 10 mm gewählt wurden, grob zu zerkleinern. Dafür wurden die Kristalle einzeln auf Objektträgern platziert, die einen Tropfen Wasser trugen. Darin wurde der Kristall eingebettet, um bei der Grobzerkleinerung zu verhindern, dass die Kristallbruchstücke bei Ausüben eines sanften Drucks mithilfe eines zweiten Objektträgers, der zum Zerschneiden der Kristalle führte, vom Objektträger springen. Diese Druckzerkleinerung konnte ohne weiteren Einfluss auf die Kristallqualität durchgeführt werden.

Die unter dem Binokular grob zerkleinerten Kristalle mit der Größe von ca. 3 mm wurden danach unter dem Polarisationsmikroskop (OLYMPUS BX51) auf seine optischen Eigenschaften und eventuelle Oberflächendefekte untersucht. Jene Kristallbruchstücke, die gravierende Oberflächendefekte zeigten wurden ausgeschieden. Die optischen Eigenschaften der übrigen Kristallbruchstücke stimmten mit den bei Peterson et al. (2002) angegebenen Daten überein.

Im nächsten Schritt wurden die Kristallbruchstücke, die den Anforderungen entsprachen – keine Oberflächendefekte und Übereinstimmung der optischen Eigenschaften – unter dem Binokular weiter zerkleinert, um diese mit dem Vierkreisdiffraktometer messen zu können. Dies erfolgte mittels Skalpell und Nadel. Dazu wurden die Kristallbruchstücke mit Hilfe von Fett auf einem Objektträger fixiert, um bei dem Zerkleinerungsprozess ein Abspringen von Kristallbruchstücken zu verhindern. Die dadurch endgültig erreichte Probengröße belief sich zwischen 50 x 50 x 100 bis 100 x 100 x 100 µm, wobei versucht wurde, die Kristalle möglichst isometrisch zu verkleinern.

Ebenfalls wurden auch Kristalle vom Handstück entnommen, welche die anderen vorkommenden Minerale repräsentieren, um die Paragenese zu überprüfen.

Zur Verwendung am Vierkreisdiffraktometer wurden die Proben unter dem Binokular mit Fett für Kurzmessungen und einem Zwei-Komponenten-Kleber (Verhältnis Härter zu Binder 1:1) für Langzeitmessungen auf einer Glaskapillare fixiert. Die verwendeten Glaskapillaren haben einen Durchmesser von 200 μm , bestehen aus Quarzglas und sind bis 800°C formstabil. Diese Stabilität war während der Arbeit wichtig, da bei Temperaturen von 100 K bis 375 K gewährleistet sein musste, dass der am Goniometerkopf angebrachte Kristall im Zentrum des Röntgenstrahls verbleibt.

4.2. Vierkreisdiffraktometer

Das ENRAF-NONIUS KAPPA CCD, das für die Kurz- und Langzeitmessungen verwendet wurde, ist ein Vierkreisdiffraktometer mit Kappa-Geometrie. Dies bedeutet, dass im Vergleich zu Geräten mit Eulergeometrie, der θ - und ω -Kreis gleich angeordnet sind – horizontal mit vertikaler Drehachse – während der κ -Kreis um 50° gegen die Horizontalebene geneigt ist. Dieser κ -Kreis bewegt den Kristallträgerarm. Auf dem Kristallträgerarm ist der φ -Kreis angebracht, der 50° gegen den κ -Kreis geneigt ist. Auf diesem φ -Kreis wird dann der Goniometerkopf angebracht (Abb. 10). Vorteil dieser Geometrie gegenüber der Euler-Geometrie ist, dass der Zugang von Oben ungehindert ermöglicht wird. Der Nachteil dieser Geometrie besteht allerdings darin das obere Bereiche des Raumes – $\chi > 100^\circ$ (als Euler-Winkel angegeben) – nicht angesteuert werden können (Massa 2011).

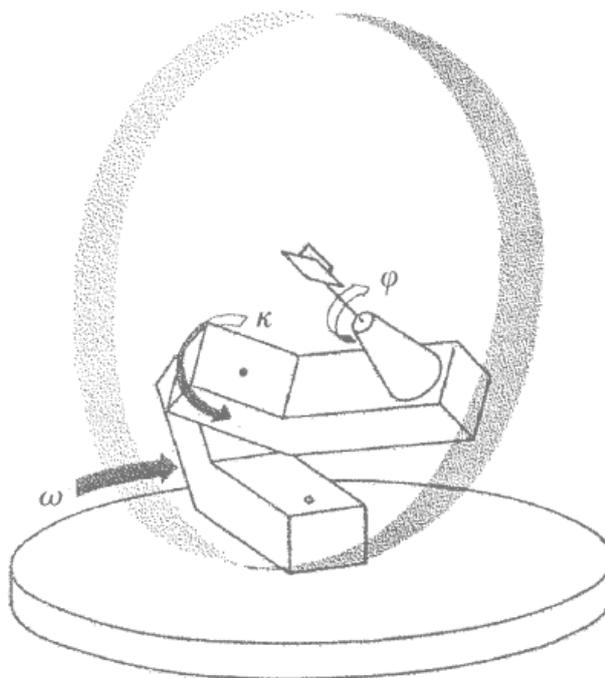


Abbildung 10: Schematische Darstellung eines Kappa-Vierkreisdiffraktometers, θ -Kreis wurde weggelassen (Massa 2011)

Als Detektor, der auf dem θ -Kreis angebracht ist, dient hierbei ein CCD-Flächendetektorsystem. Zusätzlich ist das ENRAF NONIUS KAPPA CCD mit einer Flüssigstickstoffeinheit verbunden, sodass der für die Messungen notwendige Temperaturbereich von 100 K bis 375 K angefahren werden konnte.

Die Justierung des Kristalls auf diesem Vierkreisdiffraktometer wurde wie folgt durchgeführt: Der Goniometerkopf wird auf dem φ -Kreis angebracht und der Kristall, der bereits auf einer Quarzkapillare befestigt ist, wird mit dieser am Goniometerkopf mit Hilfe einer Fixierschraube befestigt. Daraufhin wird die notwendige Vertikalkorrektur mit einem Steiggewinde durchgeführt, um den Kristall in der z-Richtung zu justieren. Danach wird der Goniometerkopf am φ -Kreis mehrmals um 90° gedreht und mittels Justierschrauben am Goniometerkopf, die diesen in x- und y-Richtung verschieben, so positioniert, dass der Kristall in jeder Rotationslage im Zentrum des Röntgenstrahls liegt. Darauf folgend wird der Kristall nochmals zur Kontrolle abwechselnd um 90° und 180° am φ -Kreis gedreht, damit die Justierung überprüft werden kann. Dazu ist am Vierkreisdiffraktometer eine Kamera angebracht, die das Zentrum des Röntgenstrahls mittels Fadenkreuz auf einem Monitor anzeigt. Dieser gehört zur Steuereinheit, einem von zwei Rechnern (Steuereinheit und Auswerteeinheit), die mit dem Gerät verbunden sind. Die verwendeten Messeinstellungen des Generators waren 50 kV und 30 mA. Alle Messungen wurden bei $\text{MoK}\alpha$ -Strahlung durchgeführt, die Messbedingungen werden später angegeben.

Als Auswertesoftware wurde KAPPA CCD auf der Linux-basierten Auswerteeinheit verwendet.

5. HANDSTÜCKBESCHREIBUNG

Das vom Naturhistorischen Museum Wien – Mineralogisch-Petrographische Abteilung zur Verfügung gestellte Handstück, mit der Inventarnummer N1066 2001-V zeigt typisch rosettenförmig verwachsene Aggregate dünn-tafeliger, farbloser bis creme-weißer Kristalle über Analcim und Albit in einer Kaverne pegmatitischer Partien von Augitsyenit. Es stammt aus Kvanefjeld, Narsaq, Grönland und gilt als Material der Typlokalität. Der auftretende Nabesit ist teilweise in Opal umgewandelt. Die Abmessungen des Handstücks betragen ca. 6,0 x 5,6 x 3,2 cm. Neben Albit und Nabesit tritt hier auch noch schwarzer, nadeliger Arfvedsonit auf. Albit, Arfvedsonit und Nabesit konnten am ENRAF NONIUS KAPPA CCD mittels Kurzzeitidentifikationsmessungen und Abgleich mit der ICSD durch Findlt (2014) identifiziert werden. Die Kurzzeitidentifikationsmessungen wurden mit folgenden Angaben durchgeführt: 30 Sekunden Messzeit pro Frame bei 10 Frames, während diese in 2° -Schritten am φ -Kreis gedreht wurden. Die Wiederholungszahl wurde dabei auf 1 gesetzt.

Daraus ergaben sich folgende Werte der Zellparameter:

Tabelle 4: Kurzzeitidentifikationsmessungen am Handstück des NHM Wien

| Mineral | Einheitszelle | | | | | |
|-------------|---------------|--------|--------|--------------|-------------|--------------|
| | a (Å) | b (Å) | c (Å) | α (°) | β (°) | γ (°) |
| Albit | 7,169 | 7,455 | 7,720 | 115,12 | 107,34 | 100,40 |
| Albit | 7,194 | 7,469 | 7,734 | 115,01 | 107,34 | 100,59 |
| Arfvedsonit | 9,976 | 18,020 | 5,313 | 90 | 103,93 | 90 |
| Nabesit | 9,751 | 10,132 | 11,954 | 90 | 90 | 90 |
| Nabesit | 9,758 | 10,142 | 11,956 | 90 | 90 | 90 |
| Nabesit | 9,726 | 10,120 | 11,898 | 90 | 90 | 90 |
| Nabesit | 9,753 | 10,140 | 11,967 | 90 | 90 | 90 |

In Abbildung 11 wird das Handstück des Naturhistorischen Museums (Inventarnummer N1066 2001-V) mit Beschriftung der gemessenen Minerale gezeigt.

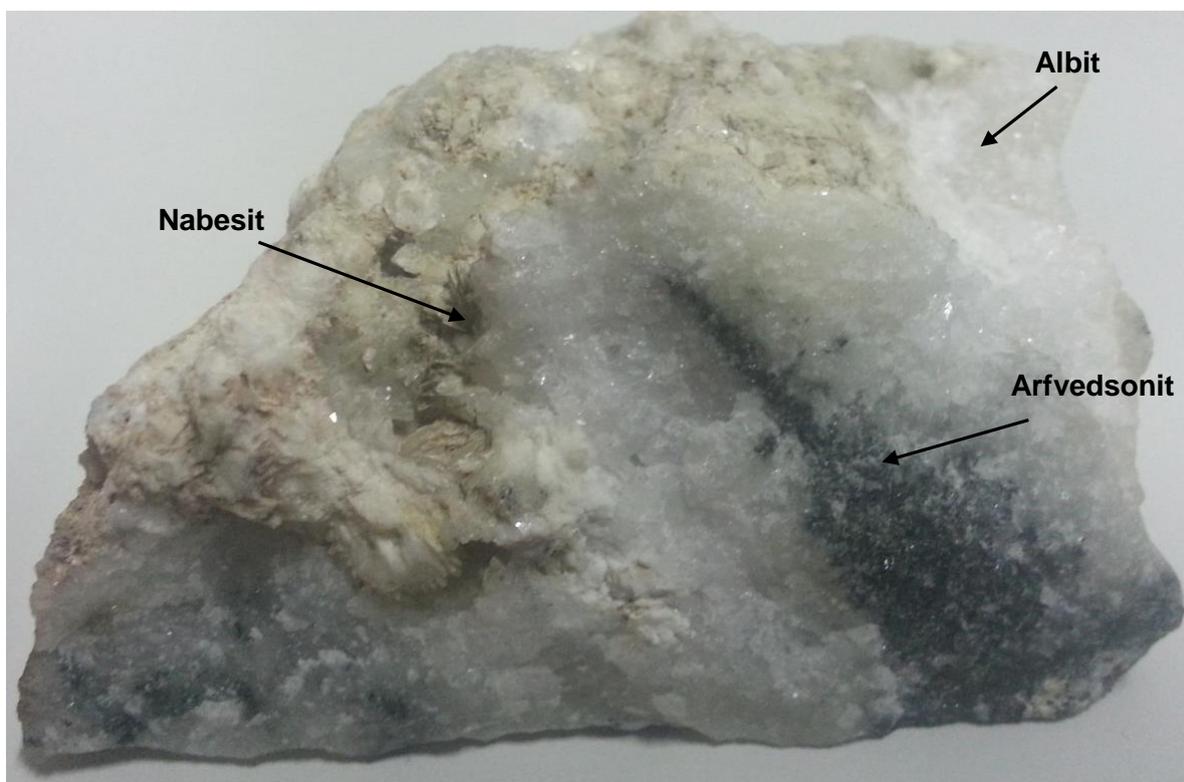


Abbildung 11: Gemessene Minerale am Handstück Inventarnummer N1066 2001-V
(Kurzzeitidentifikationsmessungen)

6. ERGEBNISSE

Die nachfolgenden Ergebnisse stützen sich auf eine Kombination aus Langzeit- und Kurzzeitmessungen am ENRAF NONIUS KAPPA CCD an der von Gerald Giester bereitgestellten Probe. Diese binden auch die Ergebnisse von Petersen et al. (2002) ein, um diese mit den hier gemessenen Daten vergleichen zu können.

6.1. Kurzzeitmessungen

Die Kurzzeitmessungen der Probe mit der Bezeichnung NAB8GG1, sowohl im Normalzustand als auch im partiell dehydrierten Zustand, wurden mit 15 Frames á 30 Sekunden bei einer φ -Winkelerhöhung von 2° pro Frame mit der auf 1 gesetzten Wiederholung gemessen. Ausnahmen waren die letzten beiden Messungen des teils dehydrierten Zustands. Hier mussten für 370 K 20 Frames und für 375 K 30 Frames á 30 Sekunden gemessen werden, da die Intensität der Beugungsreflexe zu gering war. Winkelerhöhung pro Frame und Wiederholung blieben aber gleich.

Die für alle Kurzmessungen gleich gewählten Messungsstartwerte waren:

- $\varphi = 0^\circ$
- $\omega = 130^\circ$
- $\kappa = 130^\circ$
- $\theta = 0^\circ$
- $dx = 35 \text{ mm}$

Der Temperaturbereich für die gesamten Messungen – Kurz- und Langzeitmessungen – wurde, wie bereits erwähnt, von 100 K bis 375 K gewählt. Die Auswahlkriterien dieses Bereiches erfolgten anhand von Vergleichen mit den Daten von Petersen et al. (2002) für die Temperaturuntergrenze – die Struktur von Nabesit bei 100 K zeigt nur sehr geringe Veränderungen im Vergleich zu der bei Raumtemperatur – und für die Obergrenze die Tatsache, dass der Kristall Instabilität zeigte. Des Weiteren wäre eine erneute Erhöhung der Temperatur ohnehin nicht möglich gewesen, da die Stickstoffeinheit des ENRAF NONIUS KAPPA CCD nicht mehr als 375 K erreichen kann. Das Aufheizen des Kristalls erfolgte mit 120 K/min zwischen den Messschritten.

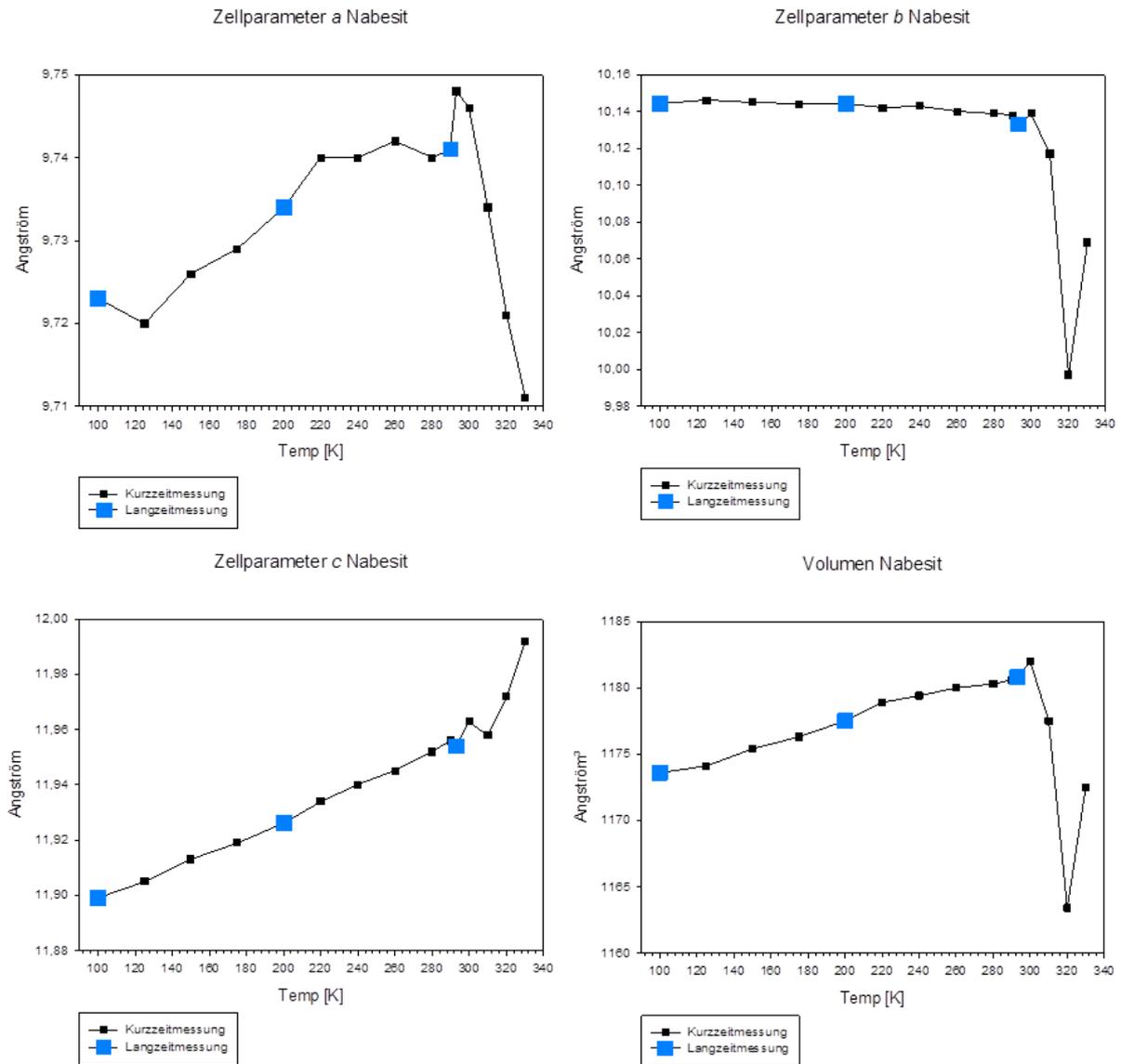
6.1.1. Nabesit

Die Daten für die 100 K-Messung wurden von Petersen et al. (2002) übernommen. Von diesen 100 K wurden Kurzmessungen in 25 K-Schritten durchgeführt bis 200 K erreicht waren. Bei 200 K wurde eine Langzeitmessung angesetzt. Danach wurde die Temperatur um jeweils 20 K erhöht und wiederum Kurzzeitmessungen bis 280 K durchgeführt. Ab dieser Temperatur wurden die Schritte auf 10 K heruntersgesetzt – die Raumtemperaturmessung bei 293 K wurde ebenfalls von Petersen et al. (2002) übernommen – um den Zeitpunkt der partiellen Dehydratation genauer feststellen zu können. Wurde aufgrund der Aussagen von Petersen et al. (2002) der Zeitpunkt der partiellen Dehydratation bei 300 K vermutet, zeigte sich dieser hier erst bei 330 K.

Aus den Kurzzeitmessungen ergaben sich folgende Zellparameter (Tab. 5) für den Temperaturbereich von 100 K bis 330 K, die graphisch in Abbildung 12 dargestellt sind. Alle Diagramme wurden mit SigmaPlot 11 (2008) angefertigt.

Tabelle 5: Zellparameter für Kurzzeitmessungen von 100 bis 330 K

| Temperatur | Nabesit (Raumgruppe $P2_12_12_1$) | | | |
|------------|------------------------------------|-----------|-----------|-----------------------|
| | a (Å) | b (Å) | c (Å) | V (Å ³) |
| 100 K | 9,723(1) | 10,144(1) | 11,899(1) | 1173,6(2) |
| 125 K | 9,720(4) | 10,146(2) | 11,905(3) | 1174,1(11) |
| 150 K | 9,726(4) | 10,145(2) | 11,913(3) | 1175,4(10) |
| 175 K | 9,729(4) | 10,144(2) | 11,919(3) | 1176,3(10) |
| 200 K | 9,737(4) | 10,140(2) | 11,932(3) | 1178,1(10) |
| 220 K | 9,740(4) | 10,142(2) | 11,934(3) | 1178,9(10) |
| 240 K | 9,740(4) | 10,143(2) | 11,940(3) | 1178,9(3) |
| 260 K | 9,742(4) | 10,140(2) | 11,945(3) | 1178,9(1) |
| 280 K | 9,740(4) | 10,139(2) | 11,952(3) | 1178,9(4) |
| 290 K | 9,741(4) | 10,138(2) | 11,956(3) | 1180,6(9) |
| 293 K | 9,748(1) | 10,133(1) | 11,954(1) | 1180,8(2) |
| 300 K | 9,746(4) | 10,139(2) | 11,963(3) | 1182,0(2) |
| 310 K | 9,734(6) | 10,117(3) | 11,958(4) | 1177,5(14) |
| 320 K | 9,721(6) | 9,997(3) | 11,972(5) | 1160,4(15) |
| 330 K | 9,711(5) | 10,069(3) | 11,992(4) | 1172,5(13) |

Abbildung 12: Zellparameter a , b , c und V gegen Temperatur von Nabesit bei 100 bis 330 K

6.1.2. Partiiell dehydrierter Nabesit

Danach wurde die Probe wieder auf 125 K abgekühlt, um auch im Tieftemperaturbereich Aussagen über das Verhalten des partiell dehydrierten Nabesitkristalls treffen zu können. Bei dieser Temperatur wurde eine Langzeitmessung durchgeführt. Da an dieser Stelle ein ähnliches Verhalten als bei dem hydrierten Kristalls beobachtet werden konnte, spricht nur eine minimale Änderung im Vergleich zu dem partiell dehydrierten Nabesitkristall bei Raumtemperatur – Daten für 300 K wurden ebenfalls von Petersen et al. (2002) übernommen – wurde die Probe erneut auf 310 K aufgeheizt. Hier wurde wieder mit Kurzeitmessungen in 10 K-Schritten begonnen. Da bei 370 K zwar die Intensität merklich abnahm, in der Kurzeitmessung jedoch noch Ergebnisse erzielt werden konnten, wurde die

Grenze der Stickstoffeinheit bei 375 K angefahren (Tab. 6). Hier trat erneut ein merklicher Intensitätsverlust auf, dennoch konnten die Zellparameter bei der Kurzeitmessung bestimmt werden. Die Messungen des partiell dehydrierten Nabesits wurden unter ständigem N₂-Fluss durchgeführt.

Bei 375 K, wurde erneut eine Langzeitmessung durchgeführt, da die Möglichkeit einer vollständigen Dehydration geprüft werden sollte. Während dieser Langzeitmessung wurde der Kristall allerdings instabil und die Messung abgebrochen. In Tabelle 6 wurde unter anderem auch die Mosaizität angegeben, um zu verdeutlichen, dass der Kristall mit der Erhöhung der Temperatur instabiler wird beziehungsweise vom perfekten Kristall abweicht.

Tabelle 6: Zellparameter für partiell dehydrierten Nabesit bei 125 K und von 310 K bis 375 K

| Nabesit partiell dehydriert (Raumgruppe <i>P2₁2₁2₁</i>) | | | | | |
|---|------------------------------|--------------|--------------|----------------------------|------------|
| Temperatur | Zellparameter und Mosaizität | | | | |
| | <i>a</i> (Å) | <i>b</i> (Å) | <i>c</i> (Å) | <i>V</i> (Å ³) | Mosaizität |
| 125 K | 9,674(5) | 10,073(3) | 11,968(4) | 1166,2(13) | 1,38 |
| 300 K | 9,700(7) | 10,028(7) | 11,977(8) | 1165,0(14) | - |
| 310 K | 9,696(5) | 10,073(3) | 11,990(4) | 1170,9(12) | 1,30 |
| 320 K | 9,702(5) | 10,072(3) | 11,992(4) | 1171,8(13) | 1,29 |
| 330 K | 9,706(5) | 10,071(3) | 11,989(4) | 1171,9(13) | 1,36 |
| 340 K | 9,707(6) | 10,072(3) | 11,992(5) | 1172,5(16) | 1,45 |
| 350 K | 9,709(6) | 10,070(3) | 11,991(5) | 1172,4(16) | 1,56 |
| 360 K | 9,698(7) | 10,072(4) | 11,981(5) | 1170,3(18) | 1,74 |
| 370 K | 9,704(6) | 10,071(4) | 11,983(5) | 1171,0(16) | 1,99 |
| 375 K | 9,692(6) | 10,066(4) | 11,982(5) | 1169,0(17) | 2,18 |

Der gesamte Temperaturbereich mit den Änderungen der Zellparameter *a*, *b*, *c* und *V* sowie der Mosaizität wird in Abbildung 13 dargestellt.

NON-AMBIENTE UNTERSUCHUNGEN AN NABESIT

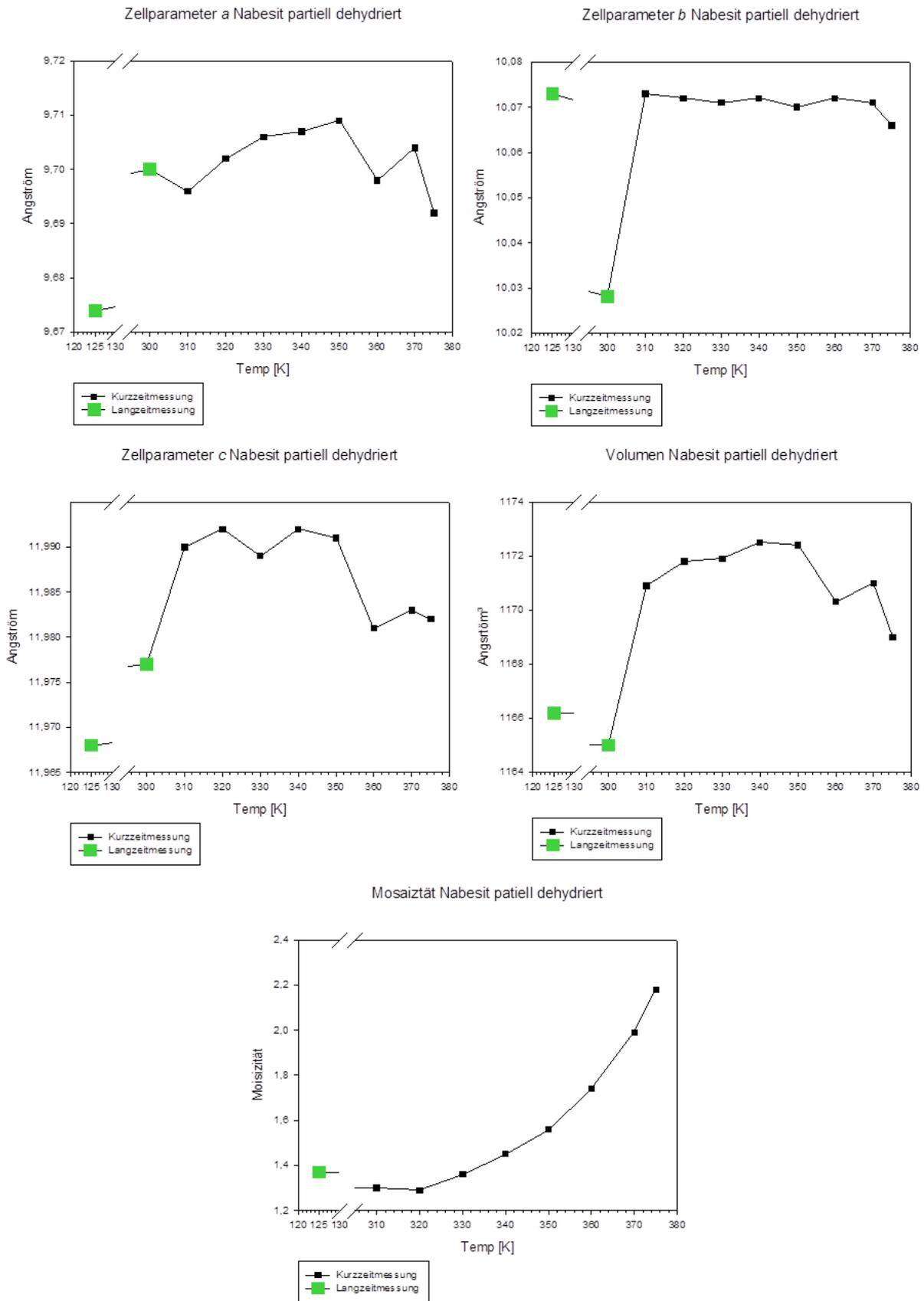


Abbildung 13: Zellparameter *a*, *b*, *c* und *V* sowie Mosaizität gegen Temperatur von partiell dehydriertem Nabisit bei 125K sowie von 310 bis 375 K

6.2. Langzeitmessungen

Die Messroutine für die Langzeitmessung des Kristalls bei 200 K wurde wie folgt festgelegt (Tab. 7) und danach für alle weiteren Langzeitmessungen verwendet, um Korrelation zu ermöglichen:

Tabelle 7: Messroutine der Langzeitmessungen

| Kreis | Set I | Set II | Set III |
|-----------|--------|--------|---------|
| φ | 0-360° | 0-360° | 0° |
| ω | 130° | 130° | 90-155° |
| κ | 130° | 130° | 130° |
| θ | 0° | -20° | -20° |
| dx (mm) | 35 | 35 | 35 |

Im nachfolgenden Abschnitt werden die Ergebnisse der Langzeitmessungen für Nabesit und dem partiell dehydrierten Nabesit angegeben.

Diese Ergebnisse beinhalten verwendete Sets, die daraus gemessenen Framezahlen und die verwendeten Belichtungszeiten bei den Messungen selbst, die finalen $R1$ Faktoren und $wR2$ -Werte aus den Verfeinerungen durchgeführt mit SHELX-2013 (Sheldrick 2013) mit Angabe der jeweiligen Anisotropic Displacement Parameters U_{ij} (ADP) für die jeweiligen Atome mit ihren Atomkoordinaten. Alle Messungen wurden sowohl für das triklone als auch für das orthorhombische Kristallsystem verfeinert, um eventuelle Änderungen von α , β und γ aufzeigen zu können. Die triklinen Verfeinerungen zeigten aber keine signifikanten Abweichungen vom orthorhombischen Kristallsystem. Die Atomkoordinaten wurden an Fischer & Baur (2006) angepasst. Dadurch ist eine Korrelation zwischen den unterschiedlichen Messungen vereinfacht. Weiters werden die Ergebnisse aus den Verfeinerungen, in ATOMS (Dowty 2006) erstellt, dargestellt.

Wie bereits im Abschnitt der Kurzzeitmessungen erwähnt, wurden für den Nabesit Langzeitmessungen bei 100 K, 200 K und 293 K durchgeführt. Anhand dieser werden nun die Änderungen in der Struktur und in der Einheitszelle dargestellt.

Es wurde keine Messung bei 200 K in Erwägung gezogen, da auch hier angenommen werden konnte, dass der Kristall im Tieftemperaturbereich keine größeren Veränderungen im Vergleich zur Raumtemperaturmessung zeigen würde.

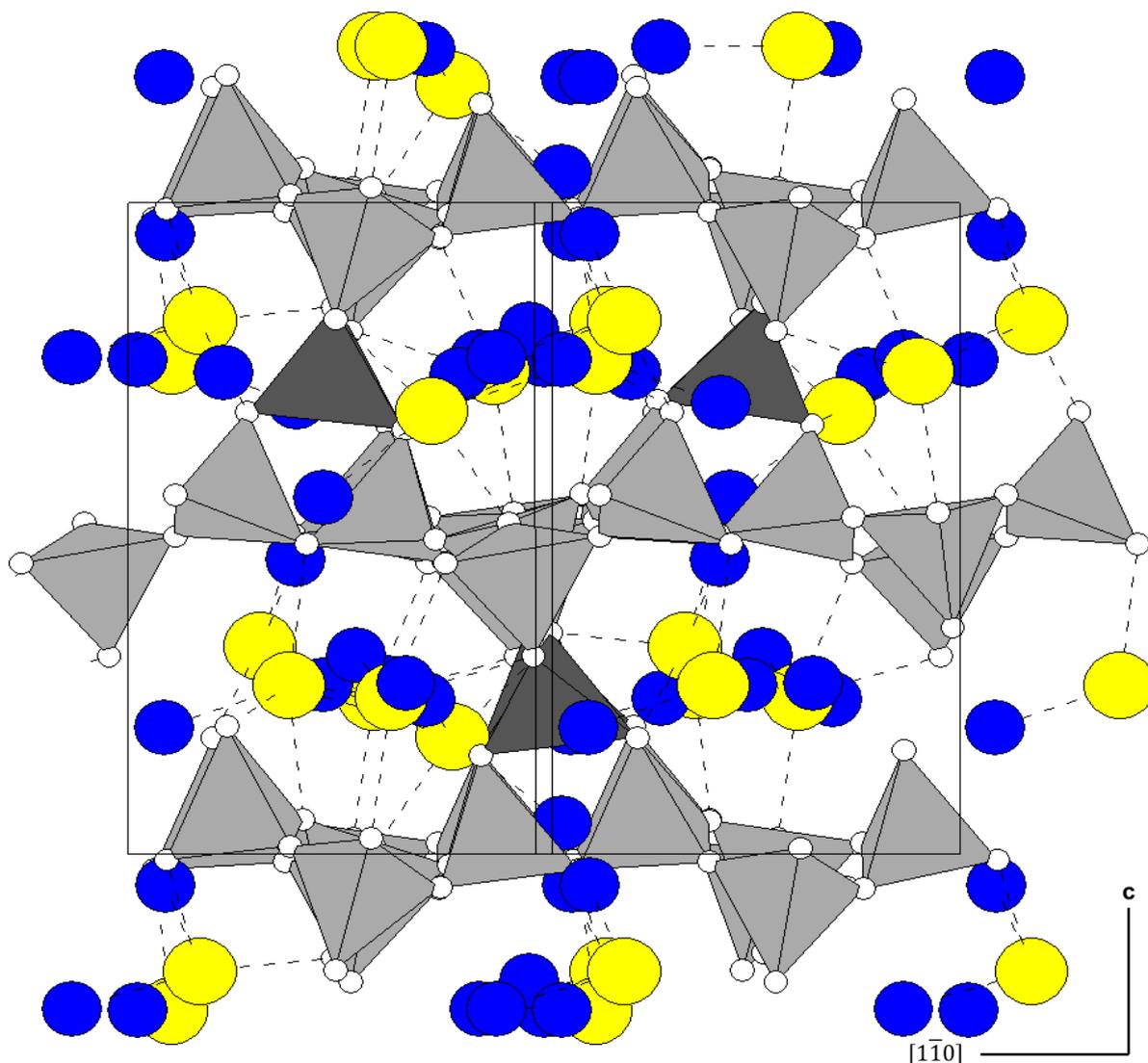
6.2.1. *Nabesit*6.2.1.1. Messung bei 100 K

Abbildung 14: Nabesit $[\text{SiO}_4]$ Tetraeder (grau) und $[\text{BeO}_4]$ Tetraeder (dunkelgrau) mit Einheitszelle und den Koordinationslinien des Na^+ (gelb), H_2O (blau), H wurde entfernt – 100 K (Daten von Petersen et al. 2002)

Wie bereits erwähnt wurde diese Messung von Petersen et al. (2002) adaptiert. Die Messung ergab 5486 unique Reflexe für 223 Parameter, was bedeutet, dass die Messung mehr als zehnfach überbestimmt ist, wodurch die Parameter als sehr gut bestimmt bezeichnet werden können. Diese Reflexe ergaben einen finalen $R1$ Faktor von 0,0282, der $wR2$ Wert ergab 0,0758. Der Extinktionskoeffizient lag bei dieser Messung bei 0,0003(7).

Der Abstand vom Detektor lag, wie bei den für diese Arbeit gewählten Messroutinen, bei 35 mm ($dx = 35$) und es wurden 10 Sets mit insgesamt 510 Frames gemessen. Die Belichtungszeit wurde mit 70 Sekunden pro Frame gewählt.

Tabelle 8: Atomkoordinaten für Nabesit bei 100 K (Daten von Petersen et al. 2002) angepasst an Fischer & Baur (2006) und die zugehörigen ADP

Nabesit 100 K

| Atom | x | y | z | U_{eq} | U_{11} | U_{22} | U_{33} | U_{23} | U_{13} | U_{12} |
|-------|--------------|-------------|--------------|-------------|-------------|-------------|-------------|--------------|-------------|-------------|
| Be1 | 0,2427(2) | 0,2630(2) | 0,25717(18) | 0,0050(4) | 0,0058(9) | 0,0050(9) | 0,0042(9) | 0,0002(7) | -0,0014(7) | -0,0001(7) |
| Si21a | 0,28654(5) | 0,14879(5) | 0,03348(4) | 0,00568(9) | 0,00589(19) | 0,00539(19) | 0,00577(19) | -0,00040(16) | 0,00021(14) | 0,00049(16) |
| Si21b | 0,79564(5) | 0,64778(5) | 0,02007(4) | 0,00481(9) | 0,00510(19) | 0,00447(18) | 0,00488(19) | -0,00030(16) | 0,00002(14) | 0,00060(16) |
| Si22a | 0,42106(5) | 0,64598(5) | 0,56643(4) | 0,00487(9) | 0,00509(19) | 0,00435(18) | 0,00517(19) | 0,00003(16) | 0,00113(14) | 0,00053(16) |
| Si22b | 0,90160(5) | 0,13613(5) | 0,55215(4) | 0,00466(9) | 0,00466(19) | 0,00445(18) | 0,00487(19) | -0,00004(16) | 0,00045(15) | 0,00072(15) |
| O11a | 0,32752(14) | 0,18193(14) | 0,15957(11) | 0,0074(2) | 0,0075(6) | 0,0091(5) | 0,0056(5) | -0,0011(4) | -0,0008(4) | 0,0019(4) |
| O11b | 0,81906(14) | 0,65696(14) | 0,15211(11) | 0,0081(2) | 0,0105(6) | 0,0083(6) | 0,0055(5) | -0,0010(4) | -0,0015(4) | 0,0031(4) |
| O12a | 0,38402(14) | 0,65688(14) | 0,69647(11) | 0,0072(2) | 0,0088(5) | 0,0074(5) | 0,0054(5) | 0,0004(4) | 0,0019(4) | 0,0026(4) |
| O12b | 0,8472(14) | 0,13436(13) | 0,67845(11) | 0,0070(2) | 0,0083(5) | 0,0069(5) | 0,0059(5) | 0,0003(4) | 0,0019(4) | 0,0020(4) |
| O21a | 0,76397(15) | 0,49642(13) | 0,48269(12) | 0,0080(2) | 0,0096(6) | 0,0041(5) | 0,0103(6) | 0,0019(4) | 0,0017(5) | 0,0003(4) |
| O21b | 0,61889(16) | 0,00415(13) | -0,01206(12) | 0,0095(3) | 0,0128(6) | 0,0053(5) | 0,0103(6) | 0,0030(5) | -0,0006(5) | 0,0004(4) |
| O22a | 0,06456(14) | 0,17257(14) | 0,55170(12) | 0,0091(2) | 0,0047(5) | 0,0126(6) | 0,0099(6) | -0,0017(5) | 0,0015(4) | -0,0006(4) |
| O22b | 0,58586(14) | 0,67049(13) | 0,55332(12) | 0,0081(2) | 0,0054(5) | 0,0108(6) | 0,0081(6) | -0,0004(4) | 0,0014(4) | -0,0002(4) |
| O31 | 0,16042(14) | 0,24317(14) | 0,99119(11) | 0,0069(2) | 0,0081(5) | 0,0068(5) | 0,0057(5) | -0,0007(4) | -0,0010(4) | 0,0030(4) |
| O32 | 0,6818(14) | 0,75458(13) | 0,97593(11) | 0,0066(2) | 0,0075(5) | 0,0061(5) | 0,0063(5) | -0,0006(4) | -0,0007(4) | 0,0025(4) |
| Na1 | 0,02449(9) | 0,19198(9) | 0,81940(9) | 0,01463(18) | 0,0117(4) | 0,0159(4) | 0,0163(4) | -0,0043(3) | -0,0020(3) | 0,0026(3) |
| Na2 | 0,36525(11) | 0,25149(10) | 0,74134(9) | 0,0197(2) | 0,0236(5) | 0,0164(4) | 0,0192(5) | 0,0011(4) | -0,0029(4) | 0,0011(5) |
| OW1 | 0,21455(19) | 0,07310(15) | 0,76286(13) | 0,0141(3) | 0,0210(7) | 0,0113(6) | 0,0099(6) | -0,0009(5) | -0,0037(6) | 0,0046(6) |
| OW2 | 0,15416(19) | 0,37263(16) | 0,73985(14) | 0,0163(3) | 0,0247(8) | 0,0114(7) | 0,0129(7) | -0,0017(5) | -0,0028(6) | 0,0015(6) |
| OW3 | -0,06692(20) | 0,02183(18) | 0,95232(16) | 0,0190(3) | 0,0199(8) | 0,0195(8) | 0,0175(8) | -0,0013(7) | -0,0039(6) | -0,0017(6) |
| OW4 | 0,47567(19) | 0,43997(18) | 0,80598(15) | 0,0185(3) | 0,0194(8) | 0,0169(8) | 0,0191(8) | 0,0064(6) | 0,0019(6) | 0,0046(6) |
| H1 | 0,250(4) | -0,001(4) | 0,803(3) | 0,026(8) | | | | | | |
| H2 | 0,203(6) | 0,044(5) | 0,689(4) | 0,068(16) | | | | | | |
| H3 | 0,173(5) | 0,440(5) | 0,764(4) | 0,043(12) | | | | | | |
| H4 | 0,099(5) | 0,379(4) | 0,691(4) | 0,043(12) | | | | | | |
| H5 | -0,058(4) | 0,026(4) | 1,019(2) | 0,027(10) | | | | | | |
| H6 | 0,013(3) | 0,003(6) | 0,961(5) | 0,09(2) | | | | | | |
| H7 | 0,454(5) | 0,515(5) | 0,782(4) | 0,043(11) | | | | | | |
| H8 | 0,547(4) | 0,412(3) | 0,763(3) | 0,021(8) | | | | | | |

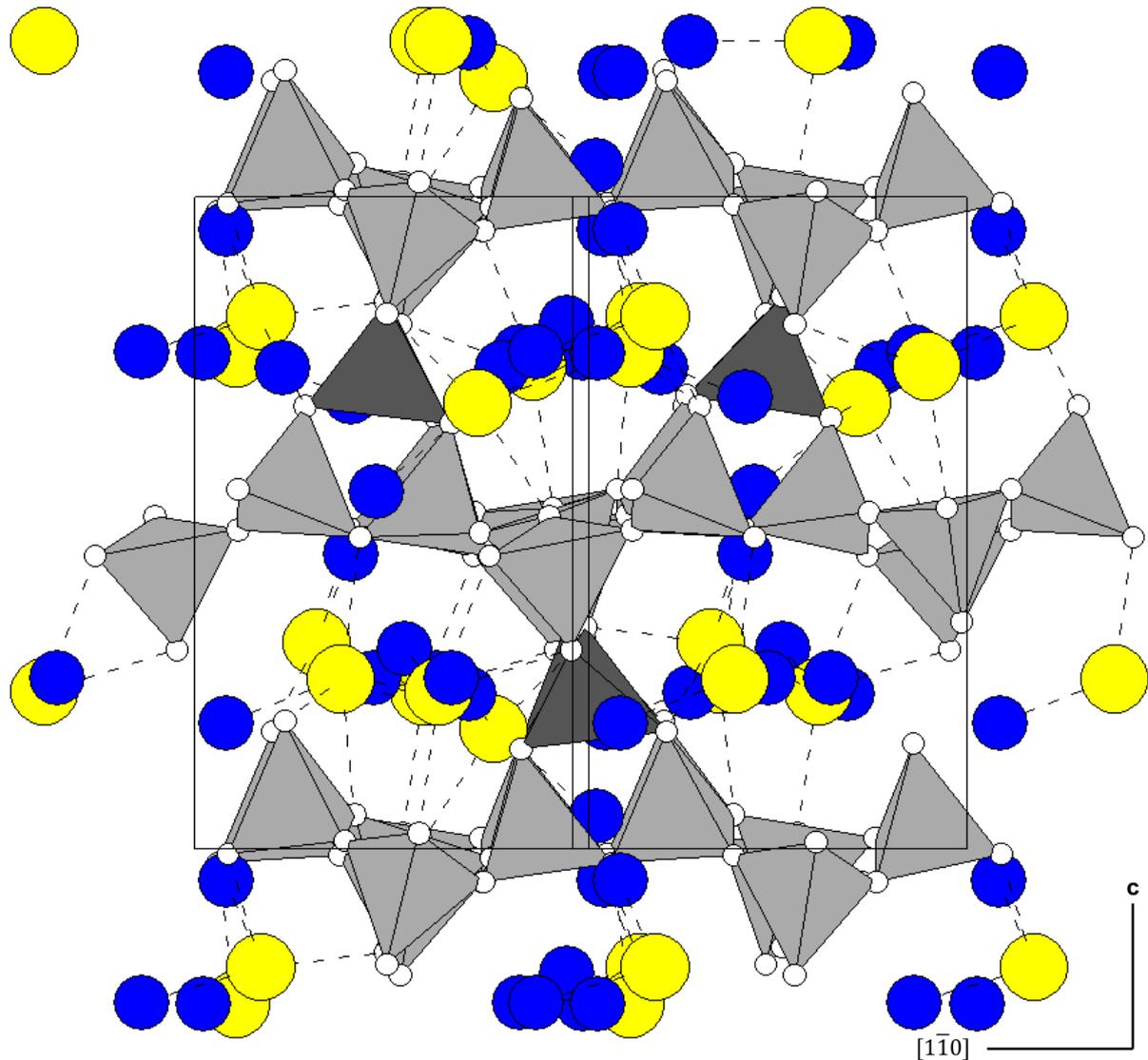
6.2.1.2. Messung bei 200 K

Abbildung 15: Nabesit [SiO₄] Tetraeder (grau) und [BeO₄] Tetraeder (dunkelgrau) mit Einheitszelle und den Koordinationslinien des Na⁺ (gelb), H₂O (blau), H wurde entfernt – 200 K

Aus der 200 K Messung konnten 2291 unique Reflexe für 223 Parameter gewonnen werden, die Parameter sind damit zehnfach überbestimmt. Aus diesen Reflexen ergab sich ein finaler *R*1 Faktor von 0,0334, der *wR*2 Wert lag bei 0,085.

Der Abstand vom Detektor lag bei 35 mm (*dx* = 35) und es wurden 3 Sets mit insgesamt 422 Frames für die Messroutine gewählt. Die Belichtungszeit lag hier bei 30 Sekunden pro Frame.

Tabelle 9: Atomkoordinaten für Nabesit bei 200 K angepasst an Fischer & Baur (2006) und die zugehörigen ADP

| Nabesit 200 K | | | | | | | | | | |
|---------------|-------------|-------------|-------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|
| Atom | <i>x</i> | <i>y</i> | <i>z</i> | <i>U</i> _{eq} | <i>U</i> ₁₁ | <i>U</i> ₂₂ | <i>U</i> ₃₃ | <i>U</i> ₂₃ | <i>U</i> ₁₃ | <i>U</i> ₁₂ |
| Be1 | 0,2429(5) | 0,2623(5) | 0,2567(5) | 0,0088(12) | 0,009(3) | 0,008(3) | 0,010(3) | 0,001(2) | -0,005(2) | 0,002(2) |
| Si21a | 0,28865(12) | 0,14879(12) | 0,03364(11) | 0,0117(3) | 0,0107(6) | 0,0108(5) | 0,0137(7) | -0,0004(5) | -0,0003(5) | 0,0011(5) |
| Si21b | 0,79755(12) | 0,64834(12) | 0,02089(11) | 0,0104(3) | 0,0095(6) | 0,0096(5) | 0,0121(7) | -0,0008(5) | -0,0004(5) | 0,0014(5) |
| Si22a | 0,41858(12) | 0,64538(11) | 0,56534(11) | 0,0102(3) | 0,0096(6) | 0,0086(5) | 0,0125(7) | -0,0005(5) | 0,0020(5) | 0,0005(5) |
| Si22b | 0,90075(12) | 0,13656(11) | 0,55268(11) | 0,0099(3) | 0,0089(6) | 0,0087(5) | 0,0122(7) | -0,0007(5) | 0,0004(5) | 0,0011(5) |
| O11a | 0,3276(3) | 0,1796(3) | 0,1605(3) | 0,0136(7) | 0,0120(16) | 0,0179(16) | 0,0107(19) | -0,0011(12) | 0,0002(13) | 0,0029(13) |
| O11b | 0,8221(3) | 0,6584(3) | 0,1521(3) | 0,0143(7) | 0,0189(17) | 0,0141(16) | 0,0100(19) | -0,0021(12) | 0,0008(13) | 0,0041(14) |
| O12a | 0,3827(3) | 0,6565(3) | 0,6951(3) | 0,0132(7) | 0,0134(16) | 0,0143(15) | 0,0120(18) | 0,0003(13) | 0,0022(13) | 0,0037(13) |
| O12b | 0,8476(3) | 0,1358(3) | 0,6786(3) | 0,0127(7) | 0,0132(15) | 0,0140(14) | 0,0110(17) | 0,0011(13) | 0,0026(13) | 0,0018(13) |
| O21a | 0,7618(4) | 0,4963(3) | 0,4845(3) | 0,0150(7) | 0,0136(17) | 0,0096(15) | 0,022(2) | 0,0020(13) | 0,0017(14) | -0,0003(12) |
| O21b | 0,6197(4) | 0,0036(3) | -0,0112(3) | 0,0172(8) | 0,0196(18) | 0,0118(15) | 0,020(2) | 0,0040(13) | -0,0007(15) | 0,0005(13) |
| O22a | 0,0633(3) | 0,1731(3) | 0,5516(3) | 0,0156(7) | 0,0082(15) | 0,0207(16) | 0,018(2) | -0,0019(13) | 0,0028(13) | -0,0005(13) |
| O22b | 0,5826(3) | 0,6714(3) | 0,5514(3) | 0,0145(7) | 0,0105(15) | 0,0175(15) | 0,0154(19) | -0,0017(13) | 0,0016(14) | 0,0004(12) |
| O31 | 0,1640(3) | 0,2441(3) | 0,9907(3) | 0,0125(7) | 0,0144(15) | 0,0124(14) | 0,0109(18) | 0,0003(12) | -0,0008(13) | 0,0040(13) |
| O32 | 0,6826(3) | 0,7541(3) | 0,9772(3) | 0,0122(7) | 0,0135(15) | 0,0120(14) | 0,011(2) | -0,0002(12) | -0,0025(13) | 0,0043(12) |
| Na1 | 0,0262(2) | 0,1947(2) | 0,8169(2) | 0,0274(5) | 0,0220(11) | 0,0282(11) | 0,0322(14) | -0,0071(9) | -0,0048(10) | 0,0036(8) |
| Na2 | 0,3689(3) | 0,2526(2) | 0,7401(2) | 0,0372(6) | 0,0442(15) | 0,0298(12) | 0,0377(15) | 0,0024(10) | -0,0061(12) | 0,0028(11) |
| OW1 | 0,2171(4) | 0,0742(4) | 0,7622(3) | 0,0256(9) | 0,040(2) | 0,0202(19) | 0,017(2) | -0,0034(15) | -0,0081(18) | 0,0073(17) |
| OW2 | 0,1567(5) | 0,3739(4) | 0,7387(4) | 0,0285(10) | 0,041(3) | 0,0201(19) | 0,024(3) | -0,0043(17) | -0,004(2) | -0,0005(19) |
| OW3 | -0,0627(4) | 0,0209(4) | 0,9511(4) | 0,0331(10) | 0,031(2) | 0,032(2) | 0,036(3) | -0,002(2) | -0,003(2) | -0,0046(18) |
| OW4 | 0,4746(5) | 0,4418(4) | 0,8073(4) | 0,0353(11) | 0,034(3) | 0,034(3) | 0,038(3) | 0,014(2) | 0,00(2) | 0,006(2) |
| H1 | 0,247(8) | 0,015(8) | 0,814(7) | 0,06(2) | | | | | | |
| H2 | 0,196(9) | 0,038(8) | 0,687(7) | 0,07(3) | | | | | | |
| H3 | 0,173(8) | 0,438(8) | 0,759(6) | 0,05(2) | | | | | | |
| H4 | 0,098(9) | 0,375(9) | 0,693(9) | 0,08(4) | | | | | | |
| H5 | -0,088(7) | 0,013(8) | 1,029(4) | 0,06(3) | | | | | | |
| H6 | 0,034(4) | 0,010(9) | 0,972(7) | 0,09(3) | | | | | | |
| H7 | 0,448(8) | 0,516(8) | 0,782(6) | 0,05(2) | | | | | | |
| H8 | 0,559(7) | 0,415(6) | 0,769(6) | 0,036(18) | | | | | | |

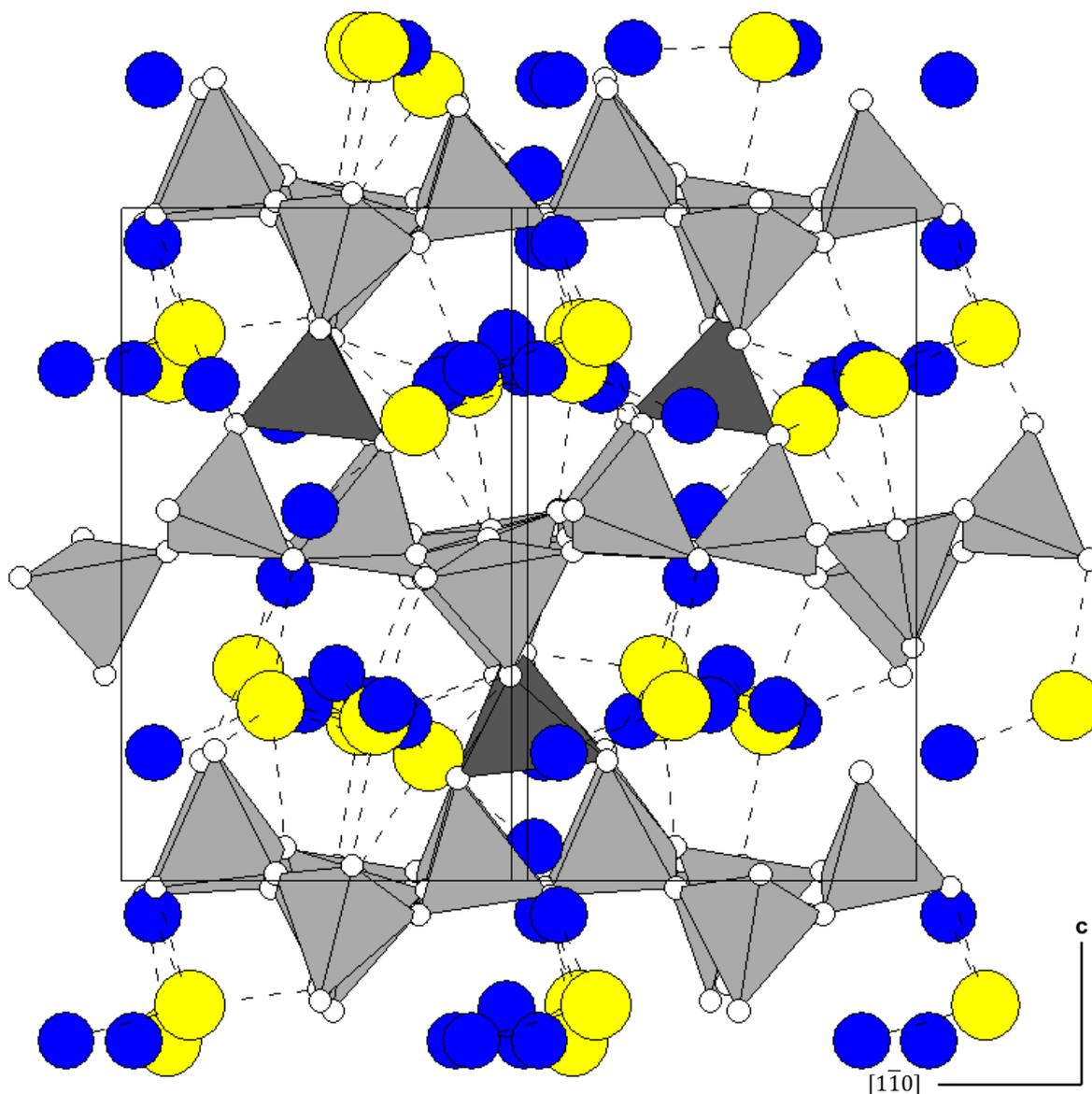
6.2.1.3. Messung bei 293 K

Abbildung 16: Nabesit $[\text{SiO}_4]$ Tetraeder (grau) und $[\text{BeO}_4]$ Tetraeder (dunkelgrau) mit Einheitszelle und den Koordinationslinien des Na^+ (gelb), H_2O (blau), H wurde entfernt – 293K (Daten von Petersen et al. 2002)

Die 293 K Messung wurde wiederum von Peterson et al. (2002) adaptiert und dabei konnten 2291 unique Reflexe für 223 Parameter gewonnen werden, die Parameter sind damit mehr als zehnfach überbestimmt. Daraus konnte ein finaler $R1$ Faktor von 0,0334 und der $wR2$ Wert von 0,085 ermittelt werden. Der Extinktionskoeffizient nach der Verfeinerung betrug 0,007(1).

Der Abstand vom Detektor lag hier bei 28 mm ($dx = 28$) und es wurden 10 Sets mit insgesamt 416 Frames gemessen. Die Belichtungszeit wurde erneut mit 70 Sekunden pro Frame angenommen.

Tabelle 10: Atomkoordinaten für Nabesit bei 293 K (Daten von Petersen et al. 2002) angepasst an Fischer & Baur (2006) und die zugehörigen ADP

| Nabesit 293 K | | | | | | | | | | |
|---------------|-------------|-------------|--------------|------------|-------------|-------------|-------------|--------------|--------------|-------------|
| Atom | x | y | z | U_{eq} | U_{11} | U_{22} | U_{33} | U_{23} | U_{13} | U_{12} |
| Be1 | 0,2423(2) | 0,2622(2) | 0,25678(16) | 0,0084(3) | 0,0104(8) | 0,0078(8) | 0,0070(7) | 0,0003(6) | -0,0025(6) | -0,0009(6) |
| Si21a | 0,29128(4) | 0,14866(4) | 0,03408(4) | 0,00839(8) | 0,00821(16) | 0,00770(16) | 0,00926(17) | -0,00077(14) | 0,00010(12) | 0,00122(13) |
| Si21b | 0,79977(4) | 0,64856(4) | 0,02158(4) | 0,00781(8) | 0,00819(16) | 0,00702(16) | 0,00821(16) | -0,00068(13) | -0,00033(13) | 0,0016(13) |
| Si22a | 0,41607(4) | 0,64522(4) | 0,56419(4) | 0,00750(8) | 0,00767(16) | 0,00662(16) | 0,0082(16) | -0,00026(14) | 0,00143(12) | 0,00092(13) |
| Si22b | 0,89961(4) | 0,13717(4) | 0,55278(4) | 0,00765(8) | 0,00782(16) | 0,00677(16) | 0,00835(16) | -0,00044(13) | 0,00094(13) | 0,00128(13) |
| O11a | 0,32791(13) | 0,17820(13) | 0,16101(11) | 0,0129(2) | 0,0143(5) | 0,0156(5) | 0,0089(5) | -0,0030(4) | -0,0028(4) | 0,0043(4) |
| O11b | 0,82392(15) | 0,65933(13) | 0,15267(10) | 0,0148(2) | 0,0207(6) | 0,0153(5) | 0,0085(5) | -0,0024(4) | -0,0034(4) | 0,0078(4) |
| O12a | 0,38070(13) | 0,65593(13) | 0,69374(10) | 0,0122(2) | 0,0143(5) | 0,0137(5) | 0,0085(4) | 0,0007(4) | 0,0033(4) | 0,0047(4) |
| O12b | 0,84741(13) | 0,13647(13) | 0,67882(10) | 0,0121(2) | 0,0147(5) | 0,0123(5) | 0,0094(4) | 0,0009(4) | 0,0039(4) | 0,0040(4) |
| O21a | 0,75906(15) | 0,49660(11) | 0,48577(12) | 0,0138(2) | 0,0161(5) | 0,0064(4) | 0,0189(6) | 0,0025(4) | 0,0021(5) | 0,0000(4) |
| O21b | 0,62092(17) | 0,00306(12) | -0,01041(12) | 0,0172(3) | 0,0232(7) | 0,0085(5) | 0,0198(6) | 0,0054(5) | -0,0002(5) | 0,0008(4) |
| O22a | 0,06197(13) | 0,17391(15) | 0,55085(13) | 0,0160(2) | 0,0076(5) | 0,0219(6) | 0,0185(6) | -0,0028(5) | 0,0024(4) | -0,0012(4) |
| O22b | 0,57946(13) | 0,67268(14) | 0,54934(12) | 0,0143(2) | 0,0083(4) | 0,0195(6) | 0,0153(5) | -0,0012(5) | 0,0033(4) | 0,0002(4) |
| O31 | 0,16731(13) | 0,24433(13) | 0,99072(10) | 0,0113(2) | 0,0130(5) | 0,0110(5) | 0,0098(5) | -0,0017(4) | -0,0020(4) | 0,0056(4) |
| O32 | 0,68420(13) | 0,75353(12) | 0,97763(10) | 0,0114(2) | 0,0133(5) | 0,0103(5) | 0,0105(5) | -0,0011(4) | -0,0014(4) | 0,0054(4) |
| Na1 | 0,02823(11) | 0,19660(11) | 0,81506(10) | 0,0288(2) | 0,0224(4) | 0,0304(5) | 0,0335(5) | -0,0083(4) | -0,0043(4) | 0,0052(4) |
| Na2 | 0,37372(16) | 0,25369(13) | 0,73922(12) | 0,0447(3) | 0,0554(8) | 0,0330(6) | 0,0456(7) | 0,0029(5) | -0,0111(6) | 0,0044(6) |
| OW1 | 0,2206(2) | 0,07549(18) | 0,76168(14) | 0,0277(4) | 0,0474(10) | 0,0182(7) | 0,0176(6) | -0,0026(5) | -0,0077(7) | 0,0091(7) |
| OW2 | 0,1610(3) | 0,37520(19) | 0,73814(17) | 0,0316(4) | 0,0475(11) | 0,0203(7) | 0,0270(8) | -0,0036(6) | -0,0055(8) | 0,0033(8) |
| OW3 | -0,0588(2) | 0,0208(2) | 0,9493(2) | 0,0379(5) | 0,0354(10) | 0,0387(11) | 0,0396(12) | -0,0047(10) | -0,0076(9) | -0,0034(8) |
| OW4 | 0,4744(2) | 0,4444(2) | 0,8088(2) | 0,0394(5) | 0,0399(11) | 0,0361(11) | 0,0421(11) | 0,0176(9) | -0,0003(9) | 0,0087(9) |
| H1 | 0,249(6) | 0,009(6) | 0,807(4) | 0,065(14) | | | | | | |
| H2 | 0,209(5) | 0,049(5) | 0,689(4) | 0,067(15) | | | | | | |
| H3 | 0,172(5) | 0,442(5) | 0,759(4) | 0,045(12) | | | | | | |
| H4 | 0,095(5) | 0,383(5) | 0,699(4) | 0,059(14) | | | | | | |
| H5 | -0,077(4) | 0,029(4) | 1,022(2) | 0,047(12) | | | | | | |
| H6 | 0,0345(3) | 0,011(6) | 0,959(5) | 0,10(2) | | | | | | |
| H7 | 0,446(6) | 0,527(6) | 0,788(4) | 0,074(16) | | | | | | |
| H8 | 0,554(6) | 0,404(5) | 0,765(5) | 0,075(17) | | | | | | |

6.2.2. Nabesit partiell dehydriert

6.2.2.1. Messung bei 125 K

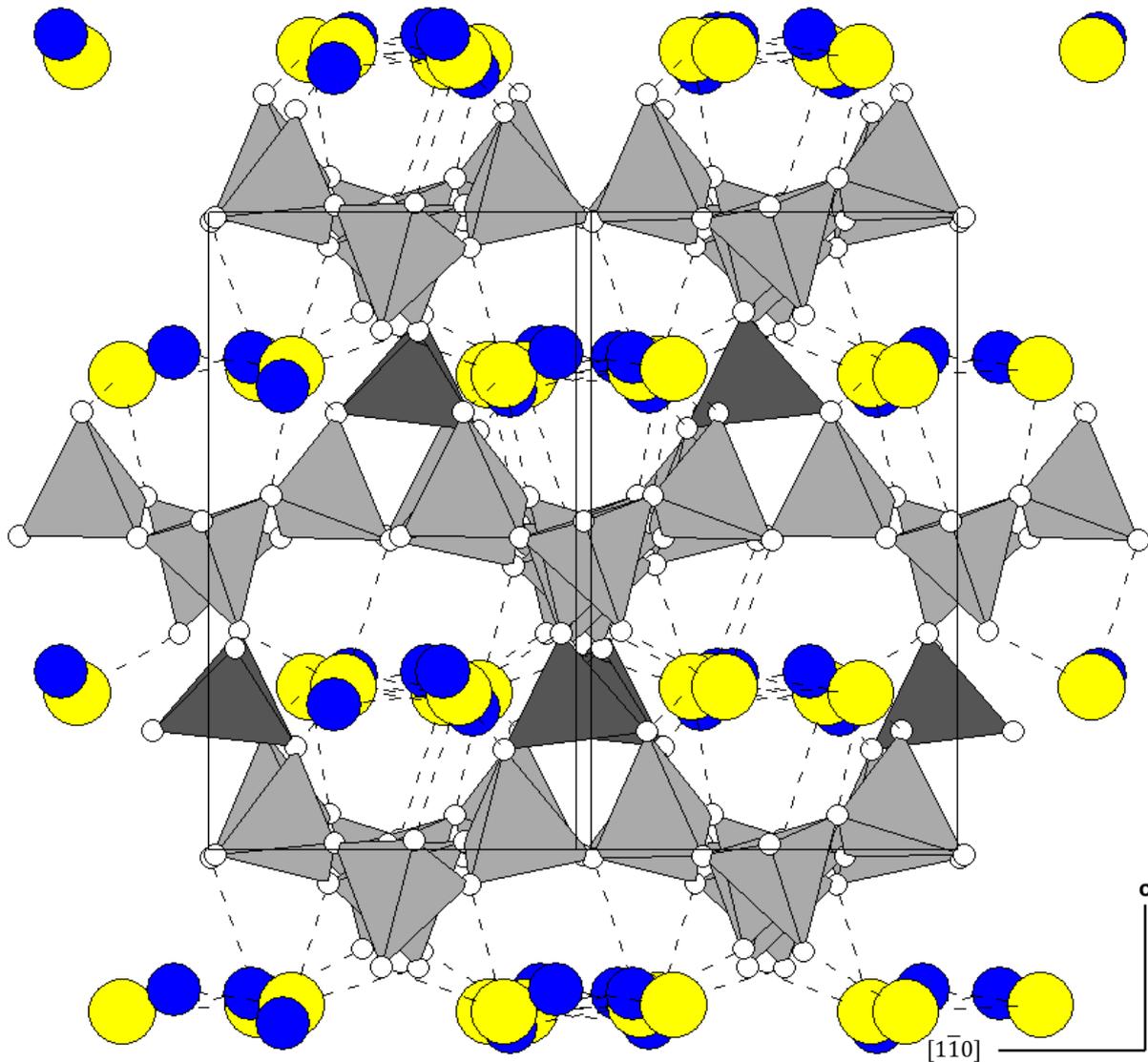


Abbildung 17: Partiell dehydrierter Nabesit [SiO_4] Tetraeder (grau) und [BeO_4] Tetraeder (dunkelgrau) mit Einheitszelle und den Koordinationslinien des Na^+ (gelb), H_2O (blau), H wurde entfernt – 125 K

Bei der 125 K-Messung für den partiell dehydrierten Nabesit wurden 1748 unique Reflexe für 78 Parameter gemessen. Aus diesen ergab sich ein finaler $R1$ Faktor von 0,1114 mit einem $wR2$ von 0,2576. Weiters zeigte die Verfeinerung dass der partiell dehydrierte Nabesit sowohl bei 125 K als auch bei 300 keine Extinktion mehr zeigte. Aufgrund der fortgeschrittenen Zerstörung des Nabesit zu diesem Zeitpunkt konnte auch keine Verfeinerung mit anisotropen ADPs mehr durchgeführt werden.

Gemessen wurde wiederum mit den drei Sets aus Tabelle 7. Diese ergaben, wie bereits bei der 200 K-Messung, 422 Frames, die Belichtungszeit wurde mit 30 Sekunden pro Frame festgelegt.

Tabelle 11: Atomkoordinaten für Nabesit bei 125 K angepasst an Fischer & Baur (2006) und die zugehörigen Displacement Parameter (isotrop verfeinert)

| Nabesit 125 K - partiell dehydriert (isotrop verfeinert) | | | | |
|---|------------|------------|-------------|----------------------------|
| Atom | x | y | z | U_{eq} |
| Be1 | 0,199(2) | 0,2413(18) | 0,250(2) | 0,012(4) |
| Si1/Si22a | 0,1382(4) | 0,3535(4) | 0,0325(4) | 0,0128(12) |
| Si2/Si22b | 0,3466(5) | 0,3550(4) | 0,4416(4) | 0,0126(12) |
| T21a/Si21a | 0,3445(5) | 0,1434(4) | 0,0564(4) | 0,0119(12) |
| Si4/Si21b | 0,1397(5) | 0,1456(4) | 0,4690(4) | 0,0139(12) |
| O1/O12a | 0,1001(11) | 0,3257(10) | 0,1601(9) | 0,015(3) |
| O2/O21b | 0,1856(10) | 0,5078(9) | 0,0116(10) | 0,015(3) |
| O3/O22b | 0,0115(11) | 0,3242(9) | -0,0532(10) | 0,015(3) |
| O4/O31 | 0,2544(10) | 0,2679(10) | -0,0102(11) | 0,018(3) |
| O5/O12b | 0,3001(11) | 0,3567(10) | 0,3181(10) | 0,017(3) |
| O6/O22a | 0,5107(11) | 0,3267(9) | 0,4443(10) | 0,017(3) |
| O7/O32 | 0,2752(9) | 0,2459(8) | 0,5128(9) | 0,005(2) |
| O8/O11a | 0,3021(11) | 0,1431(9) | 0,1898(10) | 0,015(3) |
| O9/O21a | 0,3141(11) | 0,0092(9) | -0,0111(11) | 0,019(3) |
| O10/O11b | 0,1018(11) | 0,1773(10) | 0,3430(9) | 0,016(3) |
| Na1 | 0,0300(6) | 0,2447(6) | 0,7545(6) | 0,0214(16) |
| Na2 | 0,3985(8) | 0,2477(7) | 0,7449(7) | 0,0343(19) |
| OW1 | 0,1973(13) | 0,0989(11) | 0,7832(12) | 0,032(3) |
| OW2 | 0,2173(12) | 0,4019(10) | 0,7287(10) | 0,017(3) |

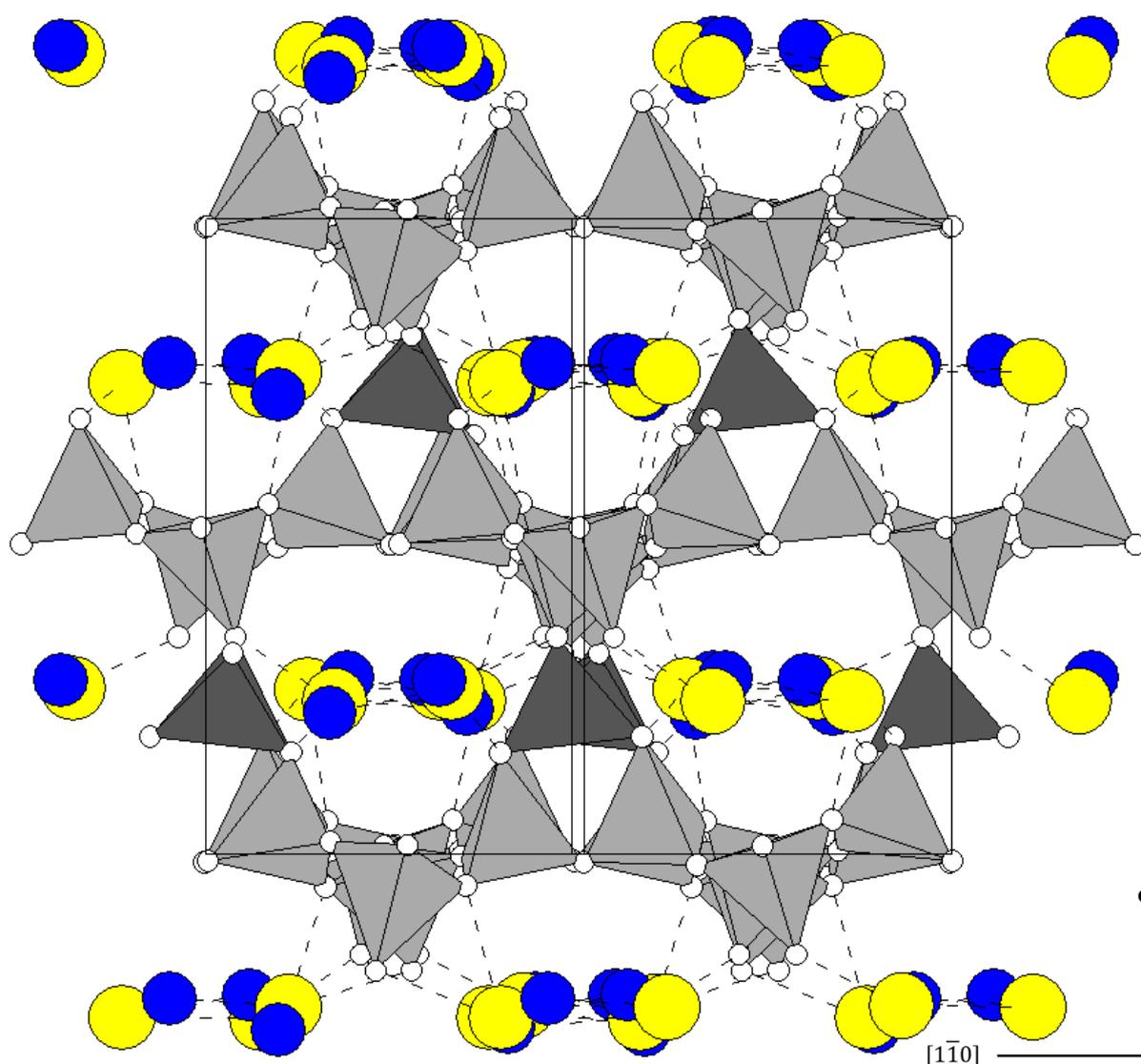
6.2.2.2. Messung bei 300 K

Abbildung 18: Partiiell dehydrierter Nabsit [SiO₄] Tetraeder (grau) und [BeO₄] Tetraeder (dunkelgrau) mit Einheitszelle und den Koordinationslinien des Na⁺ (gelb), H₂O (blau), H wurde entfernt – 300 K (Daten von Petersen et al. 2002)

Bei der 300 K-Messung wurden 2220 unique Reflexe gemessen, aus denen nach der Verfeinerung von 172 Parametern ein *R1* Faktor von 0,1171 und ein *wR2* von 0,394 ermittelt werden konnte.

Es wurden 4 Sets mit gesamt 223 Frames gemessen. Die Belichtungszeit mit 70 Sekunden pro Frame gewählt.

Tabelle 12: Atomkoordinaten für partiell dehydrierten Nabesit bei 300 K (Daten von Petersen et al. 2002) angepasst an Fischer & Baur (2006) und die zugehörigen ADP

Nabesit 300 K - partiell dehydriert

| Atom | x | y | z | U_{eq} | U_{11} | U_{22} | U_{33} | U_{23} | U_{13} | U_{12} |
|-------|------------|-------------|-------------|------------|-----------|-----------|-----------|------------|------------|------------|
| Be1 | 0,205(4) | 0,255(3) | 0,249(3) | 0,031(6) | 0,047(17) | 0,013(12) | 0,033(14) | 0,000(11) | 0,011(14) | 0,005(7) |
| Si21a | 0,3466(7) | 0,1434(7) | 0,0569(5) | 0,0282(15) | 0,026(3) | 0,024(3) | 0,034(3) | 0,001(3) | 0,001(3) | 0,001(3) |
| Si21b | 0,8614(7) | 0,6464(7) | 0,0327(6) | 0,0295(15) | 0,036(4) | 0,025(3) | 0,028(3) | 0,001(3) | -0,007(3) | 0,000(3) |
| Si22a | 0,3612(7) | 0,6463(7) | 0,53244(6) | 0,0297(15) | 0,030(4) | 0,026(3) | 0,034(3) | -0,003(3) | 0,005(3) | 0,002(3) |
| Si22b | 0,8443(7) | 0,1439(7) | 0,5563(5) | 0,0290(15) | 0,034(4) | 0,026(3) | 0,027(3) | 0,002(3) | -0,003(3) | 0,001(3) |
| O11a | 0,305(2) | 0,1458(18) | 0,1841(14) | 0,044(5) | 0,053(12) | 0,040(10) | 0,040(10) | -0,001(8) | 0,001(9) | 0,024(10) |
| O11b | 0,8961(18) | 0,6766(18) | 0,1588(13) | 0,036(4) | 0,035(11) | 0,050(11) | 0,022(8) | 0,003(7) | 0,000(7) | 0,001(9) |
| O12a | 0,395(2) | 0,6752(16) | 0,6589(16) | 0,042(5) | 0,042(11) | 0,027(9) | 0,057(11) | -0,003(8) | -0,006(8) | 0,001(9) |
| O12b | 0,8007(17) | 0,1403(16) | 0,6846(12) | 0,030(4) | 0,033(9) | 0,029(8) | 0,029(8) | 0,001(7) | -0,003(7) | 0,001(9) |
| O21a | 0,6857(19) | 0,5059(16) | 0,4960(13) | 0,039(5) | 0,039(11) | 0,028(10) | 0,051(11) | 0,004(8) | -0,007(8) | 0,014(9) |
| O21b | 0,6859(17) | -0,0075(16) | -0,0182(10) | 0,0303(4) | 0,048(10) | 0,041(9) | 0,002(5) | -0,004(6) | 0,000(6) | 0,021(9) |
| O22a | 0,0115(17) | 0,1752(17) | 0,5504(17) | 0,037(5) | 0,026(9) | 0,031(10) | 0,055(11) | 0,009(9) | 0,004(7) | 0,003(8) |
| O22b | 0,4916(19) | 0,6763(17) | 0,4475(14) | 0,038(5) | 0,052(12) | 0,032(10) | 0,029(9) | 0,007(8) | 0,006(8) | 0,0027(9) |
| O31 | 0,2636(17) | 0,2592(16) | 0,9878(12) | 0,031(4) | 0,046(10) | 0,028(8) | 0,019(7) | -0,002(7) | -0,002(7) | 0,000(9) |
| O32 | 0,7639(16) | 0,2593(16) | 0,4866(12) | 0,029(4) | 0,033(9) | 0,025(9) | 0,029(8) | 0,006(7) | 0,004(6) | 0,010(8) |
| Na1 | 0,0315(12) | 0,2472(12) | 0,7584(9) | 0,048(3) | 0,058(7) | 0,054(7) | 0,033(5) | -0,008(5) | 0,022(5) | -0,015(7) |
| Na2 | 0,4016(14) | 0,2572(15) | 0,7602(12) | 0,070(4) | 0,062(8) | 0,069(8) | 0,079(9) | 0,023(7) | 0,033(7) | 0,005(8) |
| OW1 | 0,204(2) | 0,0994(17) | 0,7727(13) | 0,050(5) | 0,053(12) | 0,025(8) | 0,074(13) | 0,003(9) | -0,026(12) | -0,007(9) |
| OW2 | 0,218(3) | 0,402(2) | 0,7226(16) | 0,067(7) | 0,098(18) | 0,076(15) | 0,026(9) | -0,008(10) | 0,026(12) | -0,014(14) |

7. DISKUSSION

Es fällt auf, dass sich die Werte der ADPs (Abb. 19) und des Extinktionskoeffizienten bei den in dieser Arbeit durchgeführten Messungen merklich von denen von Petersen et al. (2002) unterscheiden. Dies hat damit zu tun, dass der untersuchte Kristall nach der Erstuntersuchung von Petersen et al. (2002) nie seine ursprüngliche Qualität erreicht hat. Wie bereits erwähnt, wurde versucht, neue Proben von Material aus der Mineraliensammlung des NHM Wien zu gewinnen. Da dies allerdings nicht möglich war, musste auf die älteren Nabesitkristalle zurückgegriffen werden, die von 2002 bis 2014 gelagert wurden und eine mikroskopisch nicht erkennbare Form von Alteration aufweisen.

In der nachfolgenden Tabelle 13 werden die Messdaten noch einmal zusammengefasst, um einen besseren Überblick zu erlauben.

Tabelle 13: Messdaten (modifiziert nach Peterson et al. 2002)

| | Nabesit | | | partiell dehydrierter Nabesit | |
|----------------------------|-----------|------------|-----------|-------------------------------|------------|
| | 100 K | 200 K | 293 K | 125 K | 300 K |
| a (Å) | 9,723(1) | 9,737(4) | 9,748(1) | 9,764(5) | 9,700(7) |
| b (Å) | 10,144(1) | 10,140(2) | 10,133(1) | 10,073(3) | 10,028(7) |
| c (Å) | 11,899(1) | 11,932(3) | 11,954(1) | 11,968(4) | 11,977(8) |
| V (Å ³) | 1173,6(2) | 1178,1(10) | 1180,8(2) | 1166,2(13) | 1165,0(14) |
| Extinktionskoeffizient | 0,0003(7) | - | 0,007(1) | 0,0024(4) | - |
| Unique Reflexe | 5484 | 2516 | 5704 | 1748 | 2220 |
| Parameter | 223 | 223 | 223 | 78 | 172 |
| Flack Parameter | 0,09(8) | -0,2(2) | -0,05(8) | -0,1(7) | 0,2(8) |
| $R1$ Faktor | 0,028 | 0,036 | 0,028 | 0,111 | 0,117 |
| $wR2$ | 0,076 | 0,089 | 0,078 | 0,258 | 0,356 |
| Anzahl der Sets | 10 | 3 | 10 | 3 | 4 |
| Anzahl der Frames | 510 | 422 | 416 | 422 | 223 |
| Exposure time [Sek./Frame] | 70 | 30 | 70 | 30 | 55 |

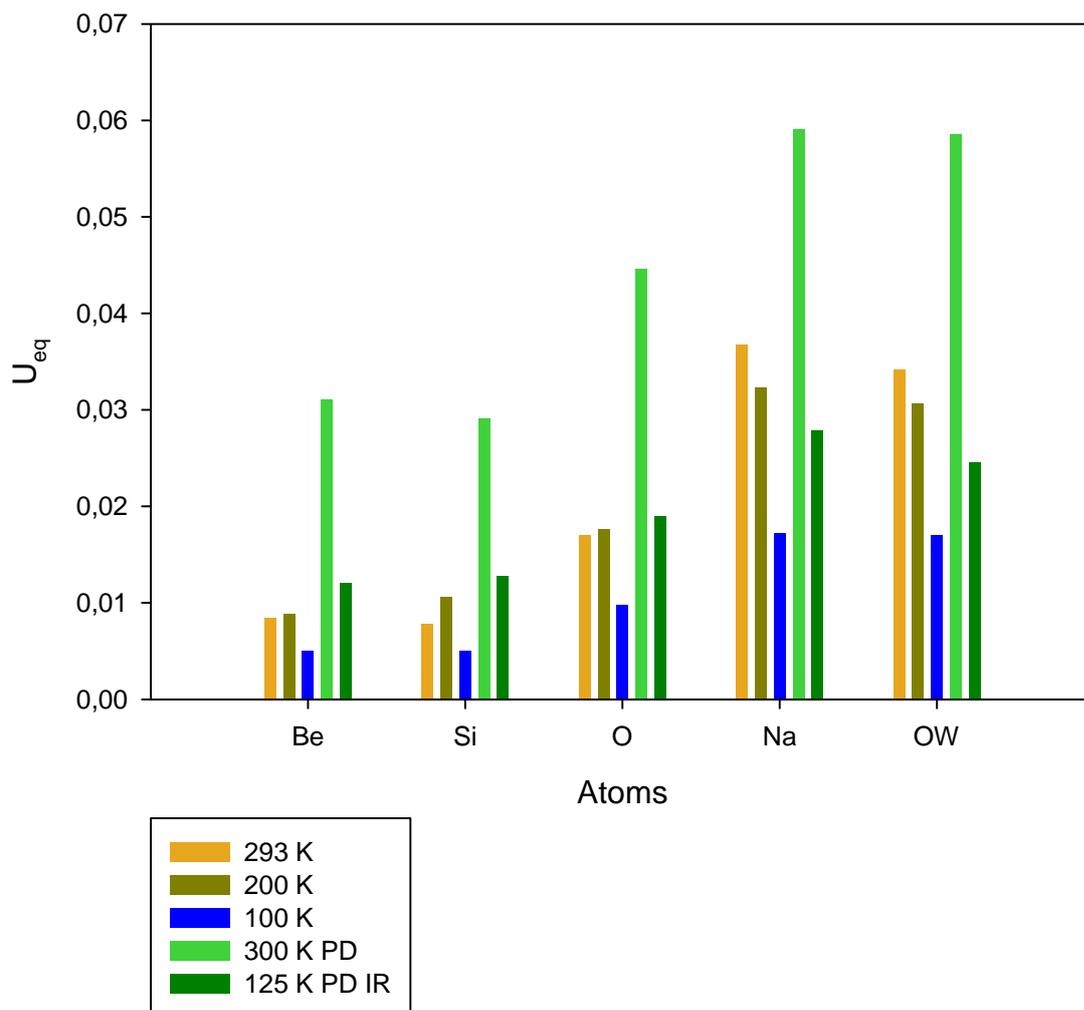


Abbildung 19: ADP der Langzeitmessungen (PD für partiell dehydriert, IR für isotrop verfeinert)

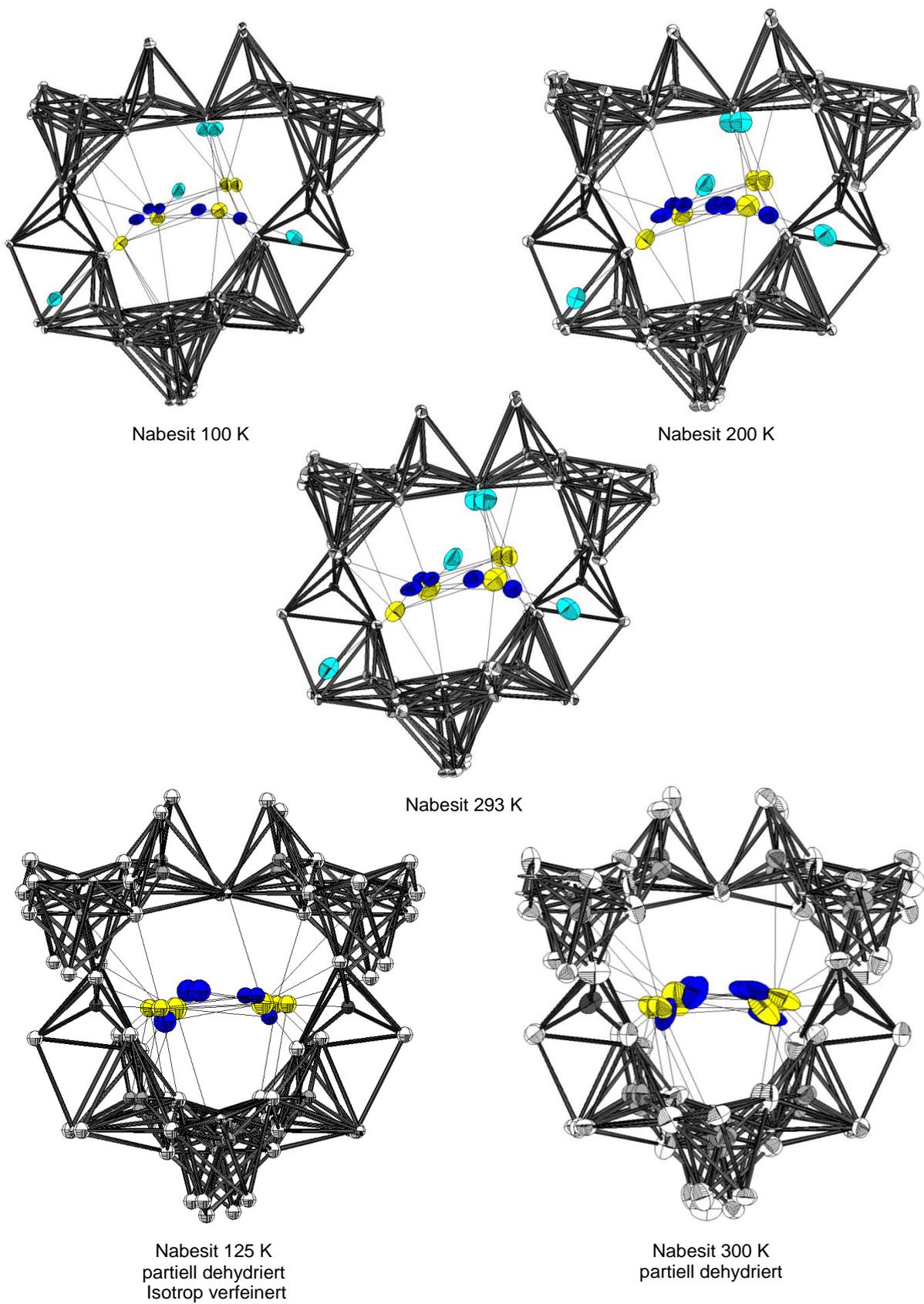


Abbildung 20: ADP der Langzeitmessungen entlang $[1\bar{1}0]$, Na⁺ (gelb), OW1 und OW2 (blau), OW3 und OW4 (hellblau)

Wie in Petersen et al. (2002) bereits angegeben, kommt es bei der partiellen Dehydratation des Nabesits dazu, dass die nur an ein oktaedrisch koordiniertes Na^+ gebundenen H_2O -Moleküle OW3 und OW4 die Kanäle des Nabsits verlassen. Dies führt zu Veränderungen der Struktur und wird durch die Änderungen der Zellparameter am deutlichsten sichtbar. Es kommt zu einer Reduzierung der **b**-Achse, während sich die **c**-Achse verlängert. Während sich der Wert der **b**-Achse bei Petersen et al. (2002) drastisch verändert – von 10,133 Å bei Raumtemperatur auf 10,028 Å bei partiell dehydriertem Nabesit (300 K) – konnte eine derart signifikante Änderung bei den Messungen dieser Arbeit nicht beobachtet werden.

Während dieser Messungen konnte lediglich eine Änderung von 10,133 Å (Nabesit 293 K) auf 10,073 Å (partiell dehydrierter Nabesit bei 125 K) festgestellt werden. Diese Änderung der **b**-Achse wird auch durch die nachfolgenden Kurzzeitmessungen von 310 - 375 K bestätigt. In Tabelle 14 werden die Änderungen der Zellparameter des Nabesits bei Raumtemperatur im Vergleich zum partiell dehydrierten Nabesit beider Arbeiten genauer aufgeführt.

Tabelle 14: Größenunterschiede der Messdaten und Petersen et al. (2002)

| Zellparameter | 293 K | 125 K | Differenz [%] | 293 K | 300 K | Differenz [%] |
|---------------|--------|--------|---------------|------------------------|--------|---------------|
| | | | | Petersen et al. (2002) | | |
| <i>a</i> | 9,748 | 9,674 | -0,76 | 9,748 | 9,700 | -0,49 |
| <i>b</i> | 10,133 | 10,073 | -0,59 | 10,133 | 10,028 | -1,04 |
| <i>c</i> | 11,954 | 11,968 | 0,12 | 11,954 | 11,977 | 0,19 |

In Abbildung 21 werden die Tetraederverknüpfungen des Nabesits und des partiell dehydrierten Nabesits bei den Temperaturen, die für die Langzeitmessungen gewählt wurden, gezeigt. Wie bereits erwähnt, zeigen sich für den Nabesit als auch für den partiell dehydrierten Nabesit nur minimale Veränderungen in der Struktur. Sehr gut zu erkennen ist aber die Neuordnung der Struktur nach der partiellen Dehydratation. Diese Konformation nähert sich (deutlich erkennbar in der unteren Abbildungsreihe) an den Aristotyp des Nabesits an, ist jedoch unmöglich zu erreichen, da der Aristotyp von einer reinen SiO_4 -Tetraeder-Verbindung ausgeht, während im Nabesit SiO_4 - und BeO_4 -Tetraeder das Gerüst aufbauen.

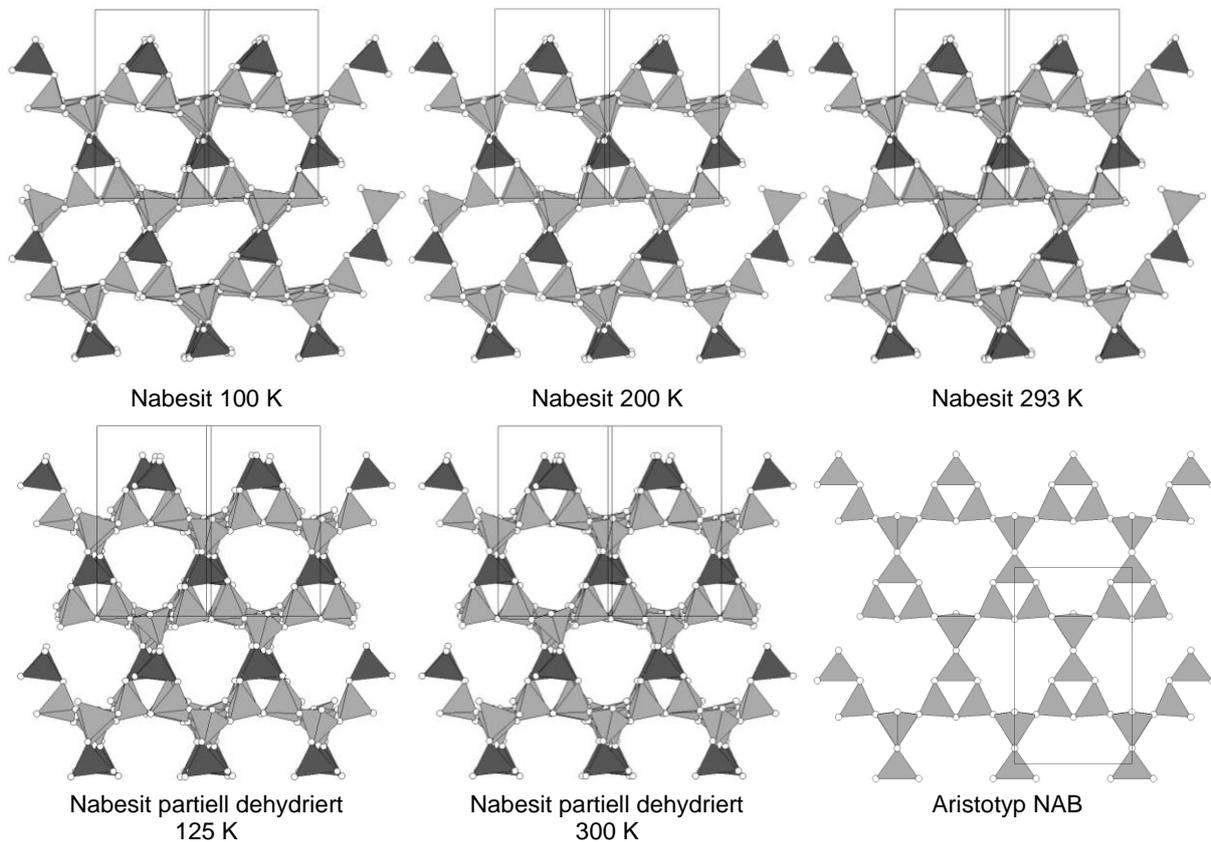


Abbildung 21: Gerüstvergleich des Nabesits, des partiell dehydrierten Nabesits (entlang $[1\bar{1}0]$) und des Aristotyps (entlang $[100]$)

Beim Schritt von Nabesit zum partiell dehydrierten Nabesit kommt es zu einer minimalen Verringerung entlang der **a**-, einer signifikanten Verringerung entlang der **b**-Achse und einer Streckung entlang der **c**-Achse (Petersen et al. 2002) aufgrund des „Aufrichtens“ der Struktur.

In den folgenden Tabellen wird die prozentuelle Änderung der Zellparameter ausgehend von einer Langzeitmessung für den Nabesit bei 293 K aus Petersen et al. (2002) (Tab. 15) und dem partiell dehydrierten Nabesit bei 125 K (Tab. 16) angegeben.

Wie aus diesen Tabellen ersichtlich und bereits bei Petersen et al (2002) angeführt, kommt es bei Nabesit kaum zu einer signifikanten Veränderung der Zellparameter, abgesehen von dem Temperaturbereich von 310 bis 330 K. Diese Veränderung wird dem schnellen Aufheizen des Kristalls und der bevorstehenden partiellen Dehydration zugeschrieben. Auffallend ist die prozentuelle Differenz bei 320 K. Diese wurde vermutlich durch ein technisches Problem während der Messung hervorgerufen, welches aber nicht weiter begründet werden konnte.

Diese minimalen Veränderungen zeigen sich beim partiell dehydrierten Nabesit noch deutlicher. Hier gibt es kaum noch prozentuelle Veränderungen der Zellparameter.

Tabelle 15: Prozentuelle Änderung der Zellparameter ausgehend von 293 K (Petersen et al. 2002), 100 - 330 K

| Nabesit (Raumgruppe $P2_12_12_1$) | | | | |
|---|---|---------|---------|-----------------------|
| Temperatur | Differenz [%] der Zellparameter ausgehend von 293 K | | | |
| | a (Å) | b (Å) | c (Å) | V (Å ³) |
| 100 K | -0,26 | 0,11 | -0,46 | -0,61 |
| 125 K | -0,29 | 0,13 | -0,41 | -0,57 |
| 150 K | -0,23 | 0,12 | -0,34 | -0,46 |
| 175 K | -0,19 | 0,11 | -0,29 | -0,38 |
| 200 K | -0,11 | 0,07 | -0,18 | -0,23 |
| 220 K | -0,08 | 0,09 | -0,17 | -0,16 |
| 240 K | -0,08 | 0,10 | -0,12 | -0,12 |
| 260 K | -0,06 | 0,07 | -0,08 | -0,07 |
| 280 K | -0,08 | 0,06 | -0,02 | -0,04 |
| 290 K | -0,07 | 0,05 | 0,02 | -0,02 |
| 300 K | -0,02 | 0,06 | 0,08 | 0,10 |
| 310 K | -0,14 | -0,16 | 0,03 | -0,28 |
| 320 K | -0,28 | -1,34 | 0,15 | -1,73 |
| 330 K | -0,38 | -0,63 | 0,32 | -0,70 |

Tabelle 16: Prozentuelle Änderung der Zellparameter ausgehend von 125 K, 310 - 375 K

| Nabesit partiell dehydriert (Raumgruppe $P2_12_12_1$) | | | | |
|---|---|---------|---------|-----------------------|
| Temperatur | Differenz [%] der Zellparameter ausgehend von 125 K | | | |
| | a (Å) | b (Å) | c (Å) | V (Å ³) |
| 310 K | 0,23 | 0,00 | 0,18 | 0,40 |
| 320 K | 0,29 | -0,01 | 0,20 | 0,48 |
| 330 K | 0,33 | -0,02 | 0,18 | 0,49 |
| 340 K | 0,34 | -0,01 | 0,20 | 0,54 |
| 350 K | 0,36 | -0,03 | 0,19 | 0,53 |
| 360 K | 0,25 | -0,01 | 0,11 | 0,35 |
| 370 K | 0,31 | -0,02 | 0,13 | 0,41 |
| 375 K | 0,19 | -0,07 | 0,12 | 0,24 |

Ebenfalls ändern sich die Bindungswinkel an den Sauerstoffen zwischen den SiO₄- und BeO₄-Tetraedern über den gemessenen Temperaturbereich nur minimal (Tab. 17 & Abb. 22). Allerdings ist der Unterschied der Winkel zwischen der hydrierten und der partiell dehydrierten Variante des Nabesits besonders für die T-O-T Winkel an den Atomen O21a,

O21b, O22a und O22b signifikant. Die Änderungen an diesen Winkeln sind dafür verantwortlich, dass sich die Struktur im partiell dehydrierten Zustand „aufrichtet“ und so ein annähernd trigonal-symmetrischer 9-er Ring aus dem verzerrten Ring des hydrierten Nabesits entlang $[\bar{1}10]$ entsteht.

Tabelle 17: Strukturänderung anhand der Winkel an O11a - O32 [°]

| O | 293 K | 200 K | 100 K | PD 300 K | PD 125 K |
|------------------|------------------------|----------|------------------------|------------------------|----------|
| | Petersen et al. (2002) | | Petersen et al. (2002) | Petersen et al. (2002) | |
| Si21a-O11a-Be1 | 130,22(11) | 130,2(3) | 130,32(12) | 127,7(15) | 128,3(8) |
| Si21b-O11b-Be1 | 129,65(11) | 129,6(3) | 129,58(12) | 126,8(16) | 127,8(8) |
| Si22a-O12a-Be1 | 129,80(11) | 129,3(3) | 129,11(12) | 126,4(16) | 125,8(8) |
| Si22b-O12b-Be1 | 129,88(11) | 130,0(3) | 129,60(12) | 128,0(15) | 125,8(8) |
| Si21a-O21a-Si21b | 141,30(10) | 141,0(2) | 140,55(10) | 151,0(13) | 145,1(6) |
| Si22a-O21b-Si22b | 159,66(12) | 159,3(3) | 158,76(11) | 142,4(10) | 146,3(6) |
| Si21b-O22a-Si22b | 141,26(10) | 141,2(2) | 141,37(10) | 138,0(14) | 138,5(6) |
| Si21a-O22b-Si22a | 143,18(10) | 142,7(2) | 142,11(10) | 137,0(12) | 134,3(6) |
| Si21a-O31-Si22a | 127,03(8) | 126,7(2) | 126,53(9) | 127,8(10) | 129,2(6) |
| Si21b-O32-Si22b | 127,22(8) | 127,3(2) | 127,06(9) | 126,5(10) | 125,9(5) |

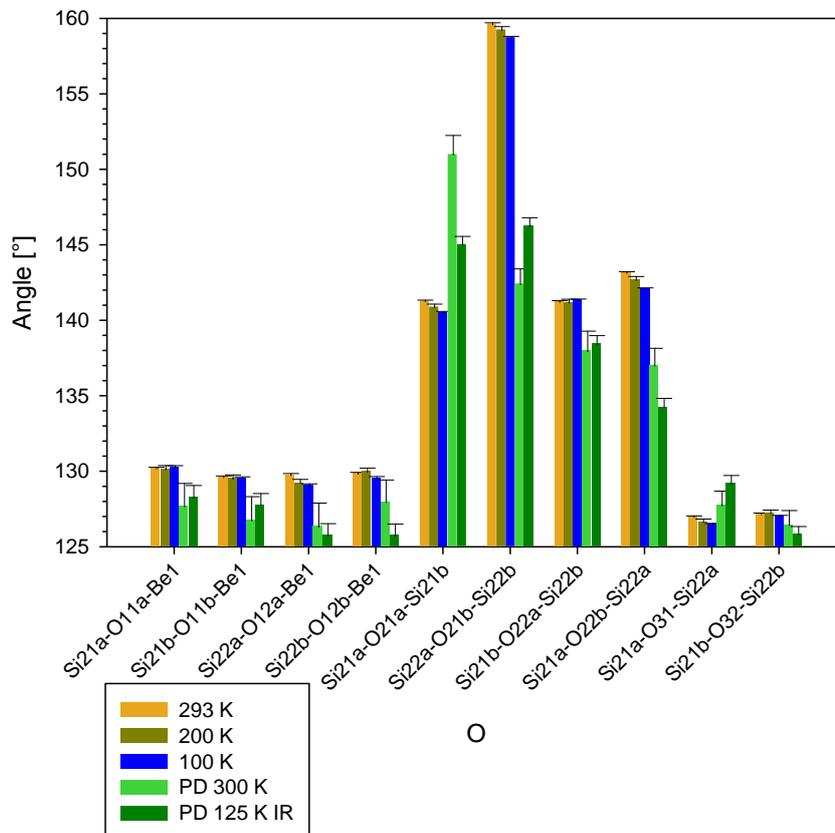


Abbildung 22: Strukturänderung anhand der T-O-T Winkel an O11a - O32

Da die Langzeitmessung bei 375 K aufgrund der Kristallinstabilität fehlschlug, konnte diese Struktur nicht verfeinert bzw. dargestellt werden. Dies lässt den Schluss zu, dass eine vollständige Dehydratation des Nabesits nicht möglich ist, konnte aber aufgrund der vorliegenden Probenmenge nicht ausreichend geprüft werden.

8. DANKSAGUNG

Der Autor bedankt sich bei Christian L. Lengauer, Universität Wien, für die Unterstützung und Betreuung dieser Arbeit. Weiterer Dank gilt Uwe Kolitsch, Universität Wien und Naturhistorisches Museum (NHM) Wien, für die Hilfe bei der Probenauswahl und nützliche Vorschläge im Umgang mit dem ENRAF NONIUS Einkristalldiffraktometer und Franz Brandstätter, Direktor der Mineralogisch-Petrographischen Abteilung des NHM Wien, für die Zurverfügungstellung des Probenmaterials aus der Sammlung des NHM Wien. Ebenfalls bedankt sich der Autor bei Gerald Giester für die Zurverfügungstellung der bereits aufbereiteten Einkristalle und bei Wolfgang Prosche, ohne dessen Hilfe die Non-ambient Messungen nicht möglich gewesen wären.

Großer Dank gilt meinen Eltern, Walter und Waltraud Feimuth, für Verständnis und emotionale sowie finanzielle Unterstützung, sowie der übrigen Familie und Freunden.

9. QUELLENVERZEICHNIS

Literatur:

- BAERLOCHER, CH., MCCUSKER, L.B., OLSON, D.H. (2007): Atlas of Zeolite Structures (6th ed.). Elsevier, Amsterdam, Niederlande, 404 Seiten.
- BAILEY, J.C. (1995): Cryptorhythmic and macrorhythmic layering in aegirine lujavrite, Ilímaussaq alkaline complex, South Greenland. Bulletin of the Geological Society of Denmark **42**, 1-16.
- BAILEY, J.C., GWOZDZ, R., ROSE-HANSEN, J., SORENSEN, H. (2001): Geochemical overview of the Ilímaussaq alkaline complex, South Greenland. In: Sorensen, H. (ed.): The Ilímaussaq alkaline complex, South Greenland: status of mineralogical research with new results. Geology of Greenland Survey Bulletin **190**, 35-53.
- BLAXLAND, A.B., VAN BREEMEN, O., STEENFELT, A. (1976): Age and origin of agpaitic magmatism at Ilímaussaq, south Greenland: Rb-Sr study. Lithos **9**, 31-38.
- CHADWICK, B., GARDE, A.A. (1996): Palaeoproterozoic oblique plate convergence in South Greenland: A reappraisal of the Ketilidian Orogen. In: Brewer, T.S. (ed.): Precambrian crustal evolution in the North American region. Geological Society Special Publication (London) **112**, 179–196.
- DOWNTY, E. (2006): ATOMS 6.3.1, a Computer Program for Displaying Atomic Structures. Kingsport, Tennessee.
- FISCHER, R.X., BAUR, W.H. (2006): Microporous and other Framework Materials with Zeolithe-Type Structures, Landolt-Börnstein, Vol. **14**, Subvol. **D**, Springer, 264-270.
- FINDIT (2014): Version 1.9.4, a programm providing scientific information on inorganic crystal structures, Fachinformationszentrum Karlsruhe, Germany and U.S. Department of Commerce on behalf of the United States, USA.
- GRICE., J.D. (2010): The role of beryllium in beryllsilicate mineral structures and zeolite formation. The Canadian Mineralogist **48**, 1493-1518.
- MASSA, W. (2011): Kristallstrukturbestimmung (7. Auflage). Springer Vieweg & Teubner, Wiesbaden, Deutschland. 103-105, 269 Seiten.
- PASLICK, C.R., HALLIDAY, A.N., DAVIES, G.R., METZNER, K., UPTON, B.G.J. (1993): Timing of the Proterozoic magmatism in the Gardar Province, southern Greenland. Geological Society of America Bulletin **105**, 272-278.
- PETERSON, O.V., GIESTER, G., BRANDSTÄTTER, F., NIEDERMAYR, G. (2002): Nabesite, $\text{Na}_2\text{BeSi}_4\text{O}_{10}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$, A new mineral species from the Ilímaussaq alkaline complex, South Greenland. The Canadian Mineralogist **40**, 173-181.

SHELDRICK, G.M. (2013): SHELX-2013, a program for the Solution of Crystal Structures and Crystal Structure Refinement. Univ. Göttingen, Göttingen, Germany.

SIGMAPLOT (2008): SigmaPlot 11.0, Build 11.2.0.5, Scientific Data Analysis and Graphing Software, Systat Software, Inc., San Jose, USA.

SORENSEN, H. (2001): Brief introduction to the geology of the Ilímaussaq alkaline complex, South Greenland, and its exploration history. In: Sorensen, H. (ed.): The Ilímaussaq alkaline complex, South Greenland: status of mineralogical research with new results. Geology of Greenland Survey Bulletin **190**, 7-23.

Onlinequellen:

www.mindat.org/min-11439.html

www.iza-online.org/natural/Datasheets/Nabesite/nabesite.htm

izasc.ethz.ch/fmi/xsl/IZA-SC/ftc_fw.xsl?-db=Atlas_main&-lay=fw&-max=25&STC=NAB&-find

10. ABBILDUNGSVERZEICHNIS

Abbildung 1:

BAILEY, J.C., GWOZDZ, R., ROSE-HANSEN, J., SORENSEN, H. (2001): Geochemical overview of the Ilímaussaq alkaline complex, South Greenland. In: Sorensen, H. (ed.): The Ilímaussaq alkaline complex, South Greenland: status of mineralogical research with new results. Geology of Greenland Survey Bulletin **190**, 35-53.

Abbildung 2:

BAILEY, J.C., GWOZDZ, R., ROSE-HANSEN, J., SORENSEN, H. (2001): Geochemical overview of the Ilímaussaq alkaline complex, South Greenland. In: Sorensen, H. (ed.): The Ilímaussaq alkaline complex, South Greenland: status of mineralogical research with new results. Geology of Greenland Survey Bulletin **190**, 35-53.

Abbildung 3:

GRICE, J.D. (2010): The role of beryllium in beryllsilicate mineral structures and zeolite formation. The Canadian Mineralogist **48**, 1493-1518.

Abbildung 4:

GRICE, J.D. (2010): The role of beryllium in beryllsilicate mineral structures and zeolite formation. The Canadian Mineralogist **48**, 1493-1518.

Abbildung 5:

GRICE, J.D. (2010): The role of beryllium in beryllsilicate mineral structures and zeolite formation. The Canadian Mineralogist **48**, 1493-1518.

Abbildung 6:

GRICE, J.D. (2010): The role of beryllium in beryllsilicate mineral structures and zeolite formation. The Canadian Mineralogist **48**, 1493-1518.

Abbildung 7:

www.iza-online.org/natural/Datasheets/Nabesite/nabesite.htm

Abbildung 9:

PETERSON, O.V., GIESTER, G., BRANDSTÄTTER, F., NIEDERMAYR, G. (2002): Nabesite, $\text{Na}_2\text{BeSi}_4\text{O}_{10}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$, A new mineral species from the Ilímaussaq alkaline complex, South Greenland. The Canadian Mineralogist **40**, 173-181.

Abbildung 10:

MASSA, W. (2011): Kristallstrukturbestimmung (7. Auflage). Springer Vieweg & Teubner, Wiesbaden, Deutschland. 103-105, 269 Seiten.

11. ANHANG

Zusammenfassung und Aufgabenstellung

Ziel der Arbeit ist es, das Verhalten des Gerüsts und der Kanalfüllungen des Nabesits, $\text{Na}_2[\text{BeSi}_4\text{O}_{10}]\cdot 4\text{H}_2\text{O}$, bei verschiedenen Temperaturen zu untersuchen. Der gemessene Temperaturbereich dieser Arbeit beläuft sich auf 125 - 330 K für Nabesit und 310 - 375 K für einen partiell dehydrierten Nabesit. Der analysierte Kristall ist derselbe, der bereits in der Erstbeschreibung untersucht wurde. Dieser zeigte jedoch aufgrund von bereits durchgeführter Dehydration und Rehydratation nicht mehr seine ursprüngliche Qualität. Durch die Erhöhung der Temperatur auf 330 K kommt es zu einer partiellen Dehydratation des Nabesit, wodurch die an nur ein bioktaedrisch koordiniertes Na gebundenen, kanalfüllenden H_2O -Moleküle aus der Struktur ausgetrieben werden. Dies bewirkt eine Strukturänderung des partiell dehydrierten Nabesits, die als „Aufrichten“ der Struktur bezeichnet werden kann. Dies führt zu einer geringen Verringerung der **a**-, einer signifikanten Verringerung der **b**- und einer Zunahme der **c**-Achse. Aufgrund dessen kommt es zur Annäherung an die Symmetrie des Aristotyps mit Raumgruppe $\bar{I}4m2$. Diese kann jedoch nicht erreicht werden, da die Topologie des Aristotyps mit SiO_4 -Tetraedern dargestellt wird, während das heteroatomare Gerüst des Nabesit aus SiO_4 - und BeO_4 -Tetraedern aufgebaut ist. Es wurde festgestellt, dass mit dem verwendeten Probenmaterial keine Möglichkeit besteht eine vollständige Dehydrierung von Nabesit zu erreichen, da der Kristall dabei seinen kristallinen Aufbau verliert.

Abstract

The aim of this work is to observe the behavior of the framework and the channel occupiers of Nabesite $\text{Na}_2[\text{BeSi}_4\text{O}_{10}]\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ under different temperatures. The measured temperature range for Nabesite is from 125 to 330 K and the temperature range for partial dehydrated Nabesite is from 310 to 375 K. The analyzed crystal is the same, as the crystal used in the paper inspiring this work. The crystal does not show the original quality which points out in the measurements of this work due to former de- and rehydration. The increase of the temperature to 330 K leads to a partial dehydration, where H_2O molecules only linked to one biocahedrally coordinated Sodium atom are released from the structure. This leads to structural re-arrangement, the **a**-axis decreases slightly, the **b**-axis decreases significantly and the **c**-axis increases. Because of this fact, there is an approximation to the symmetry of the aristotype (space group $\bar{I}4m2$), but reaching the symmetry of the aristotype is not possible, as the structural symmetry of it is based the use of SiO_4 -tetrahedrons only, while Nabesite hosts SiO_4 - and BeO_4 -tetrahedra. Furthermore based on the small amount of unaltered Nabesite available, there was no possibility to force the release of all channel occupying H_2O molecules due to structural disintegration.

LEBENS LAUF

Persönliche Daten

Name: Michael Walter Feimuth
Titel: Bachelor of Science (BSc)

Schul Ausbildung

09/1990 - 07/1994: Volksschule 3 Wolfsberg
09/1994 – 06/2002: Stiftsgymnasium St. Paul (Abschluss Matura)

Studium

10/2003 - 06/2004: FH Joanneum Graz
Studium für Fahrzeugtechnik/Automotive Engineering
10/2004 - 06/2010: Montanuniversität Leoben
Bachelorstudium Angewandte Geowissenschaften
10/2010 - 09/2011: Universität Wien
Bachelorstudium Erdwissenschaften (Abschluss BSc)
Seit 10/2011: Universität Wien
Masterstudium Erdwissenschaften
Thema der Masterarbeit:
Non-ambiente Untersuchungen an Nabesit

Weitere Qualifikationen

Sprachkenntnisse: Deutsch (Muttersprache), Englisch (Maturaniveau)
EDV-Kenntnisse: AutoCad, MS Office, Windows, Linux, iOS
Zusatzqualifikationen: Mitglied des Verbands der Sprengbefugten Österreichs