© Biodiversity Heritage Library, http://www.biodiversitylibrary.org/; www.zobodat.at

Aufbereitungsmethoden in der Mikropaläontologie

Von Werner Wick, Celle.

Das Thema „Aufbereitungsmethoden" ist schon so oft Gegenstand von Abhandlungen gewesen, daß man die Frage aufwerfen mag, ob es berechtigt ist, nochmals darüber zu berichten. Insbesondere konnte nach der ausführlichen Darstellung Wichers[1]) dies Thema als abgeschlossen gelten, aber es ist auch gerade Wicher, der sowohl hier wie in einer früher veröffentlichten Abhandlung[2]) mit dem größten Nachdruck darauf hinweist, welch hoher Wert der Frage der Aufbereitung in der Mikropaläontologie zukommt.

Angesichts der Tatsache, daß bei der steigenden Bedeutung der mikropaläontologischen Analyse die Frage der Aufbereitung mit eines der Hauptprobleme der Mikropaläontologie darstellt, wurden im Paläontologischen Laboratorium der Deutschen Vacuum Oel A. G. in Hamburg in jahrelanger Arbeit umfassende Untersuchungsreihen an Bohrkernen angesetzt; systematisch wurden alle Aufbereitungsarten, die bisher bekanntgeworden waren, auf ihren Wert und ihre Anwendbarkeit für die Mikropaläontologie geprüft in der Hoffnung, die Struktur des Gesteinsgefüges zu erforschen und aus dieser Kenntnis heraus einen Weg zu einer guten und schnellen Aufbereitung zu finden. Dabei war bei „gut" an eine Aufbereitung gedacht, die die Gesteine nicht auf mechanischem Wege zerkleinerte, sondern sie unter äußerster Schonung ihres Mikrofossilgehaltes ihrem Gefüge nach zerlegte und unter „schnell" wurde an eine zeitliche Begrenzung gedacht, die im praktischen Bohrbetrieb ohne nennenswerte zeitliche oder finanzielle Beeinträchtigung tragbar war; als besonders günstig mußte ein Aufbereitungsverfahren angesehen werden, das nicht laboratoriumsmäßig-ortsgebunden war, sondern unter Umständen die Möglichkeit gab, an der Bohrstelle oder im Gelände selbst ein schnelles und sicheres Bestimmen der fraglichen Gesteinsschichten zu ermöglichen.

Selbstverständlich gibt es eine große Zahl von lockeren Sanden, sandigen oder fetten, weichen und knetbaren Tonen, für die es kein Schlämmproblem gibt und die durch Kochen in Wasser, evtl. unter Zusatz von Soda leicht aufgelöst und geschlämmt werden können[3]). Davon ist hier nicht die Rede, sondern grundsätzlich nur von schwerer aufbereitbaren Kernproben.

---

[1]) Wicher, C. A.: Praktikum der angewandten Mikropaläontologie, Berlin 1942.

[2]) Wicher, C. A.: Die Aufbereitungsmethoden in der Mikropaläontologie. — Zeitschr. f. praktische Geologie **44**, 1936, S. 174 ff.

[3]) Hecht, Fr.: Arbeitsweisen der Mikropaläontologie. — Senckenbergiana. **15**. 346—362. 1933.

© Biodiversity Heritage Library, http://www.biodiversitylibrary.org/; www.zobodat.at

Die Mehrzahl aller Aufbereitungsverfahren, die mir während meiner Versuche bekanntgeworden sind, beruhen auf mechaniseh-zerstörenden Methoden, worauf ich bereits 1941 hingewiesen habe.[4]) Unter diesen Verfahren ist an erster Stelle das von Franke beschriebene[5]) [6]) und von Wicher für den Großbetrieb in seiner Anwendungsweise vervollkommnete Kristallisationsverfahren mit Glaubersalz zu nennen. Wie die Durchsicht des Kapitels „Disintegration of rock samples" bei Glaessner[7]) zeigt, ist dieses Verfahren auch in der amerikanischen Erdölindustrie in Anwendung. In diese Gruppe der Gesteinssprengung gehört auch die Behandlung mit Ammoniumnitrat, bei der durch Erwärmen eine Volumenvergrößerung erreicht und letzten Endes das Gestein mechanisch zersetzt wird, das aber nach meinen Erfahrungen noch weniger tiefgreifend wirkt als das Glaubersalzverfahren. Ebenso beruht auch das von Hanna beschriebene Verfahren der mechanischen Zerstörung der Gesteinsproben zwischen sich drehenden Gummiwalzen sowie das Zermahlen in Gesteinsmühlen auf dem gleichen Prinzip.

Ohne Zweifel vermögen diese Verfahren, insbesondere das Wicher'sche Kristallisationsverfahren, bei allen weniger schwer aufbereitbaren Proben gute Dienste zu leisten; das Entscheidende ist jedoch, daß bei einer größeren Anzahl von schwerer aufzubereitenden Gesteinsproben, die ich mit Hilfe des Glaubersalzverfahrens aufbereitete, die Zerkleinerung des Materials zunächst wohl gute Fortschritte machte, sich aber dann, nachdem eine bestimmte Korngröße erreicht war, totlief und ein ± großer Rest unaufbereiteten Materials nachblieb, der auch durch längere Aufschließung nicht mehr gefördert werden konnte. Hier galt es einzusetzen und nach einem Weg zu suchen, der eine Aufschließung des Gesteins auf anderer Grundlage ermöglichte. Frühzeitig wurde erkannt, daß das Problem der Löslichkeit von Tonsteinen eine Frage der Wasseraufnahme ist, die letzten Endes auf die Öffnung der Gesteinsporen für Wasser zurückzuführen ist. Unter dieser Annahme konnte die Erscheinung der mangelhaften oder unvollständigen Löslichkeit von Tonsteinen durch das Glaubersalzverfahren so erklärt werden, daß in diesen Fällen die wenigen oder winzig kleinen Gesteinsporen das flüssige Glaubersalz nicht mehr eindringen ließen. Die Kristallbildung erfolgt nicht aus dem Innern des Gesteins, sondern nur von der Oberfläche her, und der Aufbereitung werden infolge des kohäsiven Zusammenhaltes der kleinsten Gesteinspartikelchen unüberwindliche Schwierigkeiten entgegengestellt.

Es galt also, die Gesteinsporen zu öffnen bzw. leicht durchgängige Stoffe zu finden, die in die feinsten Porenkanäle eindringen und die

---

[4]) Wick, W.: Ein neues Schlämmverfahren für mikropaläontologische Untersuchungen. — „Öl und Kohle", 1942, S. 1215.

[5]) Franke, A.: Mikrofossilien, ihre Gewinnung und Aufbewahrung. — „Aus der Heimat" **42**, S. 357—365. Stuttgart 1928.

[6]) Franke, A.: Sammeln, Präparieren und Aufbewahren von Mikrofossilien. — Senckenbergiana **17**, S. 124, Frankfurt/M. 1935.

[7]) Glaessner, M. F.: Principles of Micropalaeontologie. — Melbourne and London 1945.

© Biodiversity Heritage Library, http://www.biodiversitylibrary.org/; www.zobodat.at

gesamte Gesteinsmenge lösen konnten, um zu vermeiden, daß infolge einseitiger Lösung des Materials ein einseitiges Faunenbild entstand. In konsequenter Fortführung dieses Gedankenganges wurden Versuche angesetzt, die die Sättigung der Gesteinsporen mit leichteren als Wasserdampfgasen zur Grundlage hatten. Nach langwierigen Versuchsreihen führten sie zu dem Ergebnis, daß eine Sättigung bzw. Öffnung der Poren am zweckmäßigsten durch Benzindämpfe eines Schwerbenzins mit einem Siedebereich von 160°—200° C zu erreichen war. Entscheidend war dabei, daß die Proben zuvor zerkleinert und vollkommen getrocknet wurden, da sonst die Wirkung nur oberflächlich ansetzte und der Kern des Gesteins nicht miterfaßt wurde. Die in dieser Art und Weise vorbehandelten Proben waren bei einer anschließenden Behandlung mit kochendem Wasser in der Lage, Wasser aufzunehmen und in die Poren eindringen zu lassen. Der Zerfall war vollkommen und ging weit über das Maß einer mit Glaubersalz behandelten Probe hinaus. Im einzelnen wurde dieses Verfahren, das drei bis vier Stunden in Anspruch nimmt, in „Öl und Kohle" beschrieben[4]). Es löste das Schlämmproblem insofern, als eine restlose Aufbereitung schwer löslicher Gesteine erzielt wurde, erfüllte aber noch nicht die zweite Forderung der Schnelligkeit und Ortsunabhängigkeit.

Bei dem Erfolg der Auflösung der Proben durch Benzindämpfe glaubte ich zunächst, daß außer physikalischen auch noch chemische Reaktionen eine Rolle spielten, durch weitere fortgesetzte Versuche ergab sich jedoch einwandfrei, daß es sich ausschließlich um rein physikalische Vorgänge handelte. Für die Klärung dieser Frage war folgender Versuch entscheidend: Es wurden einige Proben in ein Vacuum gebracht unter der Annahme, daß im luftleeren Raum mehr und kleinere Poren dem Zutritt des Wassers zugänglich gemacht werden könnten als unter normalen Umständen. Die Annahme wurde durch die Versuche gerechtfertigt. Tone zeigten nach der Behandlung einen annähernd vollständigen Zerfall wie nach Behandlung mit Benzindämpfen, gegenüber der Behandlung mit Glaubersalz zeigte sich eine höhere und vollständigere Löslichkeit bei großem Zeitgewinn.

Nachdem der Prozeß der Löslichkeit von Gesteinsproben als physikalischer Vorgang erkannt war, wurde versucht, die dabei wirksamen Kräfte zu steigern und speziell die Frage der Löslichkeit besonders harter Gesteine in Angriff zu nehmen, die bisher allen Versuchen hartnäckigen Widerstand entgegengesetzt hatten. Hierher gehören einmal gewisse harte Kalke des norddeutschen Quadraten-Senon und des Cenoman, die zwar unter dem Binokular deutliche Poren zeigen, aber trotzdem nicht aufbereitbar sind, ferner sämtlicher Schiefer, die infolge ihrer starken Diagenese offenbar einen verminderten Porenraum besitzen. An diesen beiden Gesteinsgruppen zeigte sich besonders deutlich die oben beschriebene Erscheinung des ersten guten Angreifens von Glaubersalzlösung in Verbindung mit einem späteren Versagen. Auf der Suche nach einer Aufbereitungsart für diese beiden besonders hartnäckigen Gesteinsarten wurden an wichtigen Versuchen folgende vorgenommen:

© Biodiversity Heritage Library, http://www.biodiversitylibrary.org/; www.zobodat.at

a) Nachdem Versuche mit dem Benzinkochverfahren nur unvollständige Ergebnisse gebracht hatten, wurden, ausgehend von der Idee, daß dieses Verfahren, sozusagen in verstärkter Form angewandt, bessere Ergebnisse erzielen könnte, einige Probeserien im Autoklaven in Benzin oder Öl gekocht in der Hoffnung, daß in die feinsten verschlossenen Gesteinsporen Benzin unter hohen Drücken und dauernd gesteigerten Temperaturen eingepreßt werden könnte. Bei der Nachbehandlung mit kochendem Wasser zeigte sich jedoch die Ergebnislosigkeit der Behandlung; vermutlich verschließen die hohen Drücke eher die Poren als daß die Dämpfe eingepreßt werden. Es besteht aber auch die Möglichkeit, daß bei den Kalken zwar Poren vorhanden sind, diese aber unter sich kein zusammenhängendes System aufweisen und daher die Wirkung keine vollkommene ist und daß die Schiefer infolge der einseitigen Diagenese ein ausgewalztes, ebenfalls untereinander zusammenhangloses Porensystem aufweisen.

b) Harte Kalke können durch einseitige Hitzebehandlung eine vollkommene Löslichkeit erhalten, wie durch den Prozeß des Brennens im Hochofen bewiesen wird. Ein gebrannter Kalk löst sich bekanntlich in Wasser unter Wärmeerzeugung vollständig auf, doch zeigten derartige Kalke nach dem Schlämmen keinerlei Mikrofossilien mehr. Analog diesem Vorgang habe ich nun harten Kalksteinen geringere Wärmemengen in der Glut eines normalen Ofens zugefügt und die Gesteine öfter zwischendurch in kaltem Wasser abgeschreckt. Es zeigte sich in der Tat ein allmählicher Zerfall des sonst nicht schlämmfähigen Gesteins, es scheint aber, daß die Fossilgemeinschaft reduziert und die einzelnen Formen angegriffen werden, so daß dieser Weg als nicht gangbar aufgegeben wurde.

c) Nach einem sehr harten Winter beobachtete ich auf einer Bohrung, daß ein harter Kalkstein, der großer Kälte und allen Verwitterungseinflüssen ausgesetzt gewesen war, in seinem Gefüge eine große Zahl feinster Spalten und Haarrisse aufwies. Das gesamte Gestein zerfiel in warmem Wasser restlos zu Kalkschlamm und konnte mühelos geschlämmt werden. Ich habe daraufhin Gesteinsproben, die zuvor feuchtigkeitsgesättigt wurden, einer abwechselnden Kälte- und Wärmebehandlung ausgesetzt (— 30° bis + 60°). Leider wurden die erfolgversprechenden Versuche vor Beendigung durch Bombeneinwirkung zerstört, und es fehlte mir später an einer Kälteeinrichtung, um die Versuche fortzusetzen. Es scheint jedoch, daß in dieser Methode eine Möglichkeit gegeben ist, bei sehr hartem Material eine tiefgreifende Zerstörung des Gesteinsmaterials zu erreichen, wenn sie auch für die Praxis infolge der langen Zeiten, die erforderlich sind, nur von bedingtem Wert sind.

d) Man kann oft beobachten, daß Kerne, die in Kernkisten frei und ungeschützt in der Natur gestanden haben und den verschiedensten Witterungseinflüssen wie Regen, Sonne, Hitze usw. ausgesetzt gewesen sind, einen vollständigen Zerfall zeigen und für den Schlämmprozeß in der vorteilhaftesten Weise vorbereitet sind. Analog diesem Prozeß habe ich versucht, den gleichen Vorgang laboratoriumsmäßig unter entsprechender Beschleunigung durchzuführen. Die Proben wurden leicht

© Biodiversity Heritage Library, http://www.biodiversitylibrary.org/; www.zobodat.at

angepreßt, mit Wasser übergossen und bei gelinder Hitze — nicht über 70° — im Bratofen getrocknet und nach vollständiger Trocknung erneut mit Wasser gesättigt. Dieser Vorgang, öfter wiederholt, führte bei Tonen und Tonsteinen zu vollem Erfolg. Auf diese Weise ist es uns gelungen, härteste Tonsteine aufzubereiten. Zweckmäßigerweise schließt sich nach erfolgter weitgehender Zersetzung und Aufspaltung ein weiterer Lösungsprozeß mit H_2O_2 (s. u.) an. Eine zu große Beschleunigung des Prozesses durch Zufuhr von großen Wärmemengen ist nicht angebracht, da durch zu große Hitze die Kalkschalen der Mikrofossilien leicht springen und nur durch allmähliche, dem natürlichen Prozeß nahekommende Auflockerung des Gesteines die Öffnung der feinsten Poren vorteilhaft begünstigt wird. Selbst wenn der Prozeß längere Zeit — ca. acht Tage bei sehr harten Proben — in Anspruch nimmt, so ist es in diesem Falle noch ein Erfolg, da die Aufbereitung der Probe auf keine andere Art möglich ist.

Nach mancherlei anderen und größtenteils keinen Erfolg bringenden Versuchen wurde schließlich aber doch noch ein Weg gefunden, der zu befriedigenden Ergebnissen führte. Hierbei wurde nicht nur eine vollständige Lösung des gesamten Gesteinsmaterials erreicht, sondern auch eine schnelle Aufbereitung erzielt, die keinerlei umständliche Laboratoriumseinrichtung erforderte. Diese Methode beruht auf einer Behandlung der Proben mit 10—15%igem Wasserstoffsuperoxyd.

Der Vorgang im einzelnen ist folgender: Nach Säuberung der Proben von anhaftendem Bohrmantel oder anderen Verunreinigungen werden die Kernstücke auf etwa 1 cm^3 zerkleinert. Wie beim Benzinkochverfahren ist auch hier die Zerkleinerung der Probe von entscheidender und grundlegender Bedeutung, da sowohl Benzin wie auch H_2O_2 keine größere Tiefenwirkung besitzen und bei größeren Stücken nur ein dünner Gesteinsmantel in Lösung geht. Anschließend werden die Proben mit 15%igem H_2O_2 übergossen, ohne daß ein vorheriges Trocknen und Wiedererkalten der Proben wie beim Benzinverfahren notwendig wäre. In 10—15 Minuten entwickeln die Proben aus sich selbst soviel Wärme, daß die gesamte Masse zum Sieden kommt; will man den Prozeß noch mehr beschleunigen, kann man das gesamte Gut auf dem Ofen erwärmen. Dabei kommt es zu einer sehr lebhaften Abgabe eines weißlichen Dampfes, der sich als sauerstoffreicher Wasserdampf herausgestellt hat. Ist dieser Siedeprozeß beendet, ist das Gestein völlig gelöst und kann nach reichlichem Wasserzusatz ohne Mühe geschlämmt werden. Zu erwähnen ist noch, daß außer der völligen Lösung des gesamten Gesteinsgutes auch die Zähigkeit bzw. Klebrigkeit völlig genommen ist, so daß sich selbst bei leicht aufbereitbaren, aber sehr fetten und klebrigen Tonen dieses Verfahren gut bewährt hat.

Wie schon vorher bemerkt wurde, ist es nicht anders denkbar, als daß die feinsten Poren des Gesteines, die normalerweise mit Luft oder Wasser erfüllt sind und diese Stoffe freiwillig nicht abgeben wollen, durch das Kochen in Benzin mit Benzin bzw. durch den H_2O_2-Prozeß mit Sauerstoff angefüllt werden. Diese Stoffe werden in den Poren festgehalten und bei dem anschließenden Kochen in Wasser entweichen sie explosiv aus dem

© Biodiversity Heritage Library, http://www.biodiversitylibrary.org/; www.zobodat.at

Gestein und geben allen Gesteinsteilen die Möglichkeit, Wasser aufzunehmen, zu quellen und sich dadurch zu zersetzen. Dies ergibt sich aus folgender Beobachtung: Der Siedevorgang mit gleichzeitiger O-Abspaltung erfolgt bei den verschiedenen Tonen verschieden. Bei manchen, die eine besonders gute und vollständige Eindringtiefe zeigen, erfolgt der Vorgang allmählich in relativer Ruhe, der Zerfall ist vollkommen. Andere, besonders Schiefertone, zeigen eine sehr lebhafte Reaktion, die Wirkung in diesen Fällen auf das Gestein ist trotzdem gering. Ich nehme an, daß in diesen Fällen der Prozeß der explosiven Wirkung nur an der Oberfläche erfolgt, während eine eigentliche Tiefenwirkung ausbleibt; man kann hier aber durch mehrmalige Wiederholung des Prozesses zum Ziel kommen und sozusagen stufenweise eine Tiefenwirkung erzielen.

Aus der Literatur habe ich keinerlei Anregung zu der Anwendung von H_2O_2 zur Gesteinsaufbereitung erhalten. Erst nach Abschluß meiner Untersuchungen erhielt ich Kenntnis von der Arbeit von Paul[8]) als einzigen Hinweis auf die Verwendbarkeit von H_2O_2 für die Methodik der Mikropaläontologie. Wenn Paul schreibt: „... jedoch wurde die stürmisch verlaufende Oxydation von konzentriertem Wasserstoffperoxyd (H_2O_2) mit Erfolg dazu benutzt, um aus schon geschlämmten Proben mit vielen Mergelrückständen diese zu beseitigen", so konnte ich in persönlicher Rücksprache mit Herrn Paul feststellen, daß er H_2O_2 tatsächlich lediglich für das Nachspülen von Rückständen benutzt hat, die Anwendung auf ungeschlämmtes Material hingegen neu ist.

Sowohl das Benzinkochverfahren wie auch das Verfahren mit H_2O_2 sind in der deutschen Erdölindustrie mit Erfolg in Anwendung, insbesondere die H_2O_2-Methode wird seit Sommer 1943 allgemein verwandt und hat sich auf das vorteilhafteste bewährt. Obwohl H_2O_2 wie eine leichte Säure wirkt, konnte eine schädigende Wirkung auf den Fossilinhalt einer Probe nicht beobachtet werden. Zur Kontrolle wurden ausgelesene Foraminiferen in 30%igem H_2O_2 unter dauerndem Zusatz von H_2O_2 gekocht; eine völlige Auflösung der Formen wurde erst nach 36 Stunden beobachtet, d. h. daß die kurzandauernde Wirkung von ca. 10 Minuten ohne schädigenden Einfluß ist. Gewisse Verfärbungen einiger Proben oder starke Oxydation von Pyritanhäufungen sind Dinge, an die sich das Auge schnell gewöhnt.

Mit dem H_2O_2-Verfahren wurde eine Methode gefunden, die den gewünschten Erfordernissen entsprach. Die Aufbereitung einer Probe dauert ca. eine halbe Stunde, d. h. daß die Forderung auf eine schnelle Aufbereitung erfüllt ist. Das Gesteinsmaterial wird restlos aufbereitet, wodurch eine Garantie für gute und umfassende Darstellung des Fossilinhaltes einer Probe gegeben ist. Infolge der guten Aufbereitung mußte die Reichweite mancher Fossilien in vertikaler Erstreckung erweitert werden oder es gelang, Lücken auszufüllen und manche schwebende Frage der Phylogenie und Ontogenese in ein anderes Licht zu setzen.

[8]) Paul, Bernt.: Gliederung und Foraminiferenfauna des Rheintaltertiärs bei Bruchsal. — Mitteilungen der Badischen Geologischen Landesanstalt, Bd. 12, Heft 1, Freiburg/Brsg. 1938.

© Biodiversity Heritage Library, http://www.biodiversitylibrary.org/; www.zobodat.at

Für die Praxis ergab sich aus der leichteren Handlichkeit und Beweglichkeit, Entscheidungen über geologische oder technische Fragen bei Bohrungen und Schürfbohrprogrammen an Ort und Stelle zu treffen und Zeit und finanzielle Aufwendungen zu sparen. Offen bleibt die Frage der Aufbereitung stark geschieferter Tonsteine oder sehr harter Kalksteine mit fehlendem oder unzusammenhängendem Porenraum; nach meinen Erfahrungen scheint hier eine Grenze erreicht zu sein, die nicht überschritten werden kann.

Zusammenfassung.

Es wird über die verschiedenen Aufbereitungsverfahren in der Mikropaläontologie berichtet. Neu beschrieben wird eine Methode der Gesteinsaufbereitung durch Perhydrol, das handelsübliche sog. konzentrierte Wasserstoffsuperoxyd. Entscheidend für diese Art ist neben großer Schnelligkeit die völlige Auflösung des Gesteines durch innere physikalische Wirkung.

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: Jahresbericht der Naturhistorischen Gesellschaft zu Hannover

Jahr/Year: 1942-1947

Band/Volume: 94-98

Autor(en)/Author(s): Wick Werner

Artikel/Article: Aufbereitungsmethoden in der Mikropaläontologie 35-41