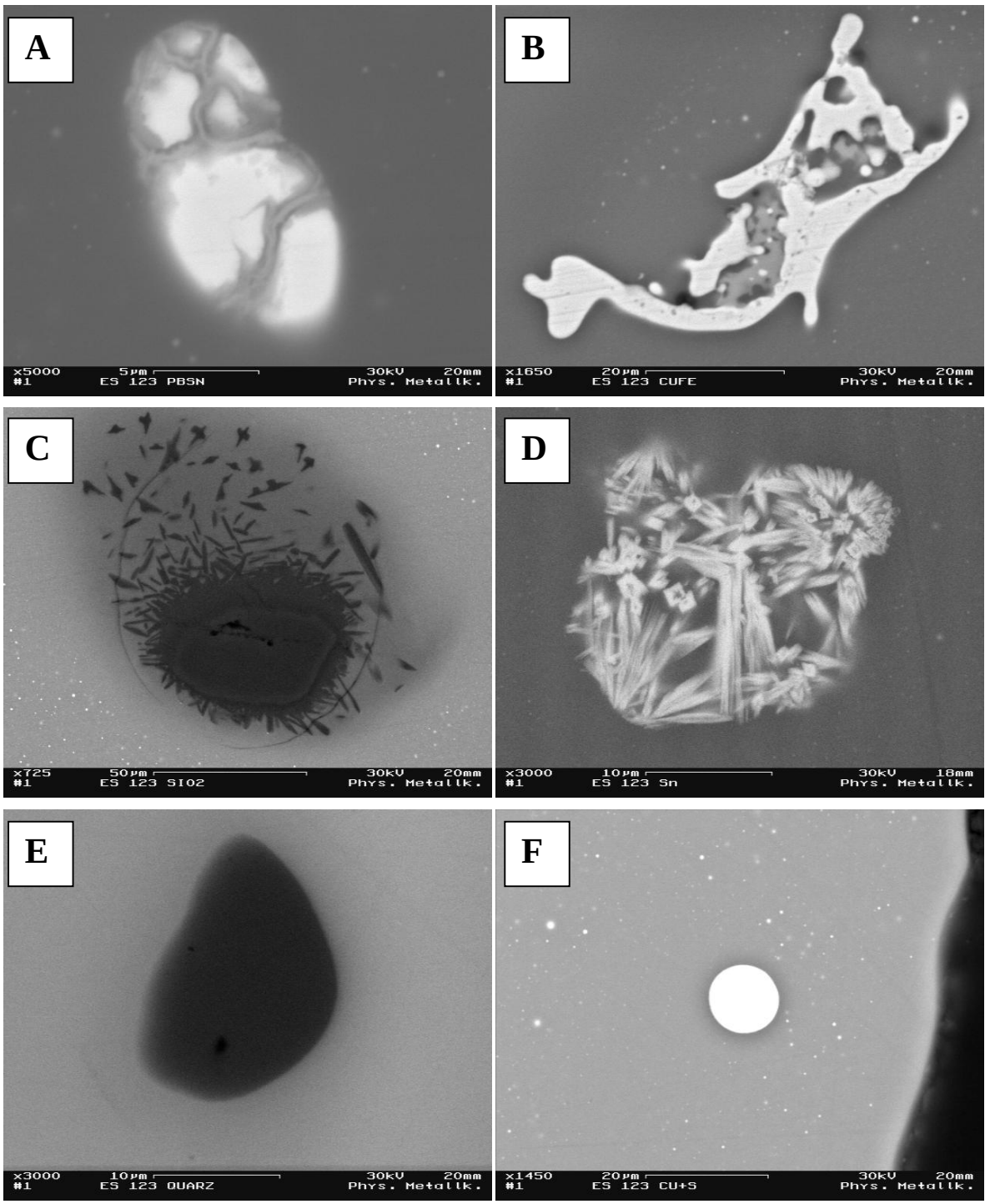

Abb. 5.3.25: REM-Aufnahmen von Einschlüssen in einer braun gefärbten Perle [BSE-Bilder, 30 kV, 48 µA]

A) PbO (hell) mit SnO_2-Adern (hellgrau)

B) Elementares Cu (hell) um eine Eisenoxidphase (hellgrau)

C) Um reliktisches Quarzkorn (ca. 50 µm groß, im Kern des Aggregates erkennbar) kristallisierte SiO_2-Nadeln

D) SnO_2-Nadeln (hell)

E) Reliktisches Quarzkorn (schwarz)

F) Rundes Kupfersulfidpartikel (weiß)

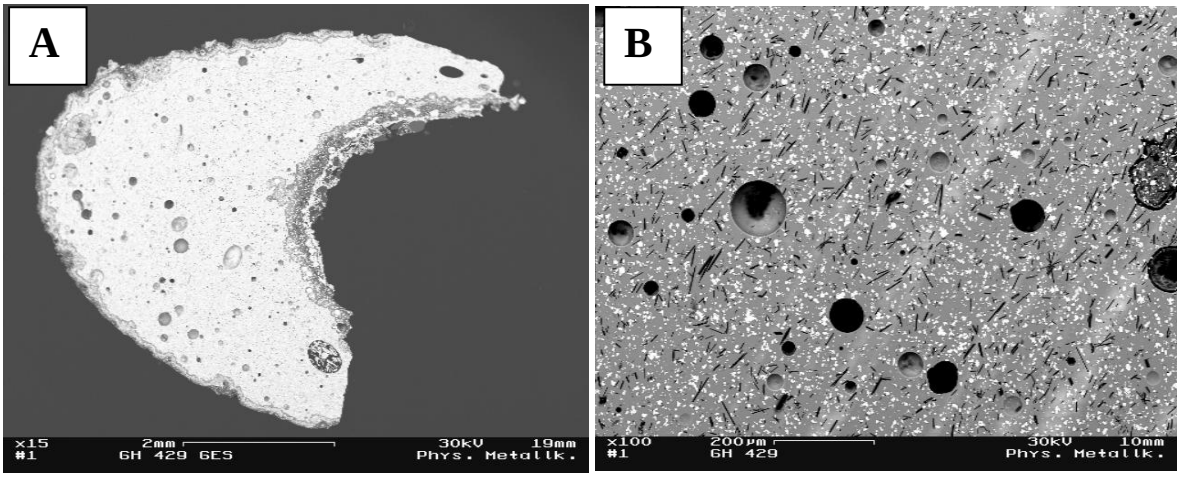

Abb. 5.3.26: REM-Aufnahmen vom Querschliff der gelb gefärbten Perle GH 429/1 [BSE-Bilder, 30 kV, 48 µA]
A) Überblick
B) $PbSnO_3$-Pigmentpartikel (weiß) und Calciumsilikatnadeln (schwarz) in der Glasmatrix (grau)

In einigen Bereichen des Glases kam es während der Abkühlung der Glasschmelze neben der Kristallisation von Calciumsilikat auch zur Kristallisation eines Bleisilikates (siehe Abb. 5.3.27A-C). Weiterhin konnte eingeschlossenes Eisenoxidaggregat (vermutlich Eisenhammerschlag von den Werkzeugen) nachgewiesen werden (siehe Abb. 5.3.27D).

In Abb. 5.3.27E/F ist ein Teil der Perle abgebildet, der den Bereich des Fadenloches zeigt. Im von der Verwitterung betroffenen Bereich sind auffällig runde Einschlüsse erkennbar. Neben Bleioxid enthalten sie auch Calciumoxid. In den dunkler erscheinenden Bereichen der runden Einschlüsse (siehe Abb. 5.3.27F) ist entsprechend die CaO-Konzentration im Vergleich zur PbO-Konzentration erhöht.

In Abb. 5.3.28 sind das BSE-Bild und verschiedene Elementverteilungsbilder des Fadenlochbereiches dargestellt. Am linken Rand ist die intakte Glasmatrix der Perle zu sehen. Es folgt eine dunkler erscheinende Zone (ca. 200 – 250 µm stark). Hier ist Na vollständig ausgelaugt worden, während sich die Al-Konzentration scheinbar erhöht hat. Die ermittelten Pb- und Si-Intensitäten sind in diesem Bereich reduziert. Am Übergang dieses Bereiches zum intakten Glas ist eine Anreicherung von Phosphor zu erkennen, der aus der Boden-Umgebung der Perle stammt (siehe Abschnitt 1.2.2). Rechts von der Verwitterungsschicht erkennt man einen P- und Ca-reichen Bereich mit einer Stärke von ca. 150 – 200 µm, an dessen Grenze sich eine sehr Fe- und Na-reiche Schicht befindet. Das Vorkommen von Na in dieser Zone konnte

bislang nicht erklärt werden. Vor allem am Elementverteilungsbild des Zinns ist zu erkennen, dass dieser Bereich ursprünglich nicht zur Perle gehörte, da in diesem Bereich kein Zinn nachzuweisen ist. Der Bereich rechts von der Eisenschicht ist demnach als Verunreinigung des Fadenloches zu verstehen, wie auch die Quarzkörner und hohen Intensitäten an Al, Ca, und P zeigen. Offensichtlich konnte durch die Verwitterung das Blei mobil werden und in diesen Bereich gelangen.

Die Eisenschicht wird als Folge der Wicklung des heißen Glases um einen Eisenstab interpretiert (siehe auch Abschnitt 5.3.4.2). Besonders das stark PbO-haltige Glas hat zur Reaktion mit dem Eisenstab geführt, so dass fast in jeder gelb gefärbten Perle eine schwarze Schicht im Fadenloch erkennbar ist. Es ist davon auszugehen, dass eine Redoxreaktion zwischen dem Eisenstab und dem Bleioxid in der Glasschmelze stattfand und elementares Blei in Form der oben beschriebenen runden bleireichen Inseln gebildet wurde, das anschließend aufgrund der Verwitterung wiederum oxidierte.

In Abb. 5.3.29A-D sind verschiedene Aggregate des $PbSnO_3$-Pigmentes dargestellt, die im Querschliff der Probe GH 386/1 nachgewiesen werden konnten. In Abb. 5.3.29A ist ein „zerbrochenes“ $PbSnO_3$-Partikel mit einem SnO_2-Kern und eingeschlossenem freien PbO abgebildet. Die Risse des Partikels sind mit Glasschmelze ausgefüllt. Dieses Gefüge schließt ein Wachstum in der Schmelze aus. In Abb. 5.3.29B ist ein idiomorpher $PbSnO_3$-Kristall dargestellt. Er enthält ebenfalls dunklere SnO_2-reiche Einschlüsse. Seine Morphologie deutet auf eine Entstehung in der Glasschmelze hin. Auf ein Wachstum in der Glasschmelze deutet ebenfalls das Gefüge und die Feinkörnigkeit (≈ 1-2 µm) der auf freiem SnO_2 gewachsenen $PbSnO_3$-Kristalle hin, die ebenfalls teilweise eine idiomorphe Struktur aufweisen (siehe Abb. 5.3.29C/D).

Die Ergebnisse der Perle aus Schleitheim (SH 1) sind im Zusammenhang mit dem Tiegel im Abschnitt 5.3.5.3 ausführlich beschrieben. Der einzig signifikante Unterschied zu den beiden bisher untersuchten Perlen ist, dass in der Perle SH 1 kein Calciumsilikat in der Glasmatrix auskristallisiert ist. Die Konzentration an CaO ist in der Perle SH 1 mit 2,4 ± 0,1 Gew.% auch deutlich geringer, wie der Vergleich der Ergebnisse der quantitativen Messungen zeigt (GH 429: 4,3 ± 1,3 Gew.% CaO, siehe Tab. 5.3.1 und Tab. 5.3.21).

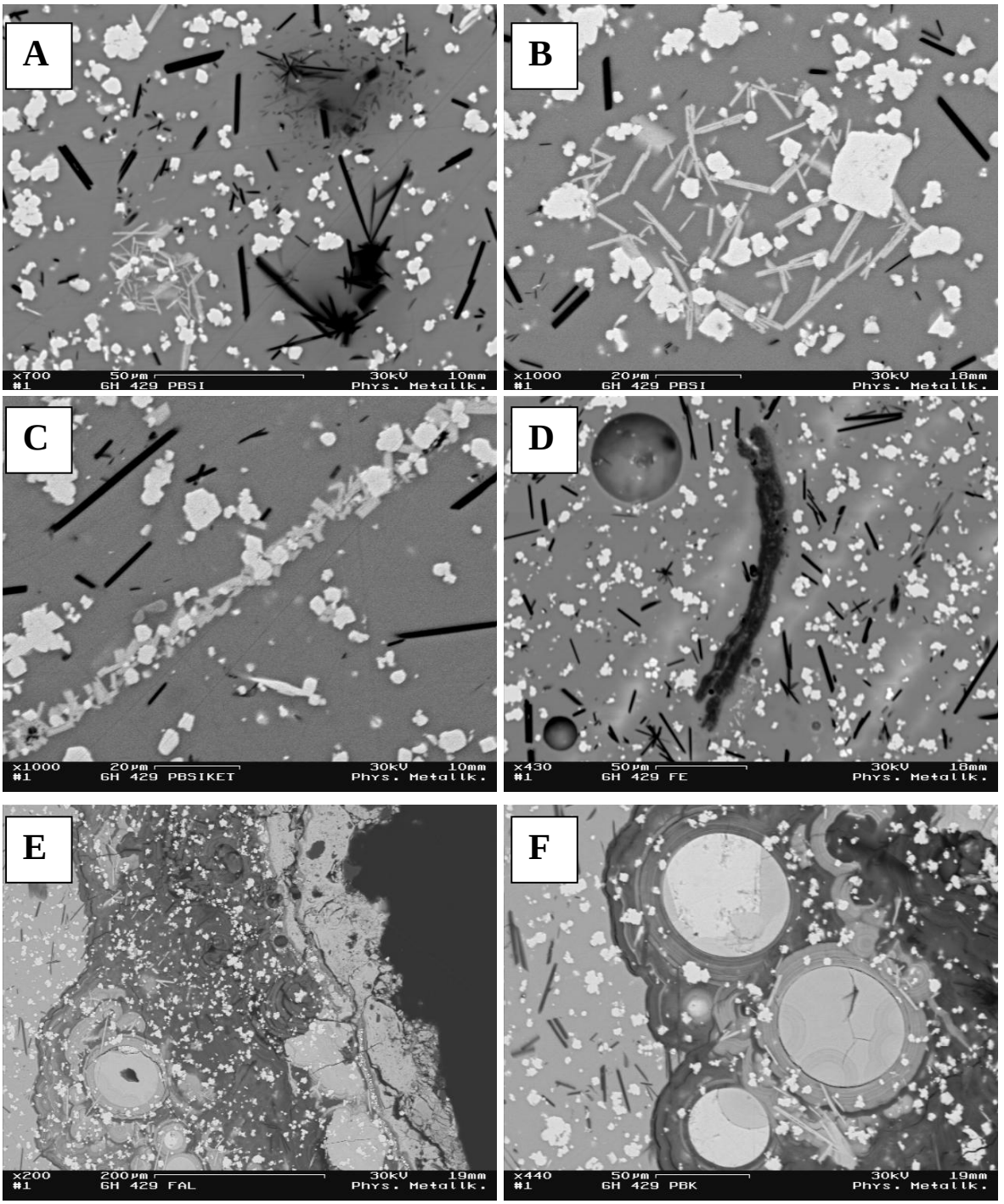

Abb. 5.3.27: REM-Aufnahmen vom Querschliff der gelb gefärbten Perle GH 429/1 [BSE-Bilder, 30 kV, 48 µA]

A) Bleisilikatnadeln (hellgrau) und Calciumsilikatnadeln (schwarz) in der Glasmatrix (dunkel)

B) Detailaufnahme der Bleisilikatnadeln (hellgrau) neben $PbSnO_3$-Würfeln

C) Kette aus Bleisilikatkristallen (hellgrau)

D) Einschluss einer Eisenoxidphase (ca. 150 µm lang, schwarz)

E) Bereich des Fadenloches

F) Detailaufnahme des verwitterten Fadenlochbereiches