5 Defokussierte Dunkelfeldabbildung: Ergebnisse

In diesem Kapitel werden Orientierungsbeziehungen, wie sie im Gefüge mikrokristalliner Quarzvarietäten vorliegen und die sich daraus ergebenden Besonderheiten mit Hilfe der DDF-Methode untersucht und diskutiert. Zu Beginn dieser Arbeit lagen wenig praktische Erfahrungen zu den Grenzen und Möglichkeiten dieser Methode vor. Daher wurden einige Parameter, die bestimmend für die Methode sind, untersucht. Eine entscheidende Einflussgröße sind z. B. die „richtigen“ bzw. die geeigneten Defokuswerte für die jeweilige Aufnahme. Dies wird anhand einiger Beispiele in den folgenden Kapiteln diskutiert.

Ein Teil der Untersuchungen bezieht sich auf das Gefüge des Probenmaterials. Um das Orientierungsverhalten im Gefüge über eine größere Strecke beurteilen zu können, wurden z. B. mehrere Stereobildpaare entlang einer Faser aufgenommen. Unter anderem wurde die Lage der Faserachse im Gefüge relativ zur Kippachse im Elektronenmikroskop geändert. Die Kippachse wird im folgenden als α-Kippachse bezeichnet. In den hier durchgeführten Experimenten wurde ein Einfachkipphalter verwendet. Es wurde beobachtet, wie sich die Helligkeit verhält, wenn die Probe im Dunkelfeldmodus mit einem ausgewählten Ringsegment um die α-Kippachse gekippt wird. .Je nachdem, ob die Kippachse des Mikroskops senkrecht oder parallel zu den Fasern lag, konnte ein unterschiedliches Verhalten festgestellt werden. Im Beugungsbild wurden an der gleichen Probenstelle systematisch unterschiedlich gelegene Ringsegmente des gleichen Pulverringes zur DDF-Abbildung verwendet. Außerdem wurden Aufnahmen mit Ringsegmenten aus verschiedenen Pulverringen gemacht

Ein Problem der DDF-Methode liegt in der Visualisierung der erhaltenen Stereobilder. Die in dieser Arbeit gezeigten Aufnahmen stellen jeweils Stereobildpaare dar und ergeben mit Stereobetrachtung einen räumlichen Eindruck. Da diese Betrachtung nicht jedem ohne Hilfsmittel möglich ist, wird die Beschreibung der Stereobilder und damit auch die Informationen, die in der 3. Dimension enthalten sind, eingehend im dazugehörigen Text vorgenommen. Die Bilder werden einmal als Stereobildpaare mit einem Abstand von 6 cm zwischen zugehörigen Bildelementen gezeigt, um die Betrachtung mit einem Handstereobetrachtungsgerät zu ermöglichen. Zusätzlich als Einzelbild, indem im Text beschriebene Bereiche gekennzeichnet sind. Zum Abschluss wird die Möglichkeit vorgestellt und diskutiert, die Höheninformationen aus dem Stereobildpaar in Form eines Höhenprofils darzustellen.

Die Proben, die mit dieser Methode untersucht wurden, sind in Tabelle 5.1 aufgeführt Zusätzlich enthält die Tabelle Angaben über die Größe der Periode der Runzelbänderung.

Tabelle 5.1 Probenübersicht DDF-Methode

Probenbezeichnung	Periode der Runzelbänderung
SAM 32 - 2	250 – 300µm
SAM 176 - 5/4	250 µm
SAM 227 - 1	120 µm

Weitere Angaben zu diesen Proben finden sich in Kapitel 4 Tabelle 4.1. Die Experimente wurden ausschließlich im Gefüge des Chalzedon durchgeführt. Um den Effekt der verschiedenen Orientierungen einzelner Kristallite mit Hilfe der DDF-Methode in räumlicher Ansicht zu beobachten, reichen zwei Reflexe aus. Wie in Kapitel 4 Abschnitt 4.1 bereits erwähnt wurde, zeigt das Beugungsbild des Chalzedon mit einer Blende geeigneter Größe, texturierte Ringe (siehe Abbildung 4.7). Diese quasikontinuierliche azimutale Verteilung der Reflexe weist auf ein Gefüge hoher Komplexität hin, dessen Analyse mit Hilfe der DDF-Methode möglich ist.

Die Vergrößerungen, bei denen gearbeitet wurde, lagen zwischen 6.000 und 22.000fach. Sie richteten sich nach den Größen der Gefügeeinheiten und den jeweiligen Problemstellungen.

5.1 Variation der Untersuchungsparameter

5.1.1 Defokuswerte

Generell sind die Werte für die Defokussierung bei einer Brennweite der Twin-Linse eines CM12 von 2700 µm relativ groß. Sie liegen im µm-Bereich. Für die ersten Versuche lagen sie bei 7 – 15 µm rechts und links vom Fokus. Das heißt, dass zwischen den zusammengehörigen Bilderpaaren jeweils ein Δf von 14 µm bis zu 30 µm vorlag. Dabei wurde beim praktischen Arbeiten am Gerät das Auswandern der hellen Bildanteile subjektiv beurteilt und die Defokusparameter danach festgelegt, ob die Auswanderung deutlich zu beobachten war und ob die Schärfe der Bildelemente ausreichend ist. Bei der Auswertung der ersten Ergebnisse stellte sich heraus, dass die gewählten Defokuswerte noch wesentlich erhöht werden können, ohne dass die entstehenden Bildpaare zu unscharf werden

oder Bildanteile anfangen sich zu überlappen. Der räumliche Eindruck bei der Stereobetrachtung der Bilder war deutlich zu sehen, sollte aber weiter vergrößert werden.

Die drei Dunkelfeldbilder in Abbildung 5.1 wurden an der gleichen Probenstelle mit verschiedenen Defokuswerten von 15, 45 und 75 µm aufgenommen. Die Bereiche, deren Helligkeit aus den Bragg-Reflexen stammt, sind trotz der immer höher werdenden Defokuswerte weiterhin relativ scharf zu erkennen. Im Gegensatz dazu werden die Konturen des Probenrandes, dessen Helligkeit von inelastisch gestreuten Elektronen kommt, für die α gleich dem Aperturwinkel 2 ϕ_{max} ist, mit zunehmendem Defokus völlig unscharf. Im rechten unteren Teil der drei Negative in Abbildung 5.1 ist der Probenrand abgebildet. Die Apertur eines Strahlenbündels, welches zu einem *hkl*-Reflex gehört, ist im Gegensatz zur Apertur der Strahlen die zum Bild der Probenkonturen führen, wesentlich kleiner. Das unterschiedliche Verhalten der diffus gestreuten und Bragg-gestreuten Bildanteile illustriert, dass die Leistungsfähigkeit der Methode mit sinkendem α, dem Öffnungskegel der Strahlenapertur steigt (s. Kapitel 3.3.1, Gleichung 3.4).

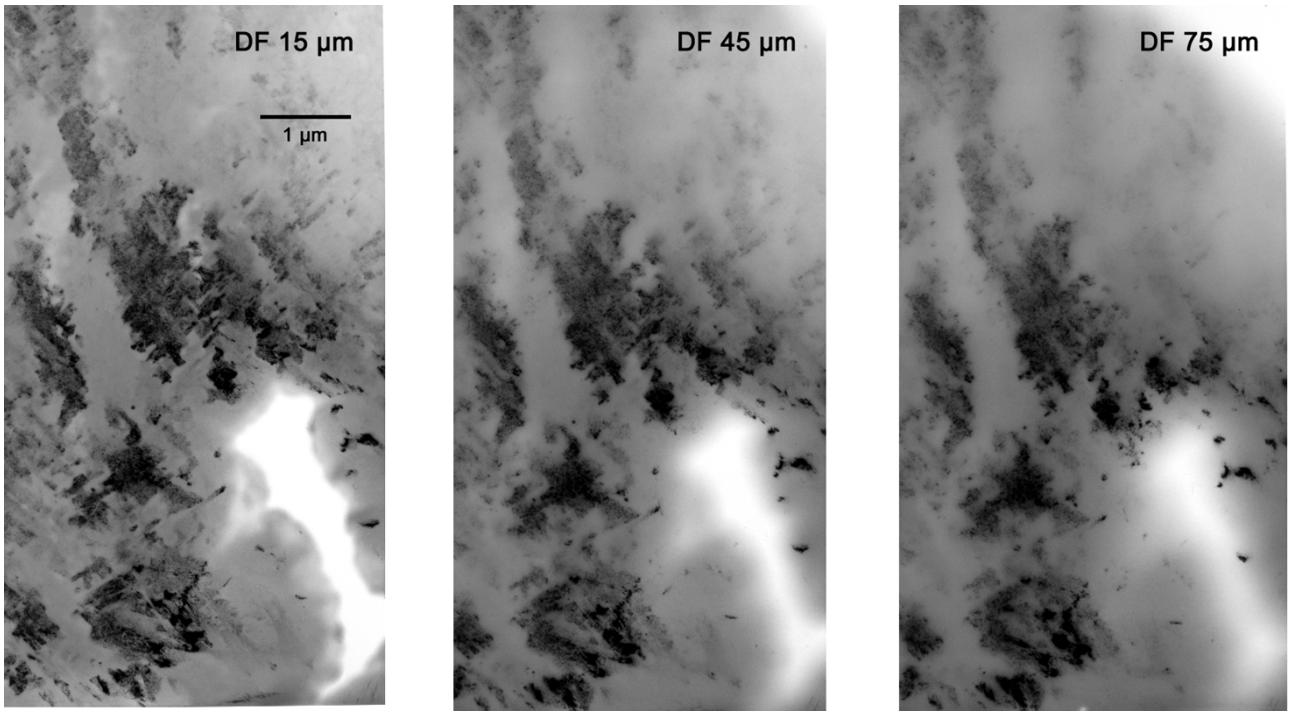

Abbildung 5.1 Dunkelfeldbilder (Negativ) aus SAM 32-2, Defokus 15, 45, 75 µm, (101)-Ring

Die Anordnung eines DDF-Bildpaares zur Stereobetrachtung hängt von der Auswanderungsrichtung der Bildanteile ab. Die Richtung der Auswanderung muss waagerecht vorm Auge des Betrachters

verlaufen, damit sich der dreidimensionale Eindruck einstellt. Die Bilder selbst sind parallel zueinander angeordnet. In einigen Fällen gibt es geringe Abweichungen von der Parallelität der Bildränder, die auf verschiedener magnetischer Rotation, hervorgerufen durch verschiedene Erregung der Objektivlinse, beruhen. Aufgrund dieser Tatsache erscheint die Anordnung der Bilder in den Abbildungen teilweise etwas ungewöhnlich, da die einzelnen Bilder in einigen Fällen nicht im gleichen Winkel gekippt sind (s. Abbildung 5.3).

Das Stereobildpaar in Abbildung 5.3 wurde mit einem relativ kleinen Δf von 30 µm aufgenommen. Obwohl der Defokuswert im Vergleich zu einigen im folgenden gezeigten Bildpaaren klein ist, stellt sich ein deutlicher räumlicher Eindruck ein. Die Intensitäten stammen offenbar von den beiden äußersten Rändern des Orientierungsspektrums. Da die angeregten hellen Bildbereiche sehr scharf abgebildet sind, wurden die Defokuswerte für die weiteren Versuche wesentlich größer gewählt, um das Auflösungsvermögen in der räumlichen Ansicht weiter zu vergrößern.

Bereits im Einzelbild (Abbildung 5.2) zeigt sich der Fasercharakter, der für das Gefüge des Chalzedon typisch ist. Die Faserrichtung verläuft von der linken oberen Ecke des Bildes in die gegenüberliegende untere Ecke. Die Fasern erscheinen zerfranst. Der Zerfall der Fasern in kleine einzelne Kristallite (< 100 nm) wird durch den räumlichen Eindruck bestätigt, ausgeprägt findet man dies in den Bereichen, die in Abbildung 5.2 mit den Zahlen 1 und 2 gekennzeichnet sind. Besonders in den in Abbildung 5.2 mit einem Pfeil gekennzeichneten Bereichen liegen Orientierungsänderungen von ca. 3° auf engstem Raum vor, die einzelnen Kristallite liegen in der Höhe sehr weit auseinander und nehmen auf das gesamte Höhenspektrum gesehen ca. 2/3 der Ausdehnung in z ein.

Die Abbildung 5.3 zeigt das Stereobildpaar. Mit Hilfe eines Betrachtungsgerätes zeigt dieses Bildpaar das Orientierungsverhalten der angeregten Kristallite in der 3. Dimension.

Für viele Experimente hat sich ein Defokusunterschied Δf um die 60 µm als optimal erwiesen.

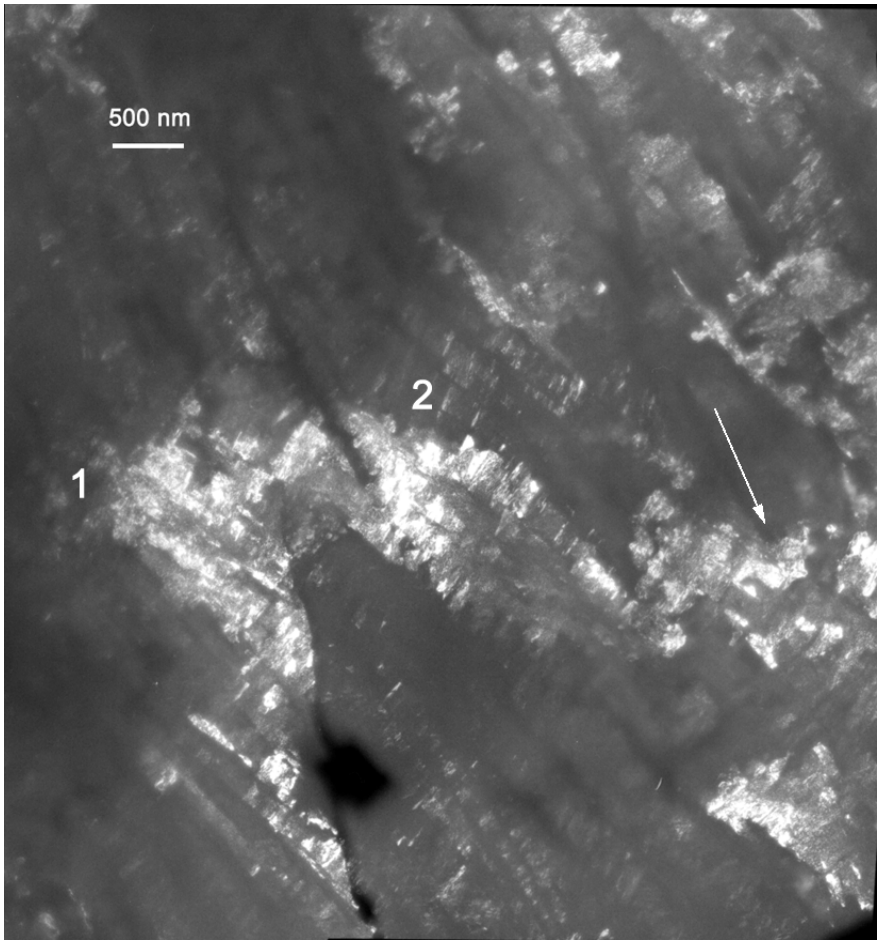

Abbildung 5.2 Einzelbild aus Stereobildpaar Abbildung 5.3

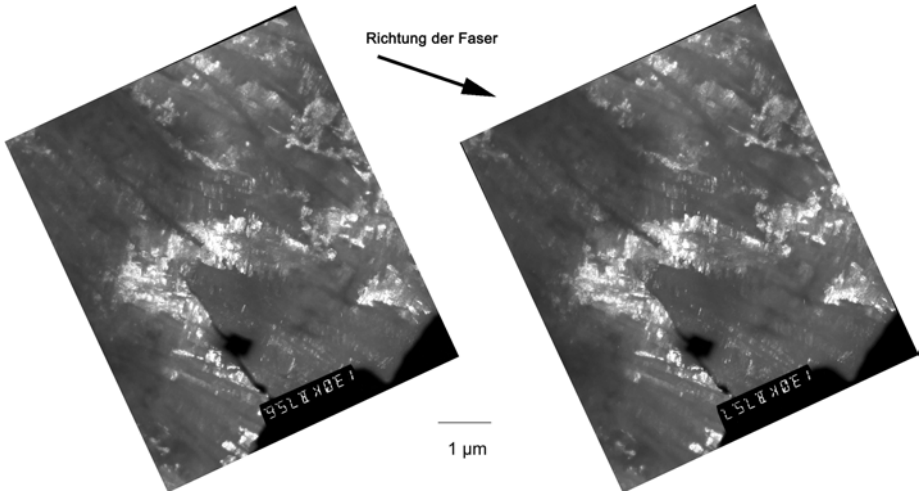

Abbildung 5.3 Stereobildpaar aus SAM 32-2, Δf = 30 µm, (101)Ring

5.1.2 Helligkeitsverhalten in den Fasern bei Kippung

In der Abbildung 5.4 wurde das Helligkeitsverhalten im Gefüge bei der Kippung von α beobachtet. In diesem Fall lag die Faserachse parallel zur α–Kippachse des Mikroskops. Die Dunkelfeldaufnahmen wurden mit einem Ringsegment des (101)-Ringes vom Quarz gemacht. Von Abbildung 5.4 **a** zu **b** wurde α um ca. 3° gekippt und zu **c** um weitere 3°. Man beobachtet dabei ein Wandern der Helligkeit durch die Faser entlang der Faserrichtung. Die Faserrichtung verläuft in diesem Fall annähernd waagerecht durch das Bild. Die Tatsache, dass die Helligkeit durch die Faser wandert, ist in der Abbildung 5.4 nicht eindeutig festzumachen, lediglich die Änderung der Helligkeit in der Faser ist zu sehen. Zwischen den abgebildeten Zuständen beobachtet man eine kontinuierliche Bewegung der Helligkeit.

Macht man den gleichen Versuch bei einer Probe, deren Faserachse senkrecht zur Kippachse liegt, ändert sich die Helligkeit im Dunkelfeldbild willkürlich. Es ist keine Gesetzmäßigkeit zu beobachten.

Bei diesen Versuchen kommt es darauf an, ob das Ringsegment des Pulverringes im reziproken Raum auf der Kippachse liegt oder nicht. Dies wiederum hängt mit der Lage der Faserachse zusammen. Liegt diese senkrecht zur Kippachse, liegt das Ringsegment nicht auf der Faserachse und die Orientierung ändert sich willkürlich.

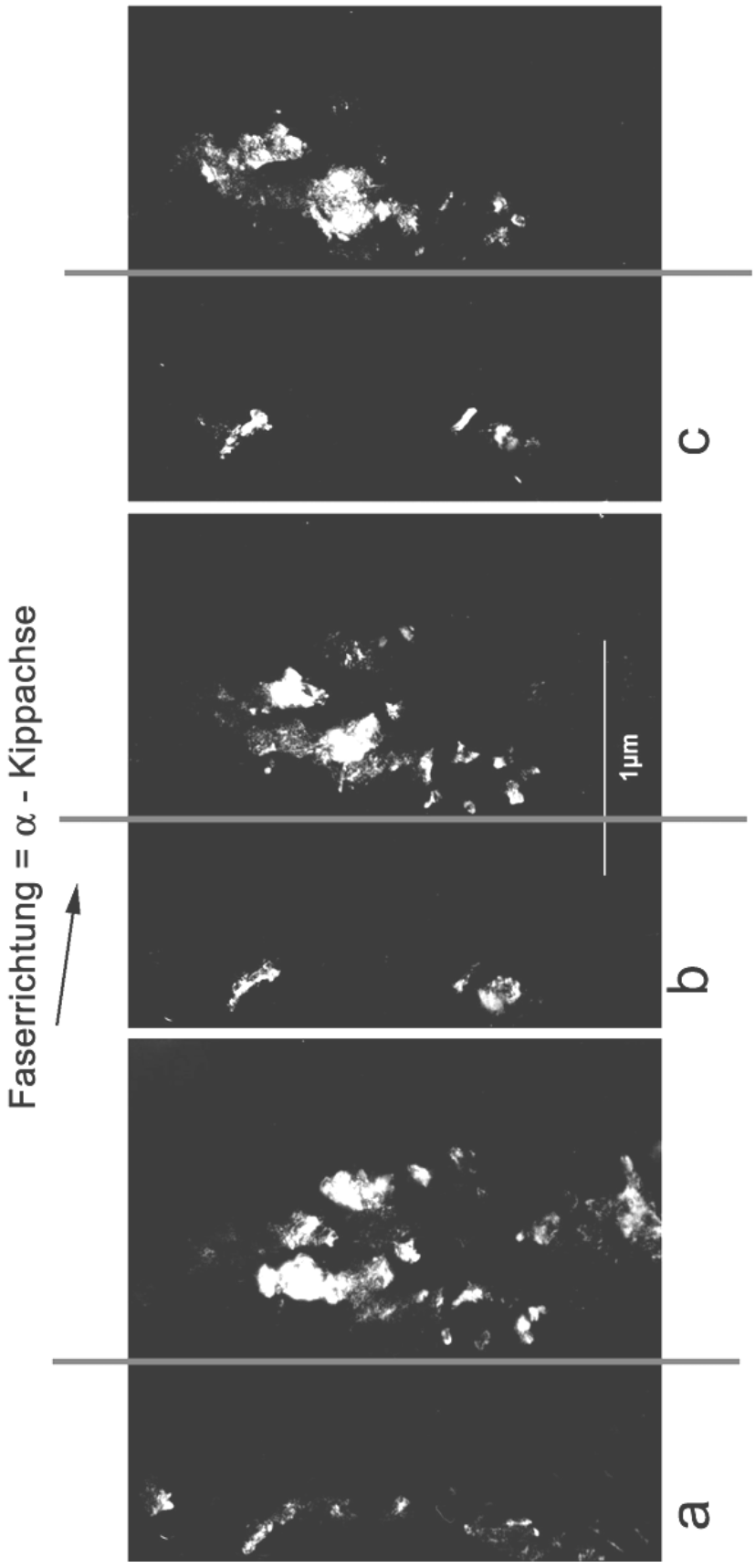

Abbildung 5.4 DF-Abbildungen, SAM227-2, Helligkeitsverhalten bei α–Kippung (3° zwischen **a**, **b** und **c**)

5.1.3 Unterschiedliche Ringsegmente

Für die Versuche mit der DDF-Methode wurde generell entweder der (100)-Ring des Chalzedon (innerster Ring im Beugungsbild) oder der (101)-Ring gewählt. Bei den weiter außen liegenden Ringen werden die Abstände zu eng und die Intensität dieser Ringe wird zu schwach. Zudem werden diese zunehmend zu geschlossenen Ringen und zeigen keine Textur. Die gewählten Reflexe tragen verschiedene strukturelle Informationen. Der Großteil der Bilder entstand mit einem Segment des (101)-Ringes, da der innerste Ring häufig von diffusen Intensitäten in der Umgebung des Primärstrahl überstrahlt ist.

Die nun folgenden Abbildungen zeigen eine Probenstelle, an der die DDF-Bildpaare mit verschiedenen Ringsegmenten des (101)-Ringes aufgenommen wurden. Die Ringsegmente, die zur Abbildung genutzt wurden, sind in dem dazugehörigen Beugungsbild (Abbildung 5.5) gekennzeichnet. Bei allen drei Bildpaaren war $\Delta f = 42$ µm.

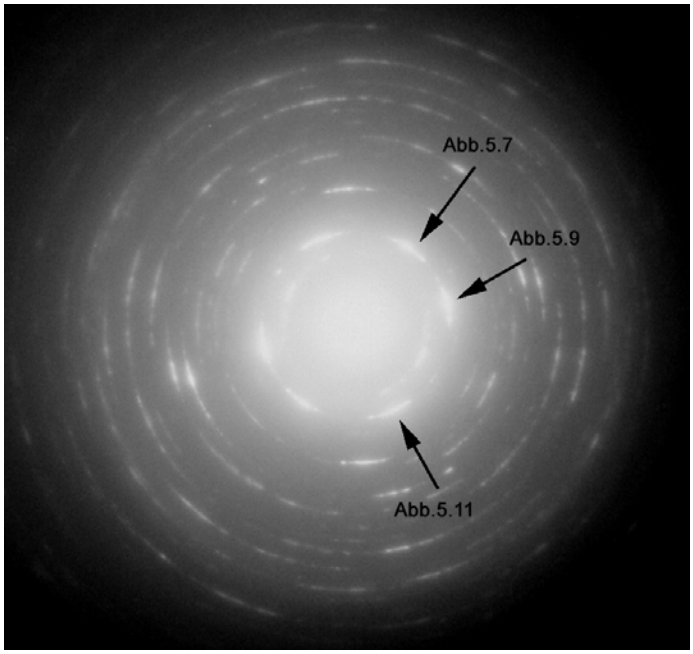

Abbildung 5.5 SAED-Bild zu **Abbildung 5.7 – Abbildung 5.11**

Im ersten Stereobildpaar (Abbildung 5.7) verlaufen die Fasern annähernd waagerecht durch die Abbildung. Die beiden Fasern, die durch den unteren Teil des Bildes verlaufen, liegen in der räumlichen Ansicht nur in geringfügig unterschiedlichen Höhen. Auch innerhalb der Fasern liegen keine größeren Orientierungsunterschiede vor. Die Orientierungsänderungen in diesem Bildbereich

betragen ca. 3 °. Die hellen Bereiche in der oberen rechten Ecke zeigen den ausgeprägtesten räumlichen Eindruck. Der untere helle kreisförmige Bereich direkt am Bildrand (in Abbildung 5.6 mit einem Pfeil gekennzeichnet) und der Beginn der kurzen Faser (Längsausdehnung ca. 0,3 µm) gegenüber erscheinen in räumlicher Betrachtung sehr nah, liegen dabei aber in deutlich unterschiedlichen Höhen. Der Orientierungsunterschied dieser beiden Kristallite beträgt ca. 10 °.

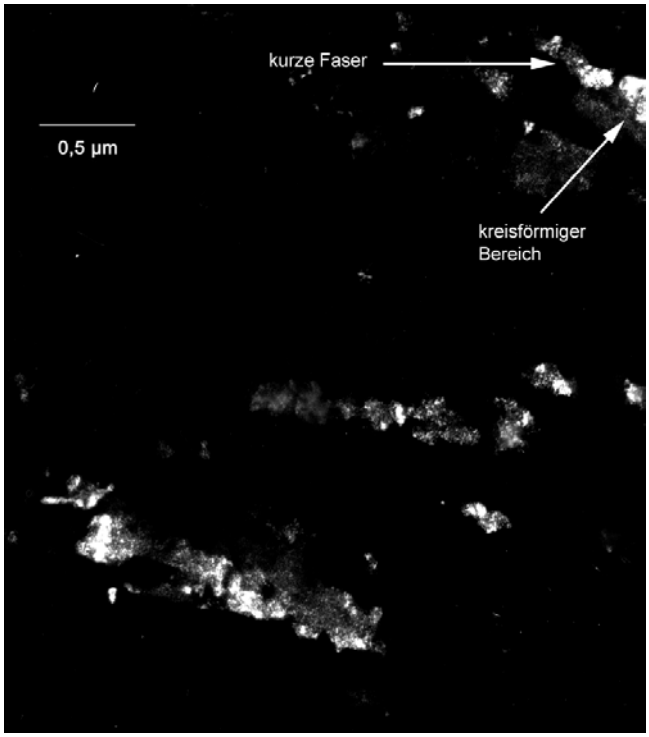

Abbildung 5.6 Einzelbild aus Stereobildpaar Abbildung 5.7

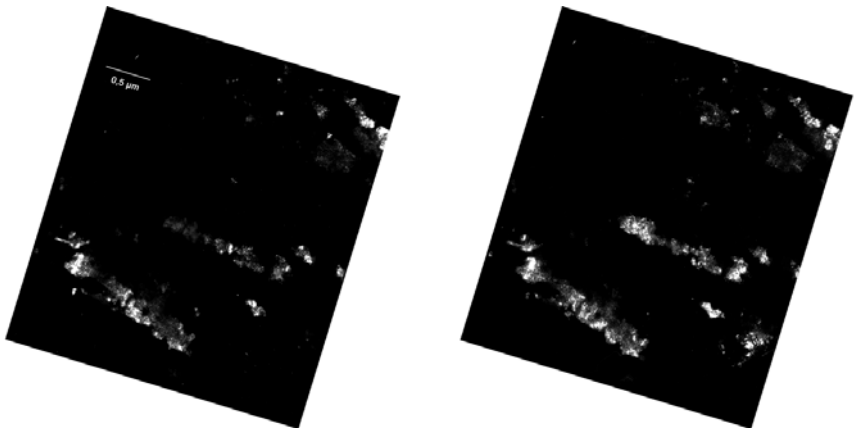

Abbildung 5.7 Stereobildpaar aus SAM 227-1, Δf = 42 µm, (101)-Ring, Ringsegment rechts oben

Das Stereobildpaar in Abbildung 5.9 ist für die räumliche Betrachtung etwas stärker gekippt als das vorhergehende, das Ringsegment, das zur DDF-Abbildung genutzt wurde, lag etwas versetzt (s.

Abbildung 5.5). In dieser Abbildung ist der räumliche Eindruck bezogen auf das gesamte Bild sehr stark. Besonders die vier kleineren hellen Bereiche (Ausdehnung ca. 0,5 µm, in Abbildung 5.8 sind diese mit den Zahlen 1 bis 4 gekennzeichnet) liegen dabei in deutlich unterschiedlichen Höhen. Dabei beträgt der Orientierungsunterschied von Kristallit 1 zu Kristallit 3 ca. 16°, zwischen den drei Kristalliten 2 bis 4 ca. 6°. Die breite Faser im unteren Teil des Bildes zeigt in ihrer Binnenstruktur keine starken Orientierungsänderungen. Lediglich das spitze Ende der Faser (in Abbildung 5.8 mit einem Pfeil gekennzeichnet) löst sich in der Orientierung deutlich davon ab. Der Orientierungsunterschied zwischen diesen beiden Gefügebestandteilen beträgt ca. 12°.

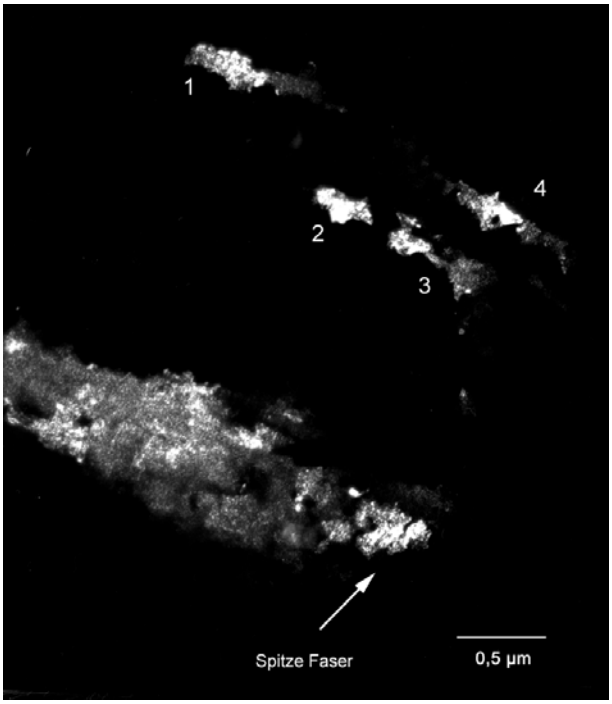

Abbildung 5.8 Einzelbild aus Stereobildpaar Abbildung 5.9

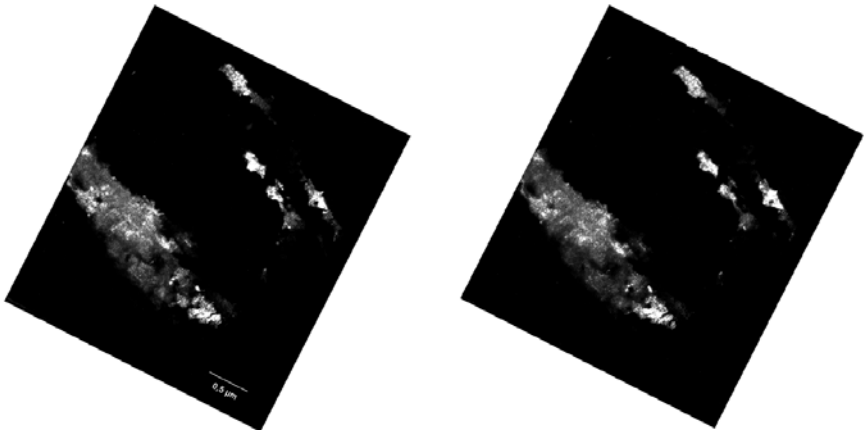

Abbildung 5.9 Stereobildpaar aus SAM 227-1, Δf = 42 µm, (101)-Ring, Ringsegment rechts Mitte

Das folgende Bildpaar (Abbildung 5.11) ist für die Stereobetrachtung gegenüber dem der Abbildung 5.7 ca. 90 ° weiter nach rechts gedreht, da zwischen den Ringsegmenten, die zur Abbildung dienten, ca. 90° lagen (s. Abbildung 5.5). Es sind zwei kräftige Fasern zu sehen, die parallel durch das Bild verlaufen. Bei Faser 1 (in Abbildung 5.10 bezeichnet) ist die stereographische Betrachtung gestört durch starke Unterschiede in der Anregung der Kristallite am unteren Ende der Faser (in Abbildung 5.10 gekennzeichnet mit einem Pfeil). An dieser Stelle flimmert das Bild bei räumlicher Betrachtung. Durch die Defokussierung können einzelne Reflexe soweit auswandern, dass sie sich nicht mehr in dem Bereich befinden, den die Blende erfasst. Insgesamt zeigt Faser 1 in ihrer Binnenstruktur keine sichtbaren Orientierungsänderungen. Der räumliche Eindruck der Faser 2 (in Abbildung 5.10 bezeichnet) ist wesentlich ausgeprägter, sie zerfällt bei räumlicher Betrachtung in Bereiche < 100 nm mit Orientierungsänderungen von ca. 3°. Zwischen den beiden Fasern 1 und 2 besteht ein Orientierungsunterschied von ca. 10°.

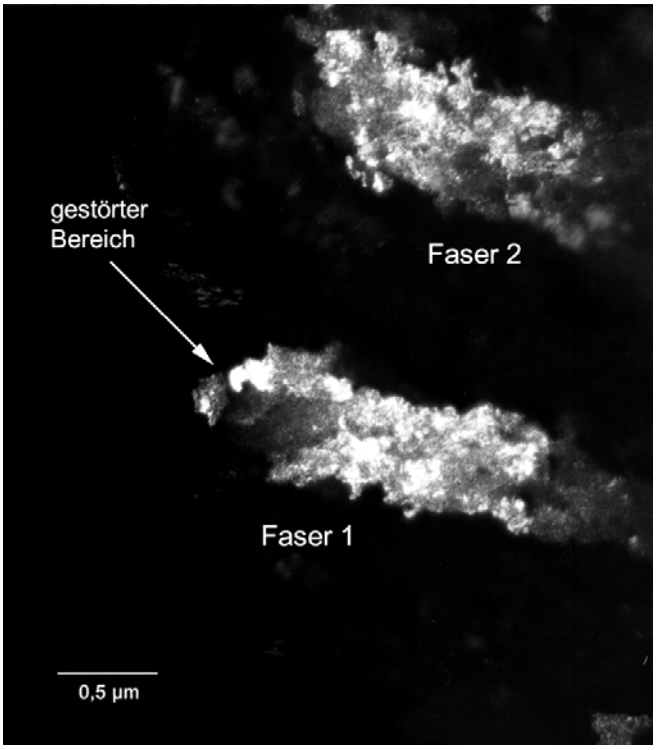

Abbildung 5.10 Einzelbild aus Stereobildpaar Abbildung 5.11

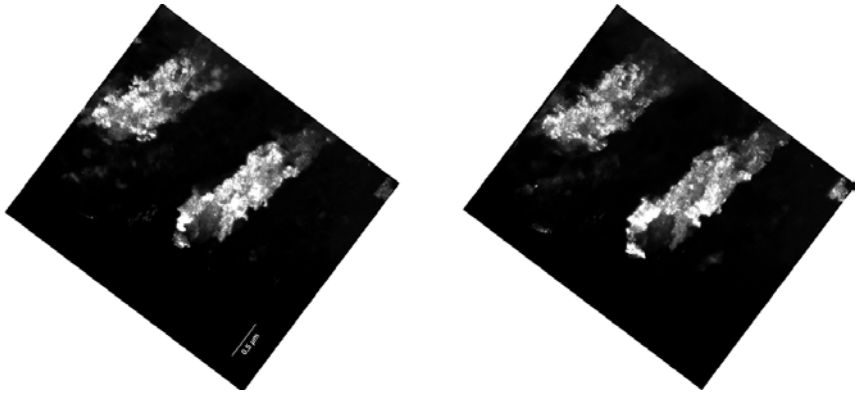

Abbildung 5.11 Stereobildpaar aus SAM 227-1, Δf = 42 µm, (101)-Ring, Ringsegment rechts unten

5.2 Aussagen über das Gefüge

In den Dunkelfeldaufnahmen vom Gefüge des Chalzedon finden sich häufig Bereiche, die in besonders kleine Kristallite zerfallen zu sein scheinen. Mit Hilfe der DDF-Methode konnte gezeigt werden, dass es sich hier um Bereiche handelt, in denen das Gefüge bis in Dimensionen von 10 nm Orientierungsänderungen zeigt. Kleine Orientierungsänderungen auf engstem Raum können mit Hilfe der DDF-Methode aufgelöst werden. Auch im Stereobildpaar in Abbildung 5.13 finden sich Bereiche, die dieses Gefügemerkmal besonders ausgeprägt zeigen. Die Bereiche, in denen dieser Zerfall in kleinste Kristallite besonders ausgeprägt zu sehen ist, sind in der Abbildung 5.12 mit den Zahlen 2, 3 und 4 gekennzeichnet. Vom hellen Bereich 1 am Rand der Probe bis zum Gebiet 3 zeigt sich in der Orientierung ein kontinuierliches Gefälle über 10°, gekennzeichnet durch den schwarzen Pfeil. Parallel dazu verläuft ein schwarzer Pfeil, der das selbe Verhalten für die weniger stark angeregten Kristallite darunter markiert. Allerdings befinden sich diese Gebiete in unterschiedlicher Höhe zu den oberen. Im Gefüge verlaufen diese kontinuierlichen Orientierungsänderungen parallel der Faserrichtung. Vom Bereich 3 zu Bereich 4 liegt ebenfalls eine stetige Änderung der Orientierung der Kristallite vor, welche durch einen weiteren schwarzen Pfeil gekennzeichnet ist. In der räumlichen Ansicht verläuft sie besonders steil und zeigt eine Orientierungsänderung von ca. 18° zwischen den in der Höhe am weitesten auseinander liegenden Kristalliten.

Bereich 1 zerfällt in der Orientierung in Kristallite von ca. 500 – 100 nm. In den Bereichen 2, 3, und 4 zeigen Kristallite mit einer Größe deutlich unter 100 nm Orientierungsänderungen von ca. 2 – 4°. Das Orientierungsverhalten im Gefüge ist in Abbildung 5.13 besonders komplex.

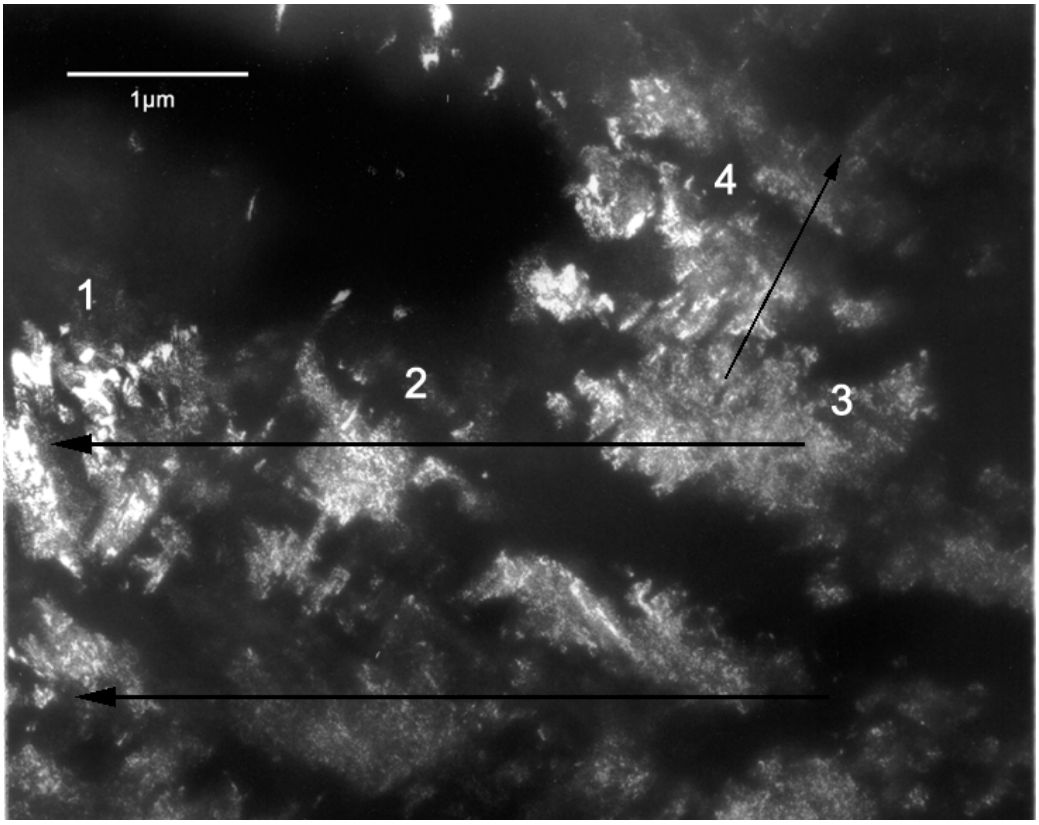

Abbildung 5.12 Einzelbild aus Stereobildpaar Abbildung 5.13

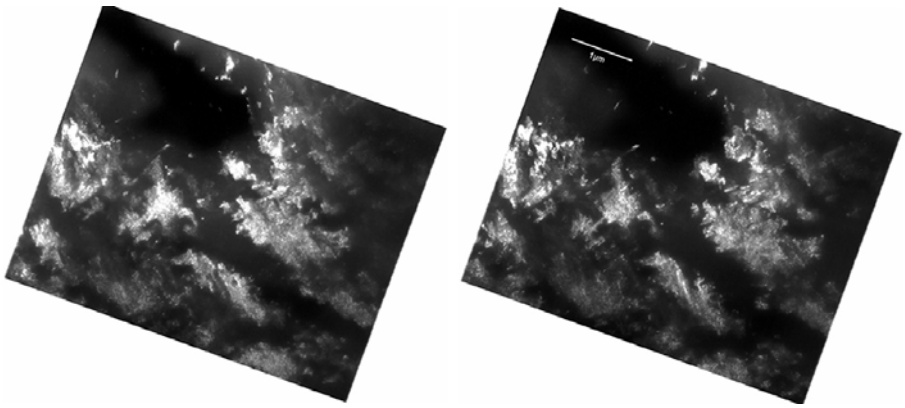

Abbildung 5.13 Stereobildpaar aus SAM 176-5/4, ∆f = 90 µm, (101)-Ring

5.2.1 Binnenstruktur gestörter Kristallite

Die folgenden Stereobildpaare zeigen in höherer Vergrößerung einzelne Faserbestandteile (Abbildung 5.16, Abbildung 5.18). Die Aufnahmen sind Ausschnittvergrößerungen vom gleichen

Negativ. In Abbildung 5.14 sind die Details, die zur Vergrößerung gewählt wurden, gekennzeichnet. Das Stereobildpaar wurde mit einem (100)-Ringsegment aufgenommen und entstand bei relativ niedrigen Δf = 20 µm, da die Auswanderung der Bildanteile bereits bei kleinen Defokuswerten deutlich zu sehen war.

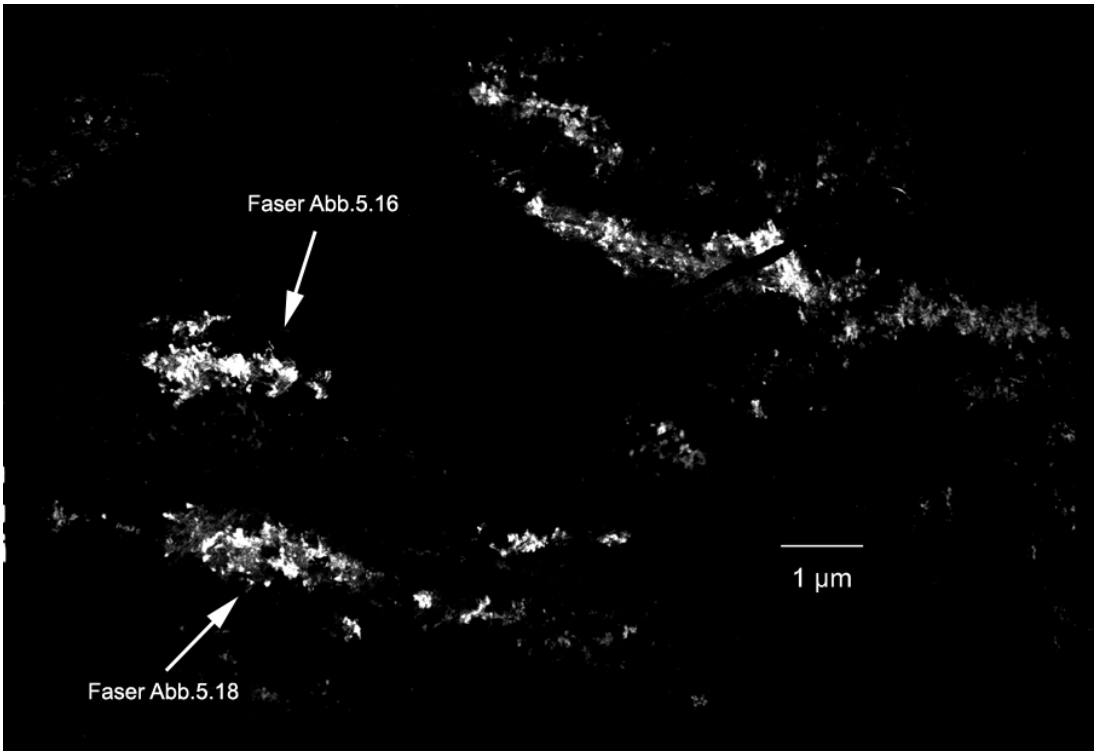

Abbildung 5.14 Überblick über die Lage der Fasern von **Abbildung 5.16** und **Abbildung 5.18** im Gefüge

Die Faser in Abbildung 5.15 verläuft senkrecht durch das Bild. Die einzelnen hellen Bildbereiche erscheinen weit voneinander entfernt. Über die Länge des gesamten reflektierenden Bereiches (ca. 2 µm) beobachtet man eine „kontinuierliche" Orientierungsänderung zwischen den Bereichen 1 bis 5 (in Abbildung 5.15 gekennzeichnet) von ca. 4°. Der Bereich 3 mit einer Ausdehnung in Faserrichtung von ca. 0,3 µm, erscheint bei der räumlichen Betrachtung leicht geneigt und zerfällt in kleinere Bereiche von 25-50 nm. Der große helle Bereich 5 zerfällt bei Stereobetrachtung in kleine Bereiche von ca. 100 nm. Auch der Bereich 4 links von der Faser zerfällt bei räumlicher Betrachtung in Bereiche, unter 100 nm. Einige kleine Kristallite im Randbereich (Durchmesser ca. 50 nm), in Abbildung 5.15 mit Pfeilen gekennzeichnet, fallen durch starke Orientierungsunterschiede von ca. 6° zur „kontinuierlichen" Orientierungsänderung der Faser auf.

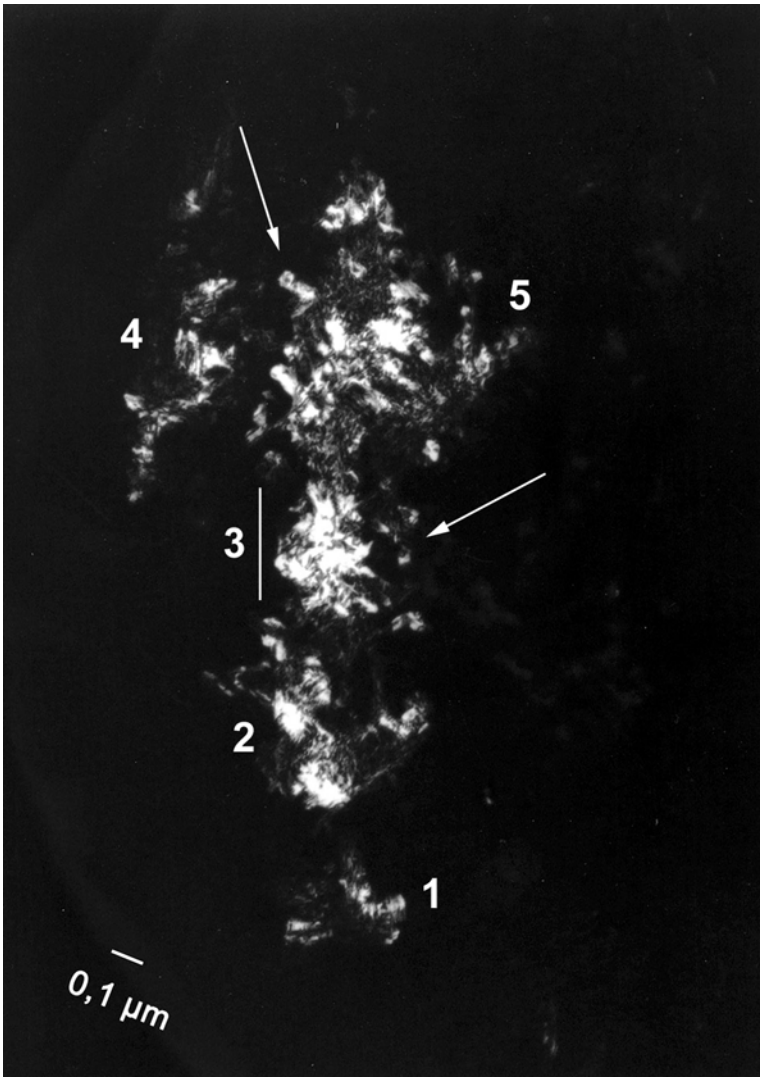

Abbildung 5.15 Einzelbild aus Stereobildpaar **Abbildung 5.16**

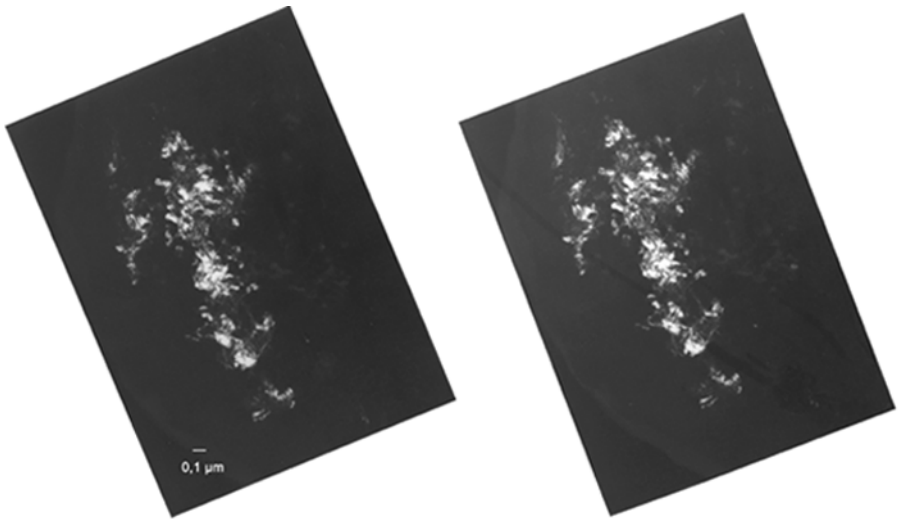

Abbildung 5.16 Stereobildpaar aus SAM 227-1, Δf = 20 µm, (100)-Ring

In Abbildung 5.17 verläuft die Faser ebenfalls von unten nach oben durch das Bild. Die beiden Fasern (Abbildung 5.14) liegen im Gefüge relativ nahe beieinander, unterscheiden sich aber im räumlichen Eindruck, der bei Stereobetrachtung des Bildpaares in Abbildung 5.18 noch ausgeprägter ist.

Im Gegensatz zu der Faser in Abbildung 5.16 ist hier keine kontinuierliche Orientierungsänderung über den gesamten Verlauf der Faser zu beobachten. Die Orientierungsänderungen sind regellos und sehr stark auf engem Raum, z.B. zwischen den Kristalliten, die in Abbildung 5.17 mit 3 gekennzeichnet sind. Die einzelnen hellen Bereiche sind in der räumlichen Betrachtung relativ weit voneinander entfernt, es liegen dort Orientierungsänderungen von ca. 2-3° vor. Die meisten hellen Bereiche zerfallen in der räumlichen Ansicht in kleinere Kristallite, deutlich kleiner als 100 nm. Der Charakter der Orientierungsänderungen ist fraktal. Die Orientierungsänderungen der Faser, die das gesamte Orientierungsspektrum von 18° umfassen, wiederholen sich in kleinen Teilbereichen, wie dem in Abbildung 5.17 mit 2 gekennzeichneten Bereich. Dieser Bereich nimmt ca. 1/5 des gesamten Orientierungsspektrums ein und hat eine Ausdehnung von ca. 200 nm.

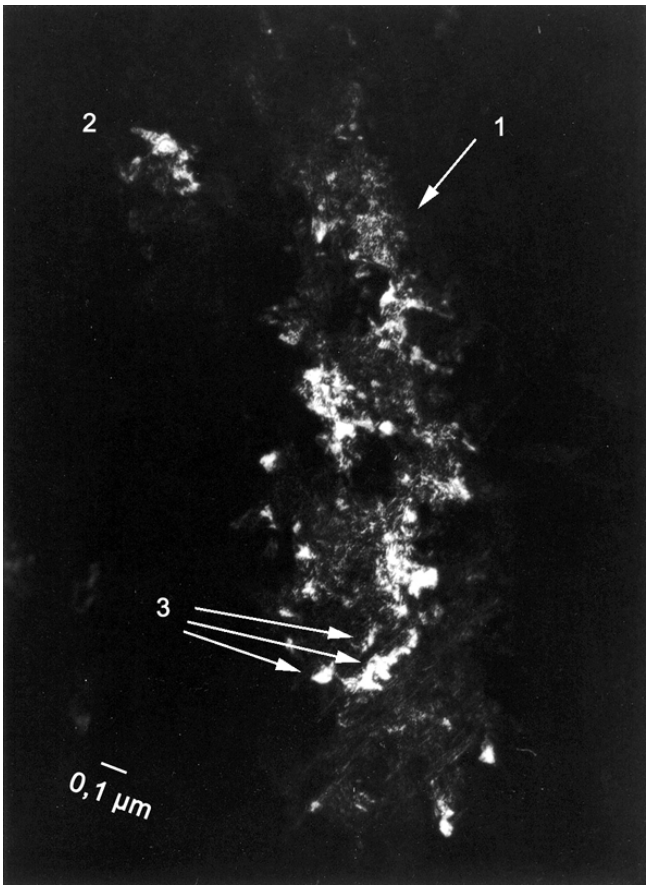

Abbildung 5.17 Einzelbild aus Stereobildpaar **Abbildung 5.18**

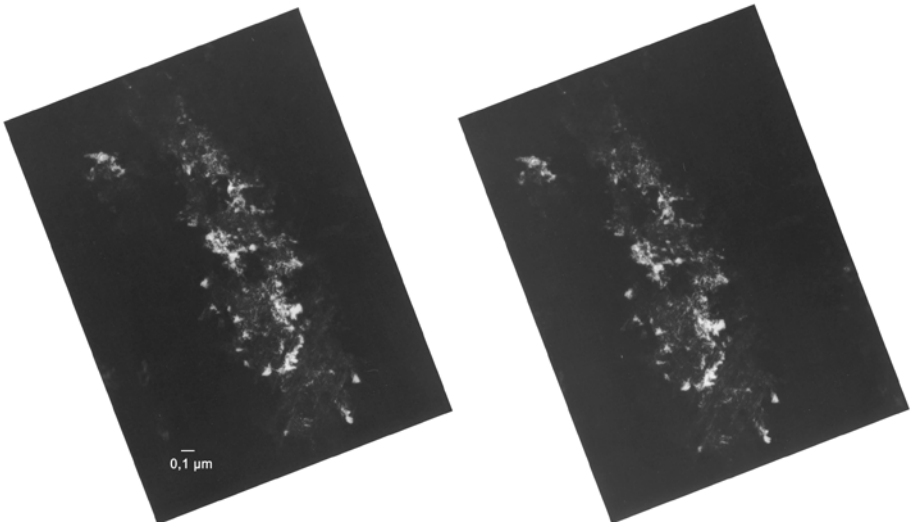

Abbildung 5.18 Stereobildpaar aus SAM 227-1, Δf = 20 µm, (100)-Ring

5.2.2 Orientierungsverhalten entlang einer Faser

Um einen zusammenhängenderen Überblick über das Orientierungsverhalten über größere Strecken im Gefüge zu bekommen, wurden mit der DDF-Methode Stereobildpaare entlang einer Faser aufgenommen. Die Abbildung 5.20 bis Abbildung 5.22 zeigen eine entsprechende Serie. Der Defokus lag für alle Aufnahmen bei Δf = 42 µm. Sie wurden alle mit einem Ringsegment des (101)-Ringes aufgenommen. Die Faser wurde soweit in der Probe verfolgt, wie sie in noch durchstrahlbaren Bereichen lag. Die Abbildung 5.20, Abbildung 5.21 und Abbildung 5.22 überlappen sich zu großen Teilen, darauf wird in der folgenden Beschreibung Rücksicht genommen. Insgesamt konnte die Faser über eine Strecke von ca. 20 µm beobachtet werden.

Abbildung 5.19 zeigt jeweils ein Einzelbild aus den Stereobildpaaren von Abbildung 5.20 - Abbildung 5.22. Bereiche, die sich in den Bildern überlappen, wurden vernachlässigt. In Abbildung 5.19 a findet sich ein relativ zerklüfteter Bereich 1 der Faser, welcher bei räumlicher Betrachtung in Kristallite von ca. 100 nm zerfällt, die Orientierungsschwankungen von ca. 2° aufweisen. Oberhalb dieser Stelle erscheint die Faser zusammenhängender und zeigt ca. in der Mitte der Abbildung eine Y-förmige Gabelung (mit Pfeil in Abbildung 5.19 a gekennzeichnet). Dieser Bereich zeigt in sich keine Orientierungsänderungen, im Gesamtbild unterscheidet er sich in der Orientierung um ca. 8° von den anderen Gefügebestandteilen.

Die weiteren Beschreibungen beziehen sich auf das Stereobild in Abbildung 5.21, gekennzeichnet sind die entsprechenden Stellen der Beschreibung in Abbildung 5.19 b. Am unteren Bildrand ist der

Endbereich der Y-Gabelung gekennzeichnet. Der zusammenhängende Teil der Faser wird unterbrochen von einem Gebiet mit einzelnen ca. 300 nm großen Bereichen (mit Pfeilen gekennzeichnet), die bei der räumlichen Betrachtung in sehr unterschiedlichen Höhen liegen und damit große Unterschiede in der Orientierung von ca. 5° zeigen. Darauf folgt in der oberen Hälfte der Abbildung, in der Mitte ein zusammenhängender Faserbereich 2 (ca. 3 µm lang), der bei räumlicher Betrachtung nicht in kleinere Bereiche zerfällt.

Ein faserartiger, sehr intensiver heller Bereich, in Abbildung 5.19 c mit 3 bezeichnet, zeigt starke Orientierungsänderungen. Er zerfällt in drei Bereiche. Das obere und das untere Viertel der Faser liegen in einer anderen Höhe als der Mittelteil. Rechts von der Faser erscheinen kleinere helle Bereiche (deutlich < 100 nm). Sie zeigen ebenfalls Höhenunterschiede in der räumlichen Betrachtung. Im gesamten Bereich der Faser liegen Unterschiede in der Orientierung von ca. 2 - 4° vor. Auch die hellen Bereiche, die in Abbildung 5.19 c mit Pfeilen gekennzeichnet sind, zeigen in der räumlichen Ansicht deutliche Orientierungsunterschiede von ca. 7°.

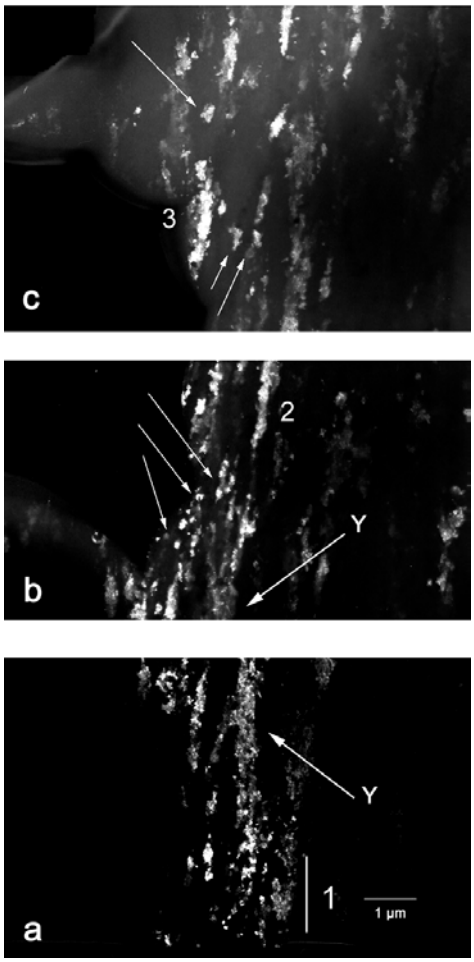

Abbildung 5.19 Einzelbilder aus den Stereobildpaaren **Abbildung 5.20 – 5.23**

Über den gesamten beobachteten Bereich der Faser von 20 µm lässt sich keine kontinuierliche Veränderung der Orientierung beobachten. Da bei der Stereobetrachtung die absolute Festlegung eines Nullpunktes nicht möglich ist, können die drei Bilder bezüglich der Orientierung nicht zu einem Einzelbild zusammengefügt werden. Mit Hilfe der überlappenden Bereiche können sie jedoch aneinander angeschlossen werden. Über eine längere Strecke ändert sich die Orientierung willkürlich. Über alle drei Bildpaare hinweg ist die Faser durch starke Orientierungsunterschiede unterbrochen.

Während der Aufnahmeserie nahm der Beugungskontrast aufgrund der Präparatschädigung beträchtlich ab. Den Endzustand zeigt die Hellfeldaufnahme (Abbildung 5.23), die nach den DDF-Aufnahmen gemacht wurde.

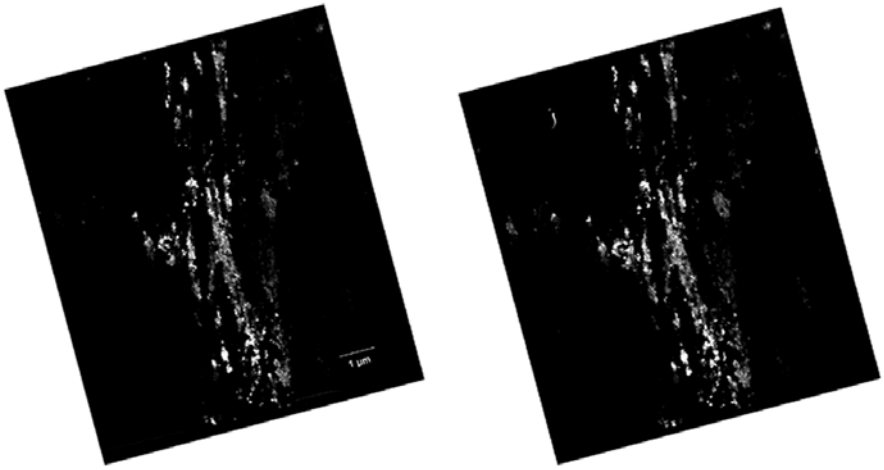

Abbildung 5.20 Stereobildpaar aus SAM 227-1, ∆f = 42 µm, (101)-Ring, Beginn der Faser

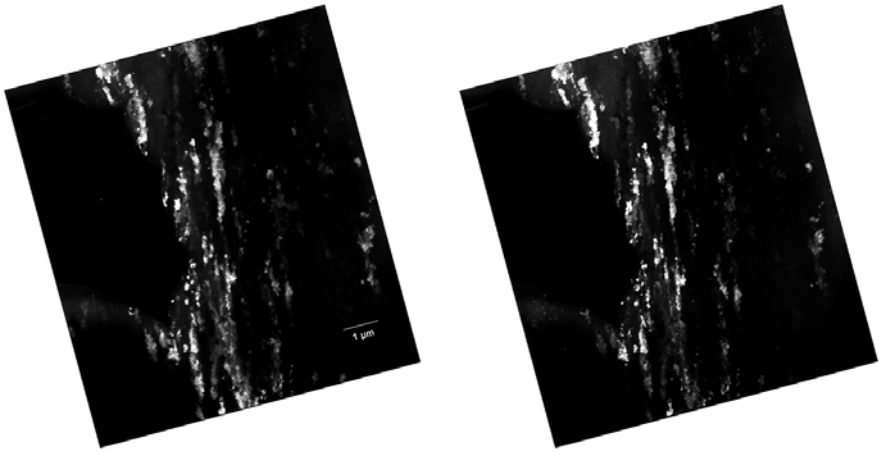

Abbildung 5.21 Stereobildpaar aus SAM 227-1, ∆f = 42 µm, (101)-Ring, Mittelteil der Faser

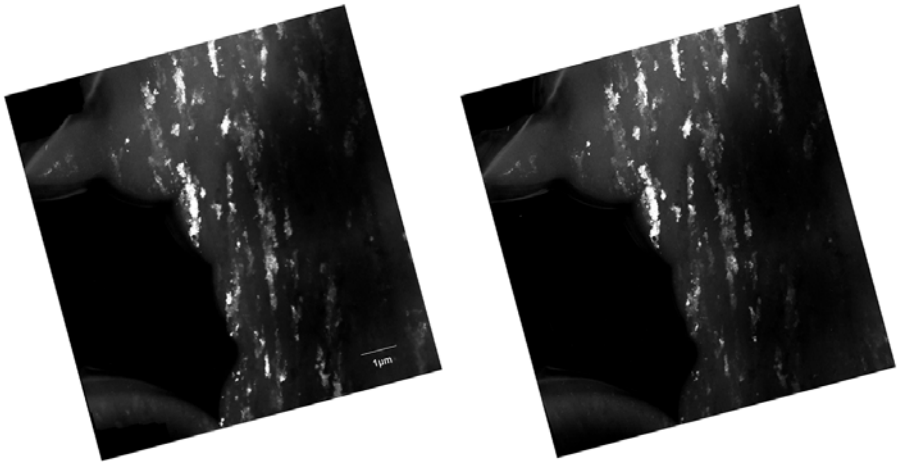

Abbildung 5.22 Stereobildpaar aus SAM 227-1, Δf = 42 µm, (101)-Ring, Ende der Faser

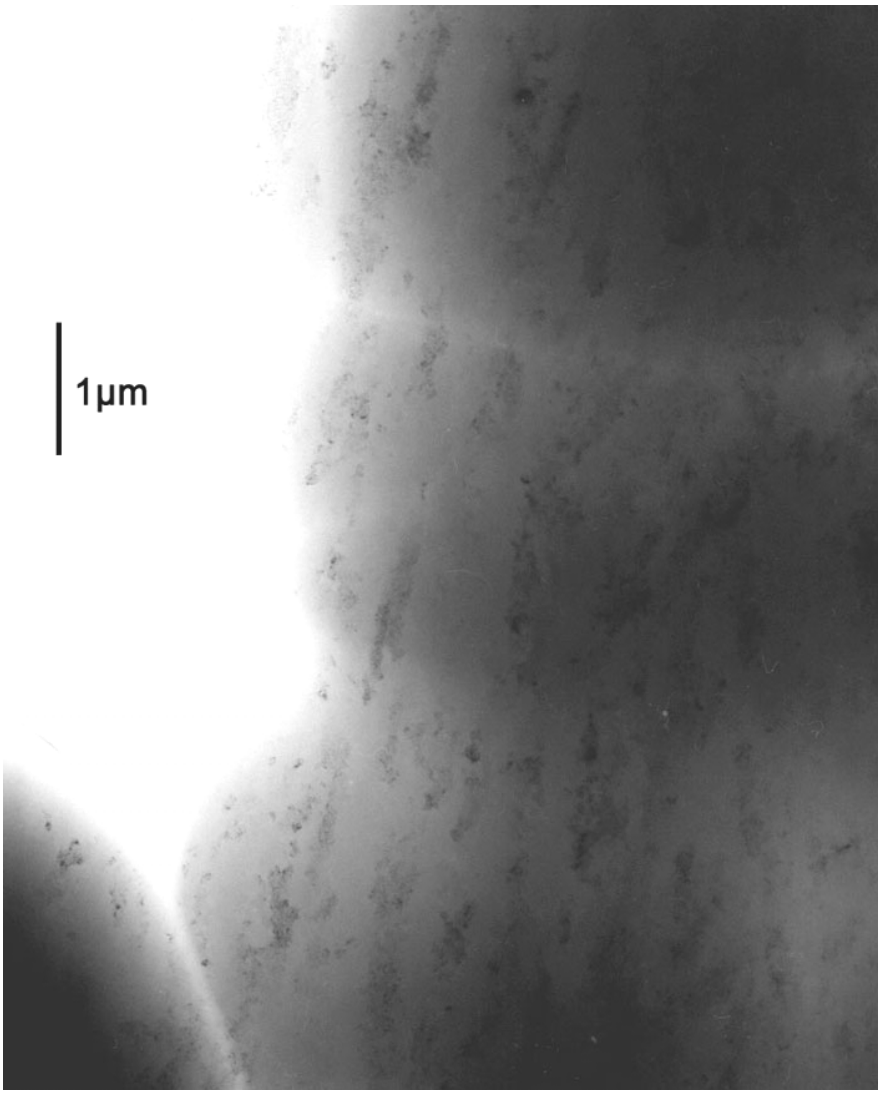

Abbildung 5.23 Hellfeldaufnahme der untersuchten Probenstelle in Abbildung 5.20 - 5.21

5.3 Automatische Auswertung von Stereobildpaaren

Um die Stereobilder leichter zugänglich und interpretierbar zu machen, wurde in geeigneten Fällen versucht eine kommerzielle Software (Analysis, Modul Stereo der Firma SIS (Soft Imaging Systems GmbH, 1988)) zur Auswertung zu nutzen. Dies wird an den folgenden beiden Stereobildpaaren demonstriert.

Eine Anwendung der DDF-Methode war es, das Phänomen der Runzelbänderung im Chalzedon zu untersuchen und eventuell sichtbar zu machen. Wenn man das Phänomen unter dem Aspekt der Orientierungsänderungen im Gefüge betrachtet, wird klar, dass es sich dabei um deutliche Orientierungsänderungen handeln muss. Die c-Achsen der Kristallite im Chalzedon stehen senkrecht zur Richtung der Phänofasern, bzw. zu den Radiusvektoren der Sphärolithe. Bei der Runzelbänderung findet eine kollektive Schraubung der c-Achse in Faserrichtung statt, was zwischen gekreuzten Polarisatoren zu periodischen Auslöschungen führt. Diese kollektive Schraubung führt zu verdrillten Kristallen, wie sie mit Hilfe der DDF-Methode sichtbar gemacht werden können.

Der Abstand zweier auslöschender Bänder in Faserrichtung streut für verschiedene Chalzedone in weiten Grenzen. Typische Werte liegen zwischen 50-500 µm. In dicken Chalzedon-Lagen geht die Korrelation der Perioden benachbarter Phänofasern bei Fortschreitung in Faserrichtung langsam verloren. In den im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Proben lag die Periode der Runzelbänderung zwischen 120 µm (SAM 227-1) und ca. 250 µm (SAM 176-5/4), s. Tabelle 5.1. Die Orientierung der c-Achsen einzelner Kristallite ändert sich damit auf einer Strecke von 200 µm (Abstand von einem auslöschenden Band zum nächsten) um 180 °. D. h. auf einer Strecke von 1 µm liegt im Gefüge eine Verdrillung in der Größenordnung von 1° vor.

Bei der DDF-Methode wird die Verdrillung eines Kristalls in der räumlichen Ansicht der Stereobilder durch geneigte Flächen sichtbar. Flächen, die in der räumlichen Betrachtung geneigt erscheinen, wurden in einigen Stereobildpaaren gefunden. Beispiele für derartige Flächen finden sich z. B. in der folgenden Abbildung 5.24 oder in Abbildung 5.16.

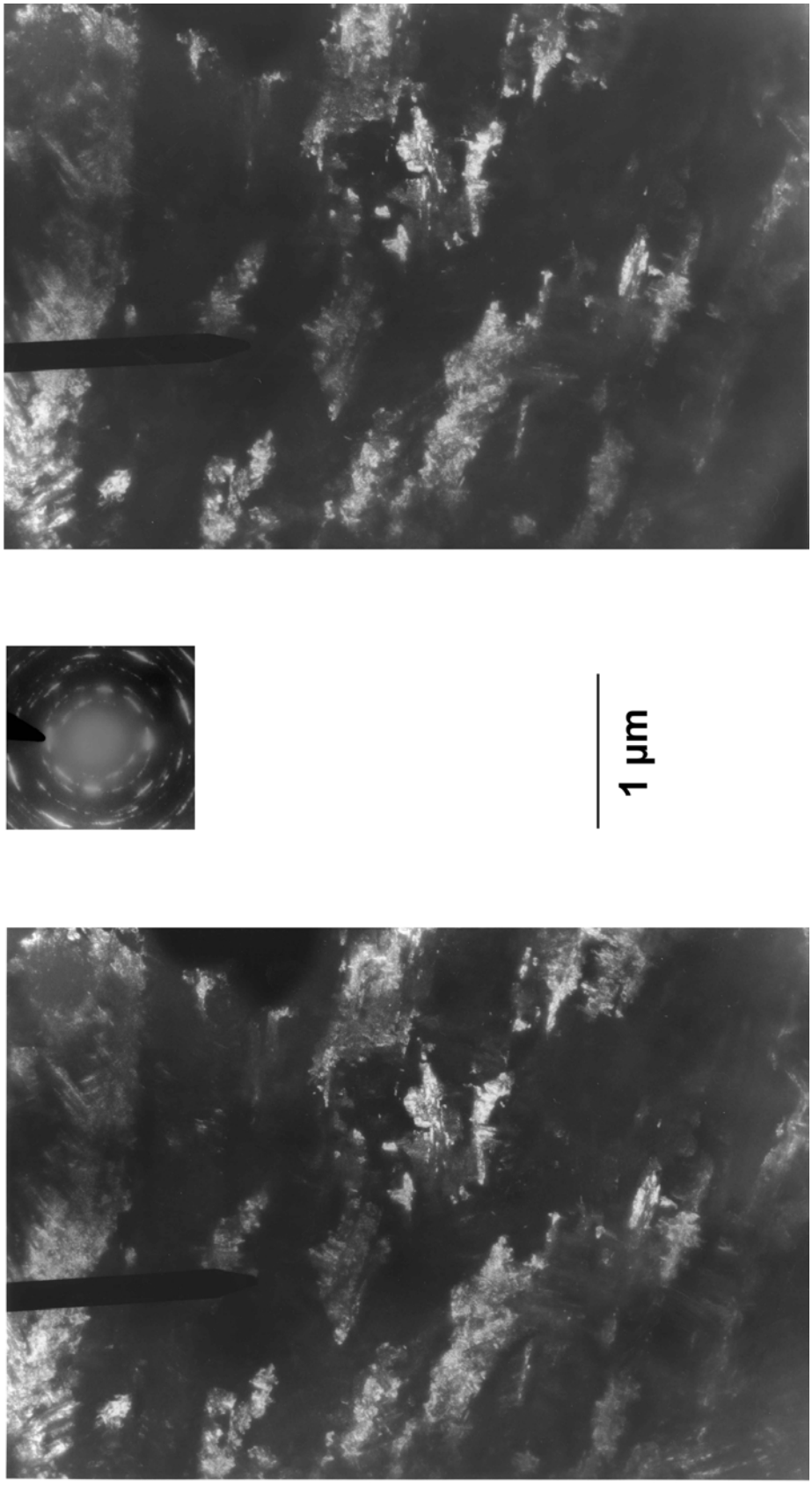

Abbildung 5.24 Stereobildpaar aus SAM 32-2, ∆f = 64 µm, (101)-Ring

Die Richtung der Fasern verläuft annähernd waagerecht durch die Abbildung 5.24. Rechts von der Bildmitte befinden sich zwei ca. 1 µm lange Kristallite, die ungefähr in Faserrichtung ausgedehnt sind. Bei Stereobetrachtung erscheinen diese Flächen in Faserrichtung geneigt. Es handelt sich bei diesen beiden Kristalliten daher um zwei verdrillte Kristalle.

Das Modul Stereo der kommerziellen Bildbearbeitungssoftware ermöglicht es über digitale Bildbearbeitung aus einem Stereobild die Höheninformationen in Form eines Profils sichtbar zu machen. Für den Bildausschnitt in Abbildung 5.25, der die beiden verdrillten Kristalle aus dem Bildpaar in Abbildung 5.24 enthält, wurde dieses Verfahren angewendet.

Zuerst werden manuell die hellen Bildbereiche ausgewählt. Danach berechnet das Programm aus der Parallaxe zwischen den entsprechenden Bildpunkten die Höhenunterschiede und stellt diese in Form eines Gebirgsprofils dar. Die Umsetzung des Bildausschnittes aus Abbildung 5.24 zeigt die Abbildung 5.25. Hier sind der gewählte Ausschnitt aus einem Bild des Stereopaares und das entstandene Höhenprofil einander gegenüber gestellt. Die zusammengehörigen Bildelemente in Abbildung 5.25 a und Abbildung 5.25 b sind mit der gleichen Nummer versehen. Man kann im abgebildeten Höhenprofil die geneigten Flächen erkennen. Die Neigung erfolgt zum Betrachter hin über eine Strecke von ca. 1 µm. In diesem Fall ist die Übereinstimmung zwischen dem Ergebnis aus der Stereobetrachtung und dem Höhenprofil sehr gut zu beurteilen. Bei räumlicher Ansicht zeigt das Stereobildpaar einige ausgeprägte Besonderheiten, die sich im Höhenprofil wiederfinden.

Mit dieser Art der Darstellung der Höheninformation ist es nicht möglich den realen Charakter bei der räumlichen Betrachtung dieser Bilder darzustellen. Bei Stereobetrachtung der Bildpaare, die mit der DDF-Methode aufgenommen wurden, scheinen die hellen Bildelemente zu schweben. Bei den mit Hilfe des Programms erstellten Profilen ist die Fläche unter den Bildelementen ausgefüllt. Die Überprüfung der Höhenprofile ist sicher nicht in allen Fällen so gut nachzuvollziehen, wie in dem dargestellten Ergebnis in Abbildung 5.25 b. Oftmals sind die Höheninformationen zu komplex.

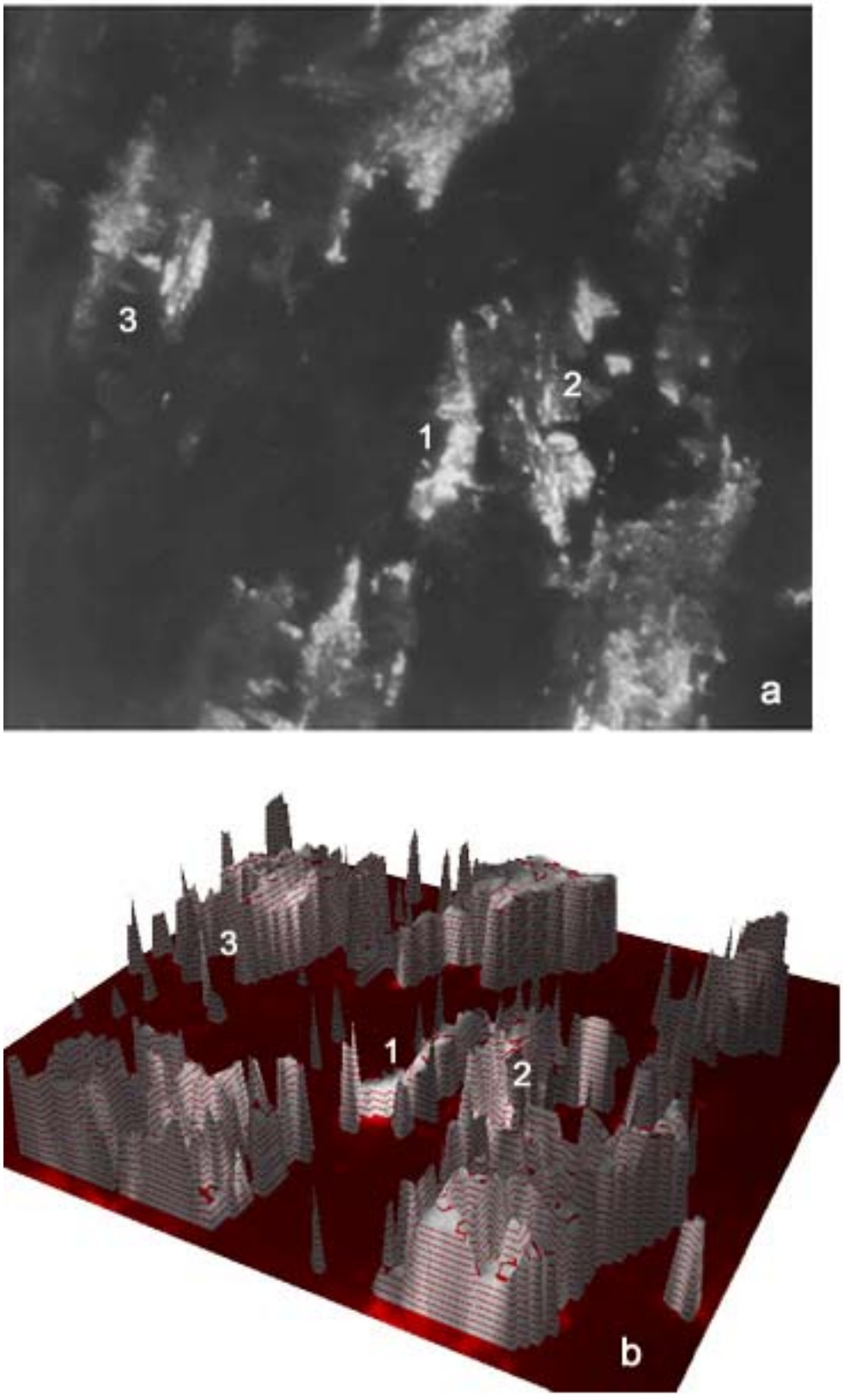

Abbildung 5.25 a Ausschnitt aus Dunkelfeldbild **b** Höhenprofil des Ausschnitts

Die Grenzen des Programms sind sehr schnell erreicht, wenn das Bildpaar sehr feine Strukturen zeigt, wie man sie im Chalzedon sehr häufig findet, z. B. in Abbildung 5.13. Auch die oftmals starken Helligkeitsunterschiede in den Bildern lassen sich mit Hilfe dieser Software nur sehr schlecht und willkürlich durch aufwendige manuelle Bearbeitung erfassen und auswerten. Bei der manuellen Auswahl der hellen Bildbereiche werden die einzelnen Pixel, die zur Erstellung des Höhenprofils beitragen, mit der Hand ausgewählt. Bei komplexen Überlagerungen ist die Zuordnung von zueinandergehörigen Bildpunkten in den einzelnen Bildern für ein Programm dieser Art oftmals nicht eindeutig.

Ein Beispiel für die Grenzen der Software gibt das folgende Beispiel (Abbildung 5.26). Das Bildpaar zeigt bei räumlicher Betrachtung ein Gefüge, in dem die einzelnen Kristallite mosaikartig in kleinere Dimensionen (<100 nm) zerfallen. Zudem scheinen die hellen Wolken teilweise miteinander verzahnt. Die Orientierungsverhältnisse sind in dieser Abbildung sehr komplex, aber bei Stereobetrachtung gut zu erfassen. Die Helligkeit der Bildelemente variiert sehr stark. In der unteren Hälfte des Bildes rechts in dem großen völlig schwarzen Bereich befindet sich zum Beispiel eine relativ dunkle Wolke. Bei der automatischen Bilderfassung des Programms würde diese Wolke nicht erfasst werden.

In Abbildung 5.27 ist das entstandene Höhenprofil zu sehen. Die Höheninformation verschwimmt zu einem fließenden Gebirge. Aus dem Höhenprofil ist über die Charakteristik des Gefüges im Dunkelfeldbild nichts mehr zu entnehmen, obwohl die Auswahl der hellen Bildbereiche im Programm manuell durchgeführt wurde.

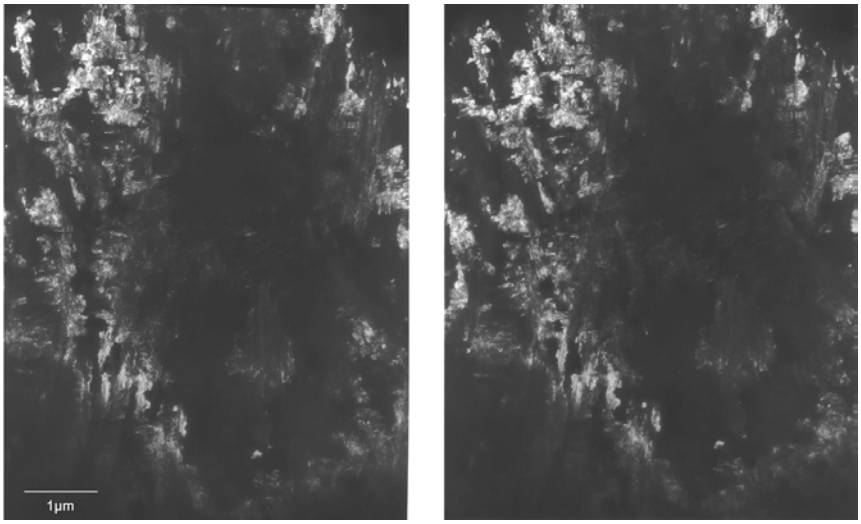

Abbildung 5.26 Stereobildpaar aus SAM 176-5/4, Defokus **±** 30 µm, (101)-Ring

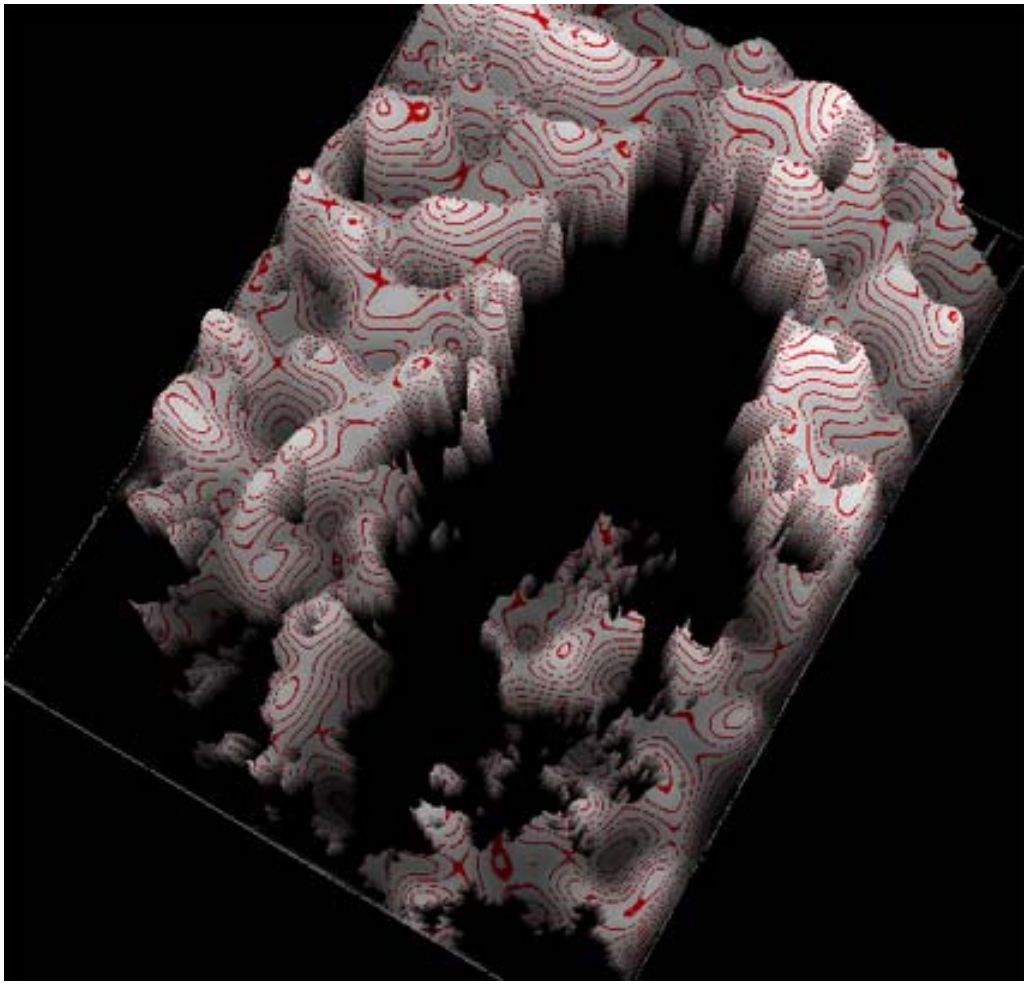

Abbildung 5.27 Höhenprofil zu **Abbildung 5.26**

Anhand der hier dargestellten Ergebnisse bekommt man einen Eindruck von der Komplexität des Gefüges von mikrokristallinem Quarz. Die Schwierigkeit dieser Methode liegt in der Darstellung der Ergebnisse, die nicht jedem Betrachter ohne Hilfsmittel eindeutig zugänglich ist. Die Möglichkeiten der DDF-Methode wurden unter verschiedenen Aspekten betrachtet und diskutiert. Für die spezielle Problemstellung bei der Untersuchung des Gefüges von Chalzedon hat sie sich als sehr geeignet herausgestellt.