Sitzungsberichte der Leibniz-Sozietät *70(2004), 89–108*

Alexander Frischbutter[1], Kurt Walther[1] & Christian Scheffzük[1,2]

Diffraktionsexperimente zur intrakristallinen Strainmessung mit Neutronen- und Synchrotronstrahlung an geologischen Materialien

1. Einführung

Bereits in den frühen 80er Jahren entwickelte sich eine erfolgreiche Zusammenarbeit von Potsdamer Geologen und Physikern sowie Materialwissenschaftlern des Kernforschungsinstituts in Rossendorf bei Dresden mit dem Ziel der neutronographischen Bestimmung kristallographischer Vorzugsorientierungen (Textur) in Gesteinen. Der für Geowissenschaftler interessante Vorteil der Neutronenstreuung war die Erfassung der vollständigen Orientierungsverteilungsfunktion, wohingegen bis dahin mit optischen Mitteln nur die Bestimmung der Häufigkeitsverteilungen einzelner Flächenlagen/Kristallrichtungen möglich gewesen war. Die Experimente beschränkten sich zunächst auf die Untersuchung von Texturen opaker oder kubischer Minerale (z.B. Erze, Salze). In Rossendorf wurden Diffraktionsexperimente mit monochromatischen Neutronen durchgeführt, d.h. für die Beobachtung jeder Netzebene eines Minerals war der dem *Bragg*-Gesetz entsprechende Streuwinkel einzustellen. Mit dem Übergang der Texturforschung auch auf gesteinsbildende Minerale niedrigerer Symmetrie (große Zahl der Reflexe erfordert hohe spektrale Auflösung) erwies sich die Anwendung der Neutronen-Flugzeit-Methode (polychromatischer Neutronenstrahl) als sinnvoll, nicht zuletzt auch, weil der polychromatische Strahl die simultane Beobachtung mehrerer Netzebenen gestattet. Diese Möglichkeit war am Frank Laboratorium für Neutronenphysik des Vereinigten Instituts für Kernforschung (VIK) in Dubna (120 km nördlich Moskau) gegeben. Mit der Inbetriebnahme des Impulsreaktors IBR-2 vor nunmehr 20 Jahren konzentrierte sich dort die Texturforschung

1 GeoForschungsZentrum Potsdam
2 Frank Laboratorium für Neutronenphysik am Vereinigten Institut für Kernforschung, Dubna (Russische Föderation)

am Flugzeitkanal 7A zunehmend auf die Untersuchung geologischer Materialien und es wurden den hieraus erwachsenen experimentellen Anforderungen genügende Diffraktometer geschaffen (NSWR, SKAT). Mit dem Ende der achtziger Jahre fertiggestellten Flugzeitdiffraktometer SKAT stand ein technologisch weitestgehend ausgereiftes Gerät zur Verfügung, das seitdem im Dauerbetrieb ganz überwiegend dem Studium geologischer Materialien dient.

In diesem Stadium wurden die ersten Experimente zur intrakristallinen Strainmessung in Beugungsexperimenten mit Neutronenstrahlung an gesteinsbildenden Mineralien durchgeführt. Die bereits mit vergleichsweise einfachen Experimentaufbauten (EPSILON) erzielten guten Erfolge waren Grundlage für eine sich anschließende, aufwendigere Weiterentwicklung, die zu einem Multidetektor-Diffraktometer führte, mit welchem die gleichzeitige Messung unterschiedlicher Netzebenen für verschiedene Probenpositionen möglich wurde (EPSILON-MDS, 2001). Zum Diffraktometer wurde eine Deformationseinrichtung gebaut (EXSTRESS), welche die neutronographische Vermessung der Änderung von Gitterabständen unter stufenlos wählbaren, einaxialen Belastungen gestattet.

Aus der experimentellen als auch theoretischen Verbindung von Aussagen zu Textureigenschaften und Strainverteilungen in geologischen Materialien sind Beiträge zum besseren Verständnis des Ablaufs von Deformationsprozessen in Gesteinen zu erwarten, wobei der hier gestellte Forschungsansatz speziell auf die Bedingungen der oberen Erdkruste ausgerichtet ist.

2. Physikalische Grundlagen

Die für geologische Untersuchungen bedeutenden Vorteile von Neutronenstrahlung z.B. gegenüber Röntgenstrahlung liegen in der um Größenordnungen geringeren Absorption, wodurch auch noch Probenvolumina von mehreren cm^3 erfaßbar werden und gleichzeitig auch für Kristalle mit großen Einheitszellen hohe spektrale Auflösung möglich ist. Aufgrund hoher Intensität und kleinem Fokus des einfallenden Strahls gestattet Synchrotronstrahlung dagegen vergleichsweise geringere Meßpunktabstände bei guter spektraler Auflösung und vergleichsweise geringerem Meßzeitbedarf. Allerdings können nur Probentiefen bis maximal etwa 1 mm erfasst werden.

Experimentell kann grundsätzlich nur Deformation (ε) und nicht Spannung (σ) gemessen werden. Spannungen werden nach dem *Hook*schen Gesetz bestimmt. Die Deformation (Strain) einer Netzebene (ε_{hkl}) ergibt sich

aus dem Verhältnis der Änderung eines Netzebenabstandes (Δd), bezogen auf den undeformierten Zustand (d_0):

$$\varepsilon_{hkl} = \frac{d^{hkl} - d_0^{hkl}}{d_0^{hkl}}$$

Der Stress-Tensor (drei normale und sechs tangentiale Komponenten) ist ein symmetrischer Tensor zweiter Ordnung mit sechs unabhängigen Komponenten. Mißt man den Strain in (mehr als) sechs Richtungen bezogen auf ein Probenkoordinatensystem [x,y,z], erhält man die Strainkomponenten durch Lösen eines (überbestimmten) Systems linearer Gleichungen.

In einem Beugungsexperiment wird der Strain parallel zur Richtung des Beugungsvektors, d.h. in Richtung der Bisektrix zwischen einfallendem und gebeugtem Strahl (parallel zur Normalen auf die beugende Netzebene) gemessen. Führt man für die Richtung des Beugungsvektors Polarkoordinaten ein (Φ ... Azimut, Rotationswinkel; Ψ ... Polar-, Kippwinkel) erhält man den auf das Probenkoordinatensystem bezogenen Ausdruck für den richtungsabhängigen Strain (Noyan, 1992), worin die Terme ε_{ij} die gesuchten Komponenten des Strain-Tensors sind:

$$\varepsilon(\Phi,\Psi) = \frac{d_{\Phi\Psi} - d_0}{d_0} = \varepsilon_{11}\cos^2\Phi\sin^2\Psi + \varepsilon_{12}\sin 2\Phi\sin^2\Psi + \varepsilon_{22}\sin^2\Phi\sin^2\Psi + \varepsilon_{33}\sin^2\Psi - \varepsilon_{33}$$
$$+ \varepsilon_{13}\cos\Phi\sin 2\Psi + \varepsilon_{23}\sin\Phi\sin 2\Psi$$

Die *Bragg*-Gleichung ($n\lambda = 2d\sin\Theta$) enthält zwei Variable zur Bestimmung eines Netzebenenabstandes d: die Wellenlänge λ und den Beugungswinkel Θ. An einem stationären Reaktor (z.B. Rossendorf oder Hahn-Meitner-Institut Berlin) erhält man durch Reflexion an Monokristallen einen monochromatischen Strahl mit konstantem Neutronenfluß. Zur Auswahl eines bestimmten Netzebenenabstandes d_{hkl} wird der Streuwinkel Θ variiert. Gute Auflösungen für kleine 2Θ-Bereiche sind durch Mehrfachreflexion (z.B. an gebogenen Si-Kristallen) zu erzielen.

Die Flugzeitmethode (Dubna) nutzt den Dualismus von Teilchen- und Welleneigenschaften von Neutronen, wonach man ihnen sowohl eine kinetische Energie (Impuls) als auch eine Wellenlänge zuordnen kann (*De Broglie*-Gleichung). Danach ist die Flugzeit (t) der Neutronen vom Moderator über die Probe zum Detektor direkt proportional zu ihrer Wellenlänge:

$$d_{hkl} = \frac{h}{2m_0} \cdot \frac{1}{\sin\Theta} \cdot \frac{1}{l_1 + l_2} \cdot t$$

Die Genauigkeit des Experimentes, also die Auflösung des Diffraktometers, läßt sich erhöhen, indem man die Flugstrecke (l) verlängert. Andererseits steigt mit wachsender Flugstrecke der Verlust an Neutronen. Der Intensitätsverlust durch die lange Flugstrecke wird durch einen Neutronenleiter in Grenzen gehalten. Er hat einen Querschnitt von 50x170 mm^2. Seine Glaswände sind innen mit einem natürlichen Ni-Isotopengemisch bedampft.

Der Neutronenfluß beträgt an der Moderatoroberfläche im Impuls $5x10^{15}$ N $cm^{-2}s^{-1}$, im zeitlichen Mittel $8x10^{12}$ N $cm^{-2}s^{-1}$. Am Probenort von EPSILON-MDS erreicht der Neutronenfluss einen Wert von $\approx 10^6$ N $cm^{-2}s^{-1}$. Für das Experiment werden thermische Neutronen, also Neutronen mit Wellenlängen von der Größenordnung der Elementarzellen der zu untersuchenden Minerale, genutzt.

Flugzeitexperimente erfordern einen gepulsten Neutronenstrahl. Ein solcher kann entweder an stationären Reaktoren auf mechanischem Wege durch einen „Chopper“, an gepulsten Quellen (z.B. der gepulste Reaktor IBR-2 in Dubna) oder durch Beschleuniger, die Neutronen durch Spallation generieren, erzeugt werden.

3. Das Neutronen-Flugzeit-Diffraktometer EPSILON-MDS

Das Straindiffraktometer EPSILON-MDS teilt sich mit dem Texturdiffraktometer SKAT den Flugzeitkanal 7A des Impulsreaktors IBR-2 in Dubna. Der Neutronenleiter hat eine Länge von etwa 102 m und ermöglicht so Messgenauigkeiten von $4x10^{-3}$ bei Netzebenenabständen >2Å.

Grundbaustein des Diffraktometers ist ein vierachsiges Goniometer (eine Rotationsachse und drei, senkrecht zueinander angeordnete Translationsachsen, angetrieben durch Schrittmotoren). Neun Radialkollimatorblöcke sind auf einem Ring um das Probenzentrum in einer Ebene senkrecht zum einfallenden Strahl befestigt. Am Ausgangsfenster der Kollimatoren sind mehrere (maximal neun) ^{3}He-Detektoren (10 mm Ø, 200 mm lang) angeordnet, so dass ein Streuwinkelbereich von $82° \leq 2\Theta \leq 98°$ überstrichen wird. Dabei ist dem zentralen Detektor-Zählrohr der Streuwinkel $2\Theta = 90°$ zugeordnet (Walther et al., 2000). Die Konstruktion ermöglicht es, daß die von Netzebenen in verschiedenen Probenpositionen abgebeugten Neutronen gleichzeitig erfaßt werden können (Abb. 1).

Jeder Radialkollimator besteht aus 48, mit GdO_2 bedampften Folien, angeordnet in einem Winkelabstand von 20 Winkelminuten. Die Transparenz der Kollimatoren beträgt 90–95%. Ein durch den großen 2Θ-Bereich sich ergebender Verlust an spektraler Auflösung und Unterschiede im Betrag sekun-

därer Laufwege, die aus der Anordnung der Detektoren auf einer ebenen Fläche am Ausgang der Kollimatoren folgen, werden mittels elektronischer Flugzeitfokussierung, d.h. die Verwendung variabler Breiten des Flugzeitanalysators behoben. Im Ergebnis können alle Spektren eines Kollimators addiert werden. Der Intensitätsgewinn in ersten Testmessungen betrug etwa 100 %.

4. Das Synchrotrondiffraktometer (ROBL) an der European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) in Grenoble (F)

Auch wenn die Eindringtiefe von Synchrotronstrahlung vergleichsweise gering bleibt, stellt die Methode doch auch für geowissenschaftliche Fragestellungen eine sinnvolle Ergänzung zur Neutronenstrahlung dar, weil hohe Energie und Intensität sowie ein sehr kleiner Strahlfokus Meßlinien mit geringen Punktabständen ermöglichen, d.h. die Untersuchung lokaler Effekte (Textur als auch Strain) erlauben und nur relativ kurze Meßzeiten erforderlich sind.

Am Synchrotrondiffraktometer ROBL werden alternativ radiochemische und festkörperphysikalische Untersuchungen durchgeführt. Meßzeit kann man über das Einreichen von Forschungsvorschlägen zugesprochen bekommen. Das Diffraktometer wurde vom FZ Rossendorf entwickelt und steht seit 1998 zur Verfügung (Matz et al., 1999). Materialforschung erfolgt hauptsächlich zu strukturellen Fragen von Festkörpern und Schmelzen (Reflexion oder Diffraktion).

Optisches Hauptelement ist ein Doppelkristall-Monochromator zwischen zwei Spiegeln. Der Strahl ist für einen Energiebereich von 5 bis 35 keV ausgelegt. Grundbaustein ist ein Sechs-Kreis-Goniometer, welches Experimente in beiden, senkrecht zueinander stehenden Beugungsebenen ermöglicht. Zur Verfügung stehen verschiedene Detektoren, u.a. auch eine zweidimensionale CCD-Kamera (SMART). Wahlweise sind verschiedene Kollimatoren einsetzbar.

Die Auflösung in Diffraktionsexperimenten wird durch den Monochromator und die Strahldivergenz bestimmt: Für einen Si(111)-Monochromator und Si-Spiegel, 12 keV bei einem vertikal parallelen Strahl ergab sich eine Auflösung von $\Delta d/d \sim 1{,}3 \times 10^{-4}$.

5. Anwendungsbeispiele für geologische Materialien

Die Betrachtung von Gesteinen als „(geologisches) Material“ unter Nutzung der hier umrissenen Methoden war ursprünglich auf die diesbezüglichen Er-

folge der Materialwissenschaftler gegründet. Den wesentlich komplizierteren Bedingungen der Arbeit mit geologischen Materialien jedoch (Mehrphasigkeit und niedrige Kristallsymmetrie der Einzelkomponenten) ist es geschuldet, daß in den Geowissenschaften ein vergleichbares Niveau noch nicht erreicht ist. Während Texturmessungen bereits für eine Vielzahl gesteinsbildender Minerale vorliegen (auch wenn „Gesteinstexturen“ im eigentlichen Sinne für mehrphasige Objekte noch fehlen), steht die Erforschung intrakristalliner Strainverhältnisse noch durchaus am Anfang, sowohl in experimenteller als auch theoretischer Hinsicht. Weniger noch ist bekannt über Zusammenhänge zwischen intrakristallinem Strain (z.B. Mikrostrain, Reststrain) und Textureigenschaften, die auch – aber nicht nur – vor allem im Fall von Mehrfachdeformationen von wesentlichem Einfluß für Spannungsverteilungen sein sollten.

Zunächst standen Reststrainbestimmungen und axiale Deformationsexperimente mit der Neutronen-Flugzeit-Methode an monomineralischen Gesteinsproben, z.B. Quarzsandstein (Frischbutter et al., 2000), Dolomit (Walther et al., 2001), Kalzit (Nikitin et al., 2004; Scheffzük et al., im Druck) im Vordergrund. Später folgten, vor allem unter Nutzung des rekonstruierten Diffraktometers EPSILON-MDS, Experimente mit mehrphasigen Gesteinsproben wie Arkosen, Quarzit-Dunit-Kombinationen, Granit, auch unter Anwendung von Synchrotronstrahlung sowohl zur Problematik lokaler Texturen (Turmalin) als auch kleinmaßstäblicher Strainmessung über Phasengrenzen.

Im folgenden wird hieraus eine Auswahl von Untersuchungsergebnissen zusammengestellt:

5.1 Sandstein

Der Probenkörper war ein kretazischer Sandstein (Elbezone, SE-Deutschland), untexturiert, aber geschichtet, > 95 % Quarz. Die Abb. 2 zeigt ein typisches Neutronen-Flugzeitspektrum mit indizierten Quarzpeaks. Das Ergebnis eines einaxialen Belastungsversuchs (Zylinder 30 mm Ø, 60 mm lang) ist in Abb. 3 dokumentiert. Dargestellt ist der Deformationsverlauf für die Quarznetzebene $(01\bar{1}1/10\bar{1}1)$. Das Elastizitätsmodul E = 66,3 + 6,1 GPa ist durch lineare Regression bestimmt worden. Die Aufzeichnung des Entlastungsverhaltens ergab erwartungsgemäß die für Deformationen 1. Art (Makrostrain) charakteristische Peakverschiebungen hin zu größeren Netzebenenabständen, bzw. längeren Flugzeiten (Abb. 4).

5.2 Dolomit

Das Probenmaterial war ein oolithischer Dolomit mit teilweise deutlichen, aber nicht durchgehend einheitlichen, bereits makroskopisch erkennbaren Deformationen der Ooide (Abb. 5), die sich auch in einer schwachen, kristallographischen Vorzugsorientierung widerspiegeln (Abb. 6).

Diese Textur, wahrscheinlich aber auch stärkere Inhomogenitäten im Porenraum und in der Struktur des Gesteins sind mögliche Ursachen für die größeren Fehlerbalken der Meßwerte. Sie sind hier für drei Dolomit-Netzebenen dargestellt (Abb. 7). Lediglich das sich nach linearer Regression ergebende *Young*sche Modul für den (113)-Peak von 101 GPa entspricht hinreichend genau berechneten Werten (nach Reuss: 104 GPa, nach Voigt: 132 GPa). Auch dieser Umstand hat vermutlich in den genannten Gründen und in der methodischen Problematik der Auswirkung von Peaküberlagerungen seine Ursache.

5.3 Deformation an einer mehrfach deformierten Gesteinsgrenze – Beugungsexperimente mit Neutronen- und Synchrotronstrahlung

Aus Halbzylindern von Dunit und Quarzit ist parallel zur Foliation des Quarzits eine in einem Stahlmantel eingespannten Zylinderprobe (Ø 15 mm, Höhe 10 mm) präpariert worden. Durch eine Schockwelle (16–34 GPa) mit Ausbreitungsrichtung in der Zylinderachse und parallel zur Foliation des Quarzits erfolgte eine Deformation zu den Endmaßen der Probe Ø 18 mm, Höhe 8 mm (Kenkmann et al., 2000).

Die Probe bot damit die Möglichkeit, Reststrainänderungen mit Bezug auf die Grenzfläche zwischen verschiedenen Gesteinen als auch den Einfluß unterschiedlicher, bereits vorhandener Texturen (richtungslos-körniger Dunit gegen stark texturierten Quarzit) im Sinne einer Mehrfachdeformation zu untersuchen. Neutronographisch sind Profilpunkte im Bereich ± 3 mm von der Grenzfläche vermessen worden. Die mit neutronographischer Diffraktion (Abb. 8) erzielten Ergebnisse ermöglichten über die Anwendung der Rietveld-Methode eine Bestimmung der Deformation der Einheitszelle. Für den Quarz ergibt sich danach ein drastischer Abfall residueller Dehnung bis hin zu Kompression mit Annäherung an die Grenzfläche. Aufgrund der gewählten Experimentgeometrie (zwei Detektoren in $2\Theta = 90°$, Grenzfläche in 45°-Stellung zum einfallenden Strahl) werden Basis- und zugehörige Prismenflächen des Quarz-Hauptmaximums in den Detektoren A bzw. B (gefüllte Zeichen, Abb. 8) gemessen. Die gleichen Flächen eines Maximums, welches zwar nur geringe Intensität erreicht, jedoch von kinematisch besonderer Be-

deutung ist, weil es scherende Deformationsanteile in der Gneistextur abbildet, werden in den Detektoren B bzw. A (offene Zeichen, Abb. 8) registriert. Für das Nebenmaximum der Quarztextur ist somit dilatativer Strain deutlich höher als für das Hauptmaximum und zusätzlich der Abfall zur Grenzfläche offensichtlich so stark, daß die sich dabei ergebenden Fehlerbalken (vgl. Daten für das Hauptmaximum) so groß werden, daß ihre Darstellung nicht mehr sinnvoll wurde.

Von der Dunitseite zur Grenzfläche kann nur bedingt eine gerichtete Entwicklung erkannt werden: unter Vorbehalt ist eine leicht steigende Dehnungstendenz zu verzeichnen.

Grundsätzlich erfolgen die Strainvariationen in einem sehr eng um die Grenzfläche begrenzten Bereich.

An der gleichen Probe sind Diffraktionsexperimente mit Synchrotronstrahlung (hohe räumliche Auflösung erlaubt kleine Meßpunktabstände) durchgeführt worden (3 Profillinien zu je 18 Meßpunkten im Abstand von 0,5 mm, vgl. inset Abb. 10).

Während sich Makrostrain in der Verschiebung von Peakpositionen äußert, verursacht Mikrostrain (Strain im Gitterbereich) eine Peakverbreiterung. Damit bieten Beugungsexperimente die gegenüber allen anderen Methoden einzige Möglichkeit, auf dem Wege von Peakformanalysen Mikrostrainzustände zu bestimmen.

Die Abb. 9 zeigt, wie mit Annäherung an die Gesteinsgrenzfläche (if) ein Quarz- und ein Olivinpeak zunehmend an Intensität bis gegen Null verlieren. Daraus war zu schlußfolgern, daß zur Grenzfläche hin eine Zerkleinerung der beugenden Kristallite bis unter die Grenze der sog. kohärenten Beugungslänge erfolgt ist. Vorangegangene mikroskopische Beobachtungen hatten bereits Kornzerkleinerung bis hin zur Bildung von Schmelzfilmen auf der Grenzfläche (Kenkmann et al., 2000) erkennen lassen. Für eine Formanalyse wurden die Beugungspeaks von Quarz $(11\bar{2}1)$ und Forsterit (031) als Überlagerung einer *Gauss*- und einer *Lorentz*-Form gefittet. Fluktuationen des Mikrostrains sollten sich dabei in Änderungen der Peakbreite des *Gauss*-Peaks äußern. Fluktuationen der Partikelgröße dagegen die Breite des *Lorentz*-Peaks beeinflussen. Nach Scherrer (1918) ergibt sich die Partikelgröße d dabei zu

$$d = \frac{k \cdot \lambda}{b \cdot \cos\Theta}$$

mit λ der Wellenlänge der benutzen Strahlung, Θ des *Bragg*-Winkels, b der Peakbreite auf halber Höhe des Maximums und k einer Konstanten (0,94).

Ist die Intensität des zu untersuchenden Peaks zu klein, so tendiert das verwendete Auswerteprogramm zu sehr kleinen Werten für die Peakbreite des *Lorentz*-Anteils. Entsprechend obiger Formel resultieren daraus unrealistisch große Werte der Teilchengröße und gleichzeitig große Fehler der berechneten Werte. Diese Fälle sind bei der Interpretation der Ergebnisse auszuschließen. Daraus folgt nach Abb. 10, die als inset-Bildchen auch eine Skizze der vermessenen Profillagen enthält, daß eine Korngrößenänderung im Quarzit nur innerhalb der (zur Grenzfläche parallelen) Foliation, jedoch mit graduellen Unterschieden hinsichtlich der Profillage erfolgt ist.

Anders dagegen im Dunitanteil der Probe: Hier erzeugt die überlagerte Schockwelle in dem zuvor richtungslos-körnigen Material eine flächige Strukturierung in Form einer charakteristischen Korngrößenverteilung (Abb. 11), die vom oberen zum unteren Meßprofil und von der Grenzfläche beider Gesteinstypen zum Probenmantel hin einfällt.

Die Strainauswertung des Synchrotronexperimentes (Abb. 12) kann die neutronographisch gewonnenen Ergebnisse grundsätzlich bestätigen, speziell was die Relationen zwischen den Gesteinstypen Dunit und Quarzit an ihrer Grenzfläche anbelangt. Zusätzlich ist eine Verfeinerung der Ergebnisse durch deutlich geringere Meßpunktabstände möglich geworden. Dies betrifft nicht nur Aussagen zum Einfluß unterschiedlicher Positionen im Meßnetz, sondern auch den Einfluß der Wände des Stahlzylinders.

Dilatativer Reststrain im Quarzit ist danach maximal für das Probenzentrum, und in Probenbodennähe zwischen 2 und 7 mm Entfernung von der Grenzfläche deutlich zur Grenzfläche und zur Zylinderwandung bis hin zu kompressiven Zuständen abfallend. Für den oberen scan (in Nähe der offenen Probenseite) ergeben sich entgegengesetzte Relationen (wertet man die extrem hohen Fehlerbalken für Werte in Nähe der Grenzfläche als Ausdruck einer Fortsetzung der sich aus dem vorhergehenden Kurvenverlauf ableitenden Tendenz). Wesentlich indifferenter und zudem nur wenig um das Null-Niveau schwankend ergeben sich die Verhältnisse im Dunitteil: Die Grenzfläche macht sich bis etwa zur Probenmitte durch sehr große Fehlerbalken vor allem für die Werte der unteren beiden Profillinien bemerkbar.

6. Zusammenfassung

Beugungsexperimente mit Neutronen- oder Synchrotronstrahlung eröffnen in der Zusammenarbeit mit Kernphysikern und Materialwissenschaftlern für geowissenschaftliche Fragestellungen eine neue Beobachtungsdimension und können so zur Klärung des Ablaufs von Deformationsprozessen in der

oberen Erdkruste beitragen. Aufbauend auf dieser Kooperation sind in den vergangenen drei Jahrzehnten gute Fortschritte auf dem Gebiet der Texturforschung gemacht worden. Dagegen steht die intrakristalline Strainanalyse auch im internationalen Vergleich noch weitgehend am Anfang ihrer Entwicklung.

Beugungsexperimente mit Neutronen- und Synchrotronstrahlung sind sich gegenseitig sinnvoll ergänzende Methoden für Studien an Geomaterialien (spektrale und räumliche Auflösung, Beobachtungsvolumen).

Der Beitrag konzentriert sich schwerpunktmäßig auf die intrakristalline Strainmessung, stellt hierzu kurz das Straindiffraktometer EPSILON-MDS am VIK Dubna sowie das Synchrotrondiffraktometer ROBL am ESRF Grenoble vor und bringt ausgewählte Ergebnisse von Belastungsexperimenten mit Sandstein, Dolomit (Makrostrain) und mehrphasigen Proben (Dunit-Quarzit). Außerdem werden aus den experimentellen Ergebnissen Diskussionsansätze zu Fragen der Beziehungen zwischen Textur und Strain abgeleitet sowie als Beispiel Möglichkeiten einer Peakformanalyse an Beugungsspektren diskutiert.

Danksagung: Die Arbeiten wurden im Rahmen der BMBF-Projekte 03-DU-BPOT-9, DUO3X4 und durch das GFZ Potsdam gefördert. Die Autoren danken für die kollegiale Unterstützung während der Zusammenarbeit mit den Mitarbeitern des VIK Dubna (Russ), dem ESRF Grenoble (F) und dem FZ Rossendorf (D).

Abbildungen

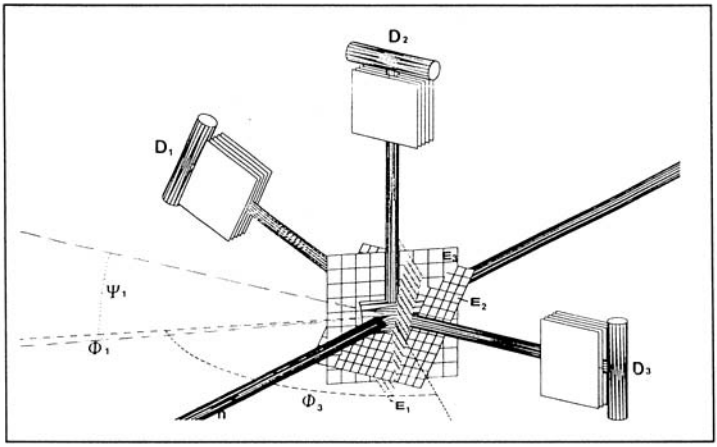


Abb. 1: Konstruktionsprinzip des Straindiffraktometers EPSILON-MDS. Jeder Netzebene (E) ist ein Detektor (D) zugeordnet. Von links unten nach rechts oben ist der einfallende Neutronenstrahl (n) skizziert.

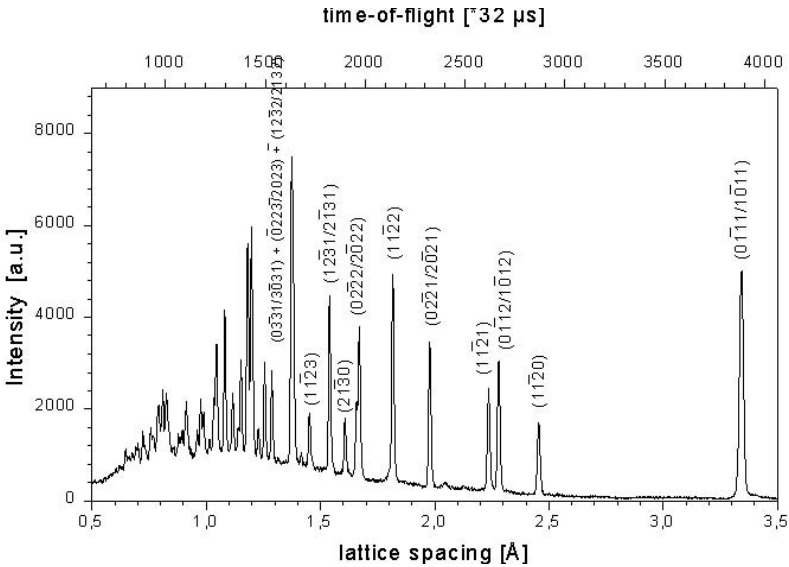


Abb. 2: Neutronen-Flugzeitspektrum einer Sandsteinprobe

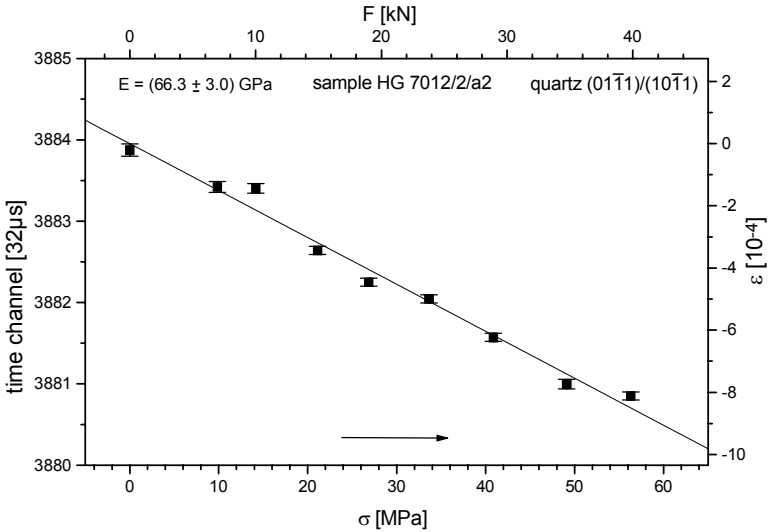


Abb. 3: Strain-Stress-Diagramm zu einem Belastungsexperiment für Quarz in einem Sandstein

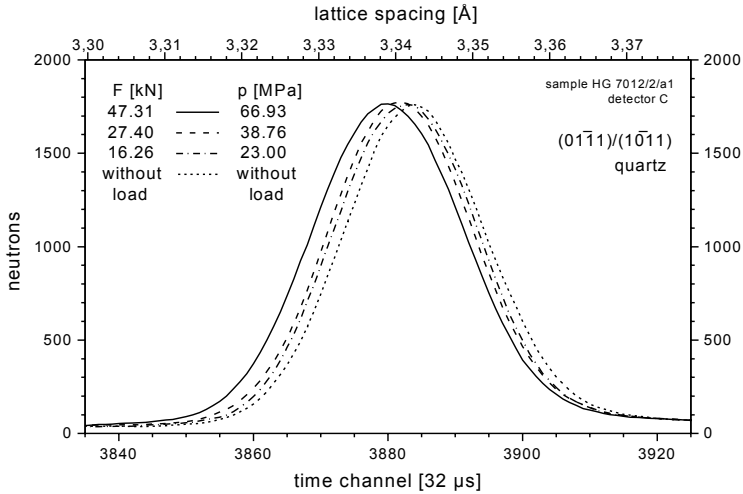


Abb. 4: Peakverschiebung infolge Probenentlastung

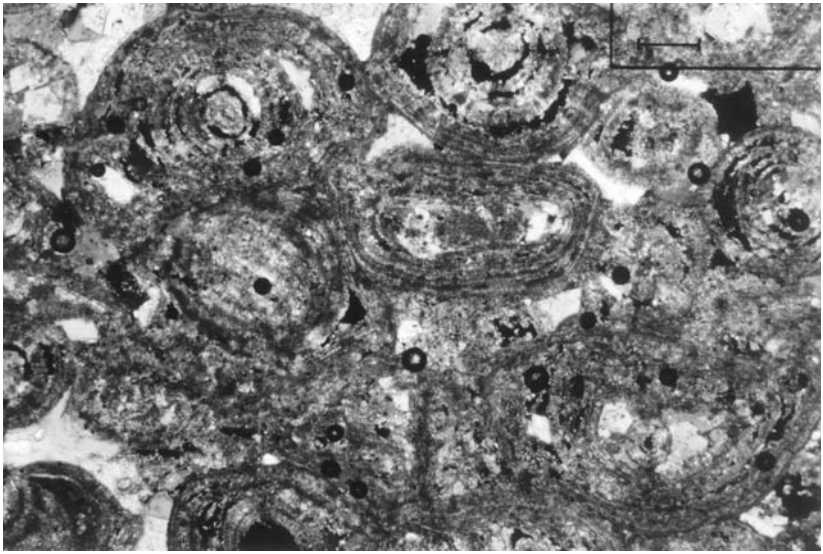


Abb. 5: Dolomit-Mikrofoto, einfach polarisiertes Licht (Maßstab: 0,2 mm)

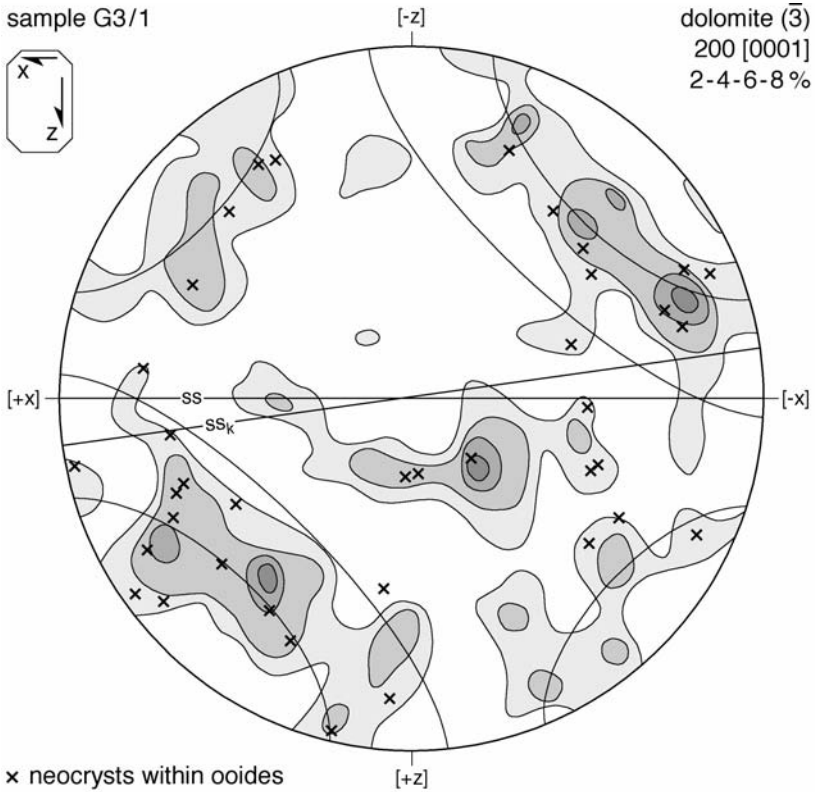


Abb. 6: Dolomit [0001]-Polfigur der Probe

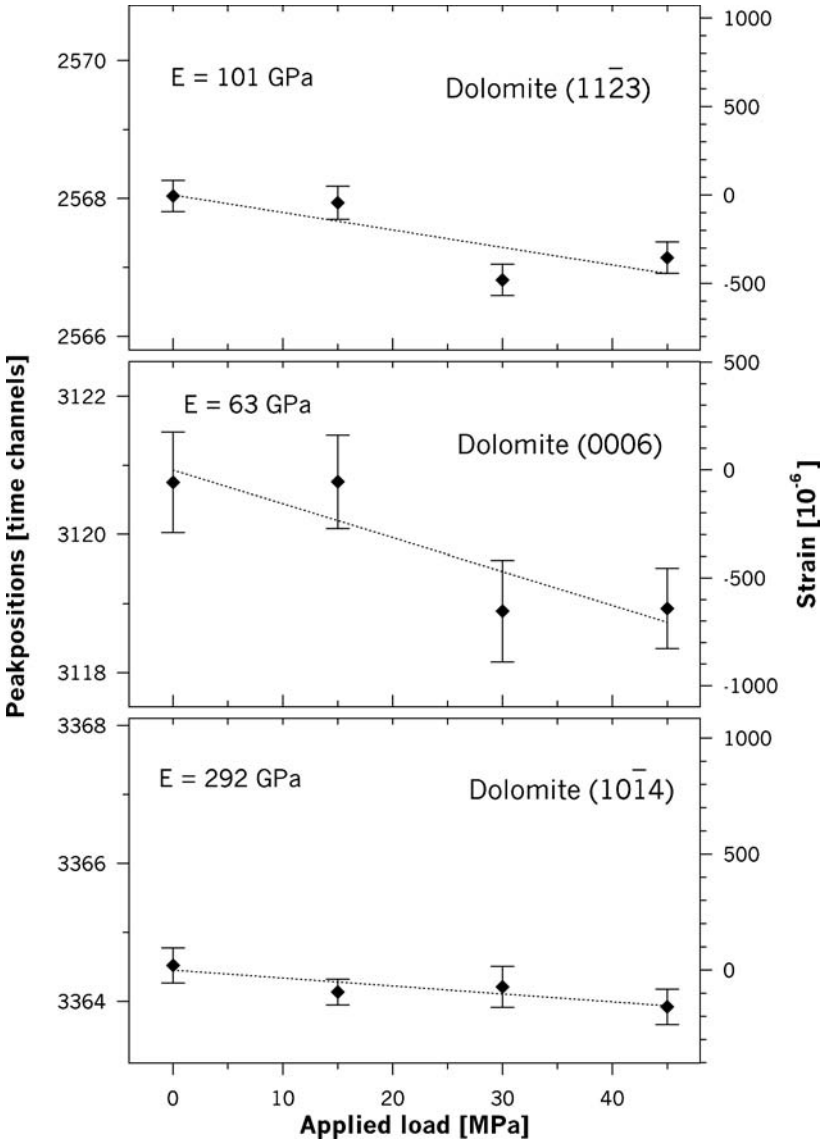
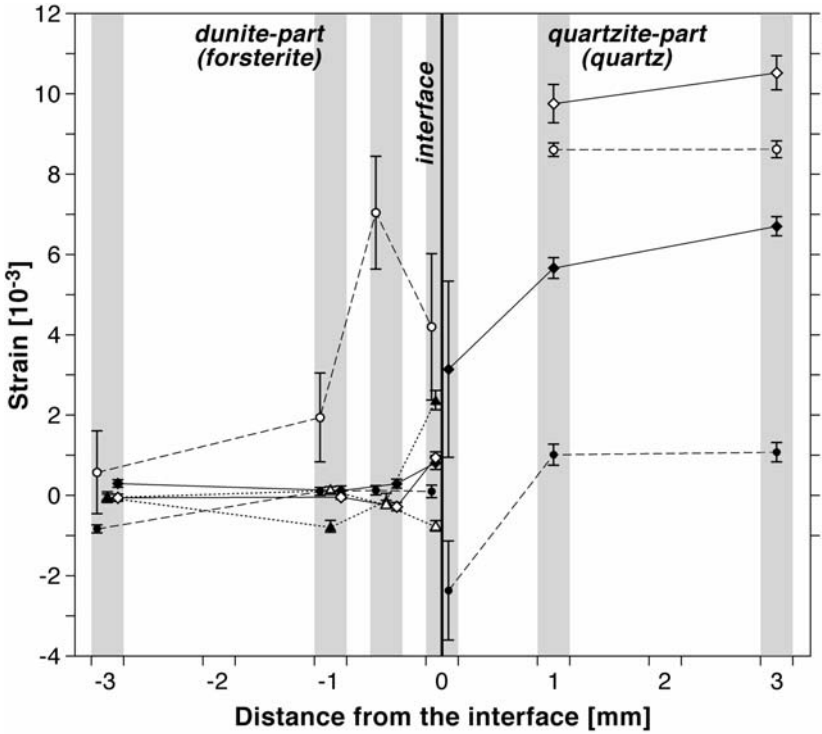


Abb. 7: Strain-Stress Diagramme für drei Netzebenen des Dolomits in einem Belastungsexperiment



detector	forsterite	quartz
A ●---● B ○---○	[100] or	[10$\bar{1}$0] or [01$\bar{1}$0]
A ▲····▲ B △····△	[010]	
A ◆——◆ B ◇——◇	[001] or	[0001]

Abb. 8: Strainentwicklung an einer schock-deformierten Dunit-Quarzit-Grenzfläche, bestimmt mittels Neutronendiffraktion

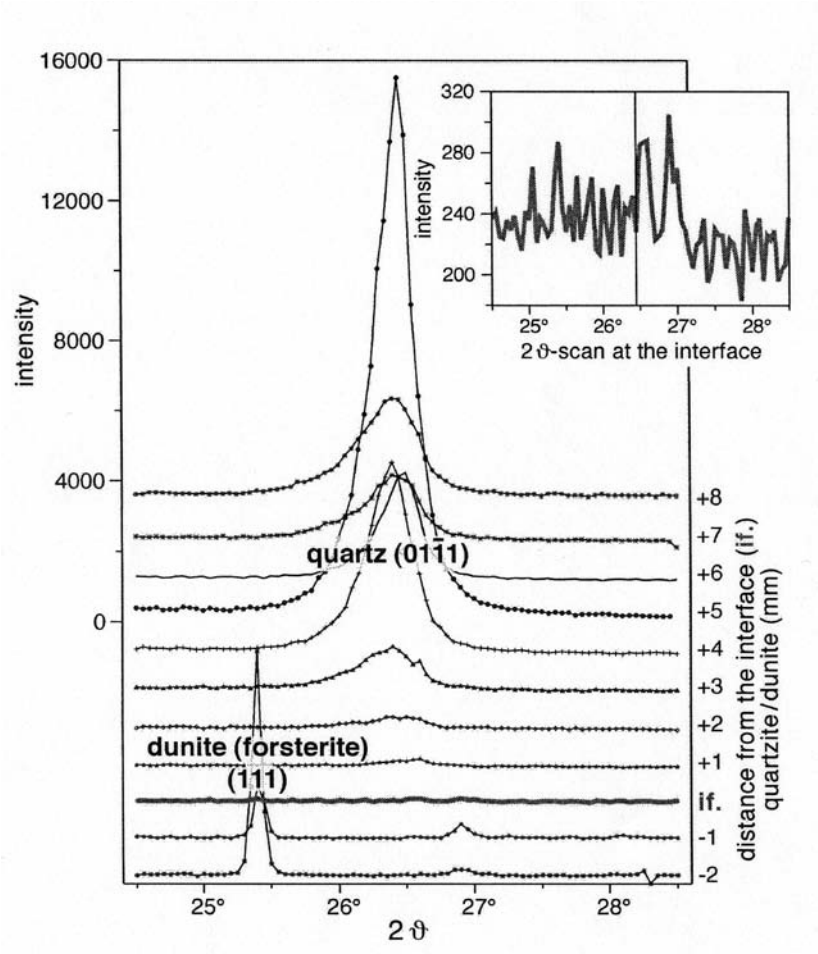


Abb. 9: Entwicklung eines Forsterit- und eines Quarzpeaks beiderseits der deformierten Gesteinsgrenze Dunit-Quarzit

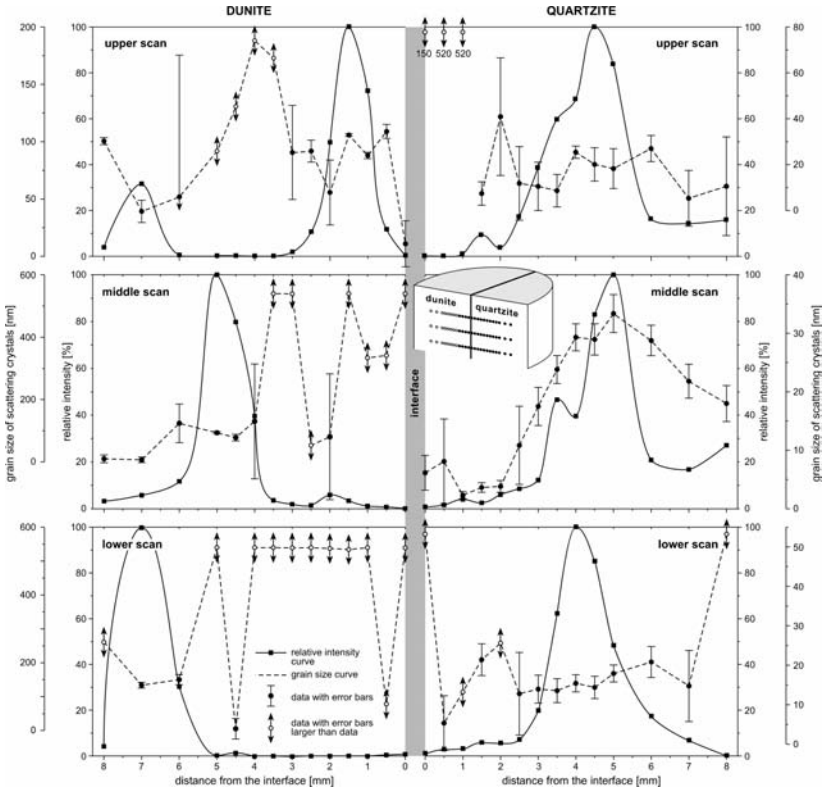


Abb. 10: Ergebnis einer Peakformanalyse zur Abschätzung der Größenentwicklung streuender Kristallite beiderseits der Grenzfläche Dunit-Quarzit

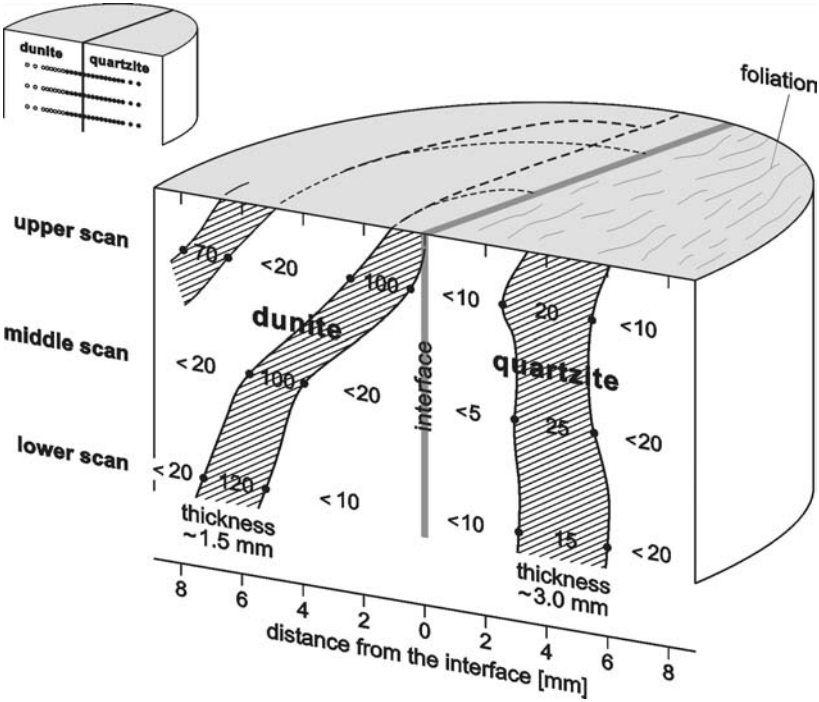


Abb. 11: Kristallitgrößen- und Struktuierungsmuster beiderseits der Grenzfläche Dunit-Quarzit, bestimmt mittels einer Peakformanalyse aus einem Synchrotronspektrum

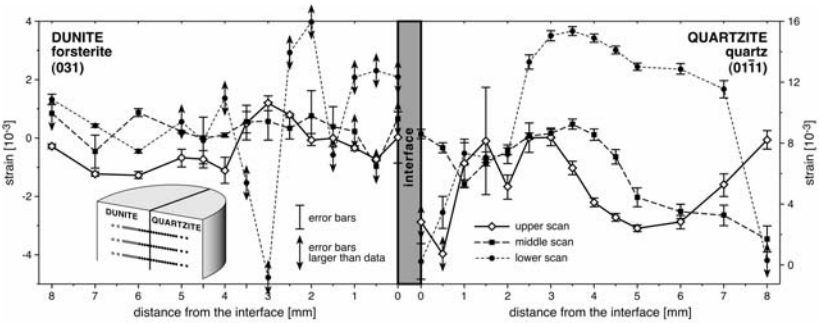


Abb. 12: Reststrainverteilung beiderseits einer überprägten Gesteinsgrenze, bestimmt durch eine Peakformanalyse eines Synchrotronspektrums

Literatur

Frischbutter, A.; Neov, D.; Scheffzük, Ch.; Vrana, M.; Walther, K. (2000): Lattice strain measurements on sandstone under load using neutron diffraction. – J. struct. Geol. 22, Elsevier Amsterdam:1587–1600.

Kenkmann, T.; Hornemann, U.; Stöffler, D. (2000): Experimental generation of shock-induced pseudotachylites along lithological interfaces. – Meteoritics and Planetary Science 35, University of Arizona: 1275–1290.

Matz, W.; Schell, N.; Bernhard, G.; Prokert, F.; Reich, T.; Claußner, J.; Oehme, W.; Schlenk, S.; Dienel, S.; Funke, H.; Eichhorn, F.; Betzl, M.; Pröhl, D.; Strauch, G.; Hütting, H.; Neumann, W.; Brendler, V.; Reichel, P.; Denecke, M.A.; Nitsche, H. (1999): ROBL - a CGR beamline for radiochemistry and materials research at the ESRF. – J. Synchrotron Rad. 6, Blackwell Publishing Oxford: 1076–1085.

Nikitin, A. N.; Ivankina, T.I.; Sobolev, G.A.; Scheffzük, Ch.; Frischbutter, A.; Walther, K. (2004): Neutron Diffraction Study of Intracrystalline Strains and Stresses in a Marble Sample at High Temperatures and External Mechanical Loads. – Izvestiya, Physics of the Solid Earth, vol. 40, 1, Moscow: 83–90.

Noyan, I. C. (1992): The Theory of Stress/Strain Analysis with Diffraction. – In: M.T. Hutchings and A.D. Krawitz (ed.): Measurement of Residual and Applied Stress Using Neutron Diffraction – NATO ASI Series E: Applied Sciences, vol. 216, Plenum Publishing Corporation New York: 51–65.

Scheffzük, Ch.; Siegesmund, S.; Koch, A. (2004): Strain investigations using neutron time-of-flight diffraction on calcite marbles. – Environmental Geology, Springer Verlag Heidelberg (im Druck)

Scherrer, P. (1918): Bestimmung der Größe und der inneren Struktur von Kolloidteilchen mittels Röntgenstrahlen. – Göttinger Nachrichten, Math.-Phys., Georg-August-Universität Göttingen: 98–100.

Walther, K..; Scheffzük, C.; Frischbutter, A. (2000): Neutron time-of-flight diffractometer EPSILON for strain measurements: layout and first results. – Physica B, Condensed Matter 276-278, Elsevier Amsterdam: 130–131.

Walther, K.; Scheffzük, Ch.; Frischbutter, A. (2001): Strain-stress experiments on dolomite using neutron TOF diffraction. – Fisika Semli, 2001/1, Moscow: 32–40.