



**KERNFORSCHUNGSANLAGE JÜLICH GmbH**

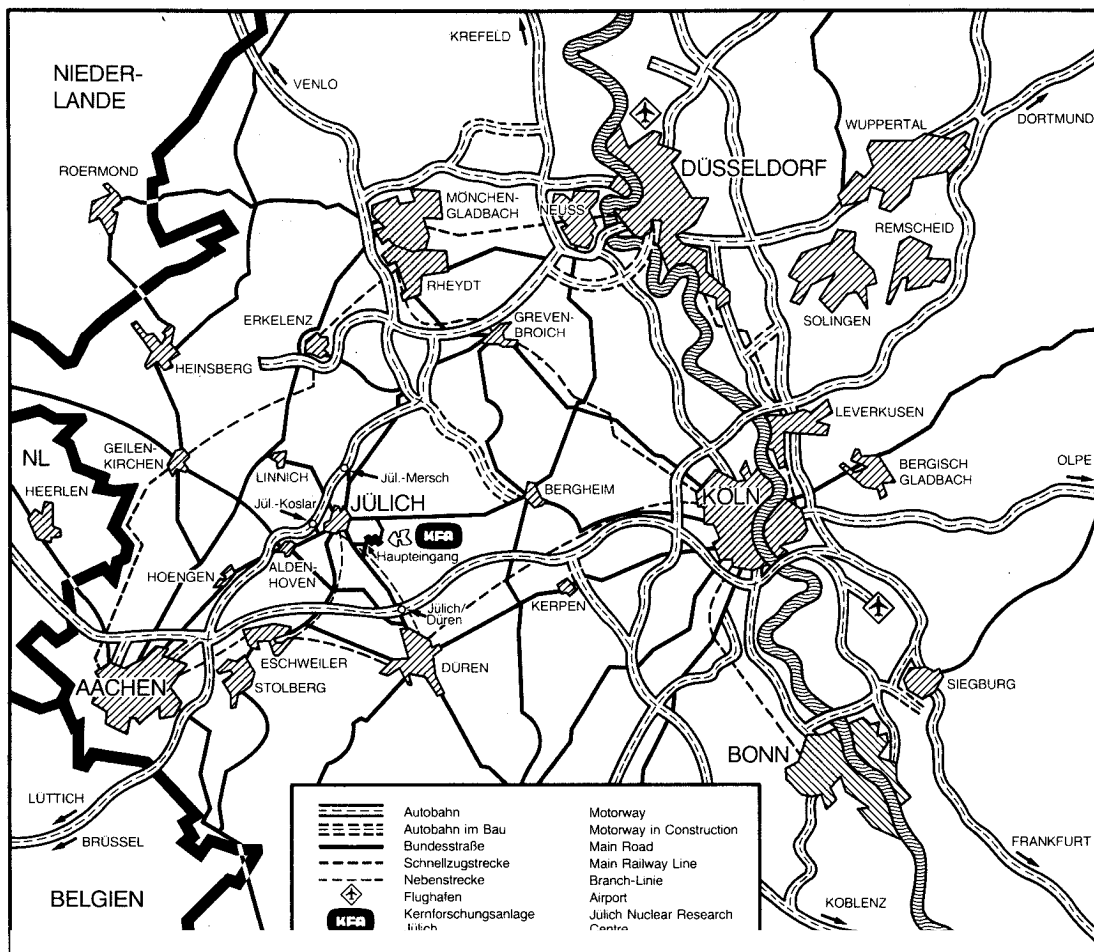
**Institut für Festkörperforschung**

**Texturanalyse an Metallen und  
Mineralien und Bestimmung von  
Meteorit-Mikrostrukturen  
mit Neutronenbeugung**

von

Sabine Höfler

**Jül-2274  
April 1989  
ISSN 0366-0885**



Als Manuskript gedruckt

## Berichte der Kernforschungsanlage Jülich – Nr. 2274

Institut für Festkörperforschung Jül-2274

Zu beziehen durch: ZENTRALBIBLIOTHEK der Kernforschungsanlage Jülich GmbH

Postfach 1913 · D-5170 Jülich (Bundesrepublik Deutschland)

Telefon: 02461 / 610 · Telex: 833556-0 kf d

# **Texturanalyse an Metallen und Mineralien und Bestimmung von Meteorit-Mikrostrukturen mit Neutronenbeugung**

Mitteilung aus dem Mineralogischen Institut der Universität Bonn  
Außenstelle für Neutronenbeugung in Jülich  
in Zusammenarbeit mit der Kernforschungsanlage Jülich (IFF, ZFK)  
Förderungsvorhaben des Bundesministers für Forschung und Technologie

von

Sabine Höfler

D 5 (Diss. Uni. Bonn)



# Inhaltsverzeichnis

|                                                                              |           |
|------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>1.0 Zusammenfassung</b>                                                   | <b>1</b>  |
| <b>2.0 Einleitung</b>                                                        | <b>3</b>  |
| <b>3.0 Grundlagen der Texturanalyse</b>                                      | <b>5</b>  |
| 3.1 Definition des Begriffs "Textur"                                         | 5         |
| 3.2 Graphische Darstellung von Orientierungen                                | 6         |
| 3.3 Interpretation von Vorzugsorientierungen                                 | 9         |
| 3.4 Experimentelle Methoden                                                  | 11        |
| 3.4.1 Messung von Einzelorientierungen                                       | 12        |
| 3.4.2 Polfigurmessungen durch Diffraktionsmethoden                           | 13        |
| 3.4.3 Polfigurmeßtechniken mit Röntgenbeugung                                | 14        |
| 3.4.4 Meßpunktmuster für Polfiguren                                          | 17        |
| 3.4.5 Polfigurmeßtechniken mit Elektronenbeugung                             | 19        |
| <b>4.0 Neutronenbeugung und Texturanalyse</b>                                | <b>21</b> |
| 4.1 Grundlagen der Neutronenstreuung                                         | 21        |
| 4.2 Besonderheiten der Neutronenbeugung für die Texturanalyse                | 27        |
| 4.3 Polfigurmeßtechniken mit Neutronenbeugung                                | 29        |
| <b>5.0 Polfigurmessungen auf dem Bonner Vierkreisdiffraktometer am FRJ-2</b> | <b>31</b> |
| 5.1 Beschreibung des Diffraktometers                                         | 31        |
| 5.2 Meßablauf                                                                | 33        |
| 5.3 Datenanalyse                                                             | 37        |
| <b>6.0 Texturanalyse mit Neutronen - Proben und Ergebnisse</b>               | <b>41</b> |
| 6.1 Calcitgesteine                                                           | 43        |
| 6.2 Hämatit-Erze                                                             | 48        |
| 6.3 Mehrphasige Proben                                                       | 53        |
| 6.3.1 Quarz-Magnetit-Bändererz                                               | 54        |
| 6.3.2 Mylonitserie Palm Canyon                                               | 57        |
| 6.4 Metalle                                                                  | 61        |
| 6.4.1 Walzprofilierte Stahlbleche                                            | 61        |
| 6.4.2 Kaltgewalzte Titanbleche                                               | 64        |
| 6.5 Magnetisches TbAg bei tiefen Temperaturen                                | 68        |
| <b>7.0 Mikrostrukturen von Eisennickelmeteoriten</b>                         | <b>73</b> |
| 7.1 Polfiguraufnahmen an Hexaedriten                                         | 74        |
| 7.1.1 Probenbeschreibung                                                     | 74        |

|            |                                                                                   |           |
|------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| 7.1.2      | Interpretation der Kamacit-Polfiguren                                             | 75        |
| 7.1.3      | Interpretation der Rhabdit-Polfiguren                                             | 79        |
| 7.2        | Polfiguraufnahmen am Oktaedrit                                                    | 83        |
| 7.2.1      | Probenbeschreibung                                                                | 83        |
| 7.2.2      | Interpretation der Polfiguren über die Orientierungsbeziehung Kamacit -<br>Taenit | 84        |
| 7.2.3      | Variantenselektion                                                                | 90        |
| <b>8.0</b> | <b>Literaturverzeichnis</b>                                                       | <b>93</b> |

## 1.0 Zusammenfassung

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde das Vierkreisdiffraktometer der Universität Bonn am Forschungsreaktor FRJ-2 in der Kernforschungsanlage Jülich für Polfigurmessungen zur Textur- und Mikrostrukturanalyse genutzt. Die Besonderheiten der Neutronenbeugung für Texturuntersuchungen liegen in der i.a. geringen Absorption der Neutronen durch Materie begründet. Die hohe Eindringtiefe erlaubt Messungen von großen Probenvolumina (einige  $\text{cm}^3$ ), was Untersuchungen an grobkörnigen Substanzen (bis einige mm Korngröße) und mehrphasigen Materialien ermöglicht. Mit Neutronenbeugung wird stets die globale Textur über das gesamte Probenvolumen bestimmt im Gegensatz zur Röntgenbeugung, die Aussagen über die Oberflächentextur liefert. Im Transmissionsverfahren können vollständige Polfiguren aufgenommen werden, und bei Verwendung kugelförmiger Proben entfällt die Absorptionskorrektur. Außerdem sind wegen der  $2\Theta$ -Unabhängigkeit der Kernstreuungslänge Polfigurmessungen auch von hochindizierten Reflexen möglich. Das Magnetstreuvermögen der Neutronen kann zur Bestimmung magnetischer Texturen herangezogen werden.

Für das Vierkreisdiffraktometer wurden Programme zur routinemäßigen Messung und Auswertung von Polfiguren entwickelt. An ausgewählten Beispielen werden Texturuntersuchungen von geologischen und metallischen Proben vorgestellt. Die Bestimmung von Vorzugsorientierungen erfolgte an künstlich deformierten Calcit-Gesteinen und natürlichen mittelkörnigen Hämatit-Erzen. Da die geologisch relevanten Gesteine größtenteils aus mehreren Mineralien bestehen, wurde die Verwendbarkeit der Neutronendiffraktion zur Texturanalyse von Phasengemischen an einem Quarz-Magnetit-Erz und an verschiedenen Gesteinen einer Mylonitserie (Minerale Plagioklas, Quarz, Kalifeldspat, Biotit) untersucht. Schwache Texturen wurden an drei Stahlblechen eines walzprofilierten Stahlbandes und an drei unterschiedlich stark kaltgewalzten Titanblechen gemessen. Zusätzliche Geräte zur Veränderung der physikalischen Bedingungen können ohne Schwierigkeiten bei Polfiguraufnahmen mit Neutronenbeugung eingesetzt werden. Dies verdeutlichen die Messungen an einer TbAg-Bulkprobe mit einer neuartigen Tieftemperatureulerwiege bei 77 K und Raumtemperatur.

Polfigurmessungen wurden außerdem zur Bestimmung der Mikrostruktur dreier Eisennickelmeteorite eingesetzt. An zwei hexaedritischen Meteoriten konnte die Verzwillingung des Kamacits nach  $\{211\}$  und in einem Fall die Verwachsungsbeziehung zwischen Rhabdit und Kamacit mit  $\{110\}_{\text{Rh}} \parallel \{210\}_{\text{Kam}}$  und  $\langle 001 \rangle_{\text{Rh}} \parallel \langle 001 \rangle_{\text{Kam}}$  nachgewiesen werden. Am Oktaedrit Gibeon läßt sich die geometrische Beziehung von Kamacit-Lamellen und Taenit-Tapeten als orientierte Verwachsung nach Nishiyama-Wassermann ( $\{110\}_{\alpha} \parallel \{111\}_{\gamma}$ ,  $\langle 001 \rangle_{\alpha} \parallel \langle \bar{1}10 \rangle_{\gamma}$ ) mit Variantenselektion beschreiben.



## 2.0 Einleitung

Unter Textur versteht man die Orientierungsverteilung von Kristalliten in einer polykristallinen Substanz. Die Textur ist eine wichtige Größe zur Charakterisierung von Materialien, da sie maßgeblich die anisotropen physikalischen und chemischen Eigenschaften einer Substanz beeinflusst. Aus diesem Grunde ist die Texturanalyse und die Erforschung von texturbildenden Prozessen seit langem ein wichtiges Gebiet der Materialwissenschaften. Die Grundlagenforschung zum Verständnis der Deformationsmechanismen wird besonders intensiv in der Metallkunde betrieben. Zu den technischen Anwendungen der Texturforschung gehören die Texturkontrolle sowie die Unterdrückung unerwünschter Texturen bei den industriellen Formgebungsverfahren an Metallen.

In den Geowissenschaften wird versucht, aus der Kenntnis der Vorzugsorientierung von Mineralien Informationen über die Verformungsgeschichte der Gesteine zu erhalten und Rückschlüsse auf Deformationsmechanismen bei tektonischen Prozessen zu ziehen. Von geophysikalischem Interesse sind auch die anisotropen Gesteinseigenschaften, die durch die Textur induziert werden können.

In den letzten Jahren hat die Texturanalyse durch die Entwicklung besserer mathematischer Verfahren und durch neue Erkenntnisse in der Deformationstheorie an Bedeutung gewonnen und ein breites Interesse gefunden. Damit einhergehend stiegen die Anforderungen an die experimentellen Methoden, deren Weiterentwicklung und Verbesserung derzeit vorangetrieben wird. Die häufigste Methode zur Bestimmung von Vorzugsorientierungen ist die Polfigurmessung durch Röntgenbeugung. Andere diffraktometrische Verfahren mit Neutronen- und Elektronenbeugung blieben bislang im Hintergrund. Dabei bietet die Neutronendiffraktion für die Texturanalyse besondere Vorteile, bedingt durch die geringe Absorption, die es erlaubt, globale Texturbestimmungen größerer Probenvolumina vorzunehmen. Dadurch werden Texturuntersuchungen an grobkörnigen und mehrphasigen Proben ermöglicht, was vor allem für die Texturanalyse von Gesteinen von großer Bedeutung ist.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde das Vierkreisdiffraktometer der Universität Bonn am Forschungsreaktor FRJ-2 in der Kernforschungsanlage Jülich als Meßplatz für Texturanalyse mit Neutronenbeugung eingerichtet. Die Meßdatensammlung und Meßdatenanalyse wurde durch Entwicklung benutzerfreundlicher Programme optimiert. Die Automatisierung des Meßablaufs und der Auswertung trägt dazu bei, daß am Diffraktometer außer für eigene Forschungsprogramme auch Meßzeit für Forschungsprobleme anderer Hochschulinstitute oder anderer Fachgruppen bereitgestellt werden kann. Die hier vorgestellten Texturanalysen standen im Zusammenhang mit geolo-

gischen Fragestellungen bzw. wurden bei metallischen Proben in Hinblick auf Lösungen technischer Anwendungen durchgeführt.

## 3.0 Grundlagen der Texturanalyse

### 3.1 Definition des Begriffs "Textur"

Der Begriff „Textur“ hat je nach Wissenschaftsgebiet leicht unterschiedliche Bedeutungen. In der Metallkunde versteht man unter Textur die Vorzugsorientierung von Kristalliten in einem polykristallinen Aggregat (z. B. Prask & Choi, 1986; Weiss & Wenk, 1985; Bunge, 1982a, S. 1f.). Betrachtet man im Gesamtprobenvolumen  $V$  ein Volumenelement  $dV$ , das alle Kristallite erfaßt, die eine bestimmte kristallographische Orientierung  $g$  mit einer Abweichung  $dg$  haben, so läßt sich folgender mathematischer Zusammenhang herstellen:

$$\frac{dV}{V} = f(g) dg . \quad [3.1]$$

Die Textur eines Materials wird durch die Funktion  $f(g)$  charakterisiert.  $f(g)$  wird als Orientierungsverteilungsfunktion (OVF, in englischsprachiger Literatur ODF für orientation distribution function) bezeichnet; sie ist ein statistischer Parameter, der eine gemittelte Orientierungsverteilung der Kristallite angibt und Korngrößen bzw. Kornformen unberücksichtigt läßt.

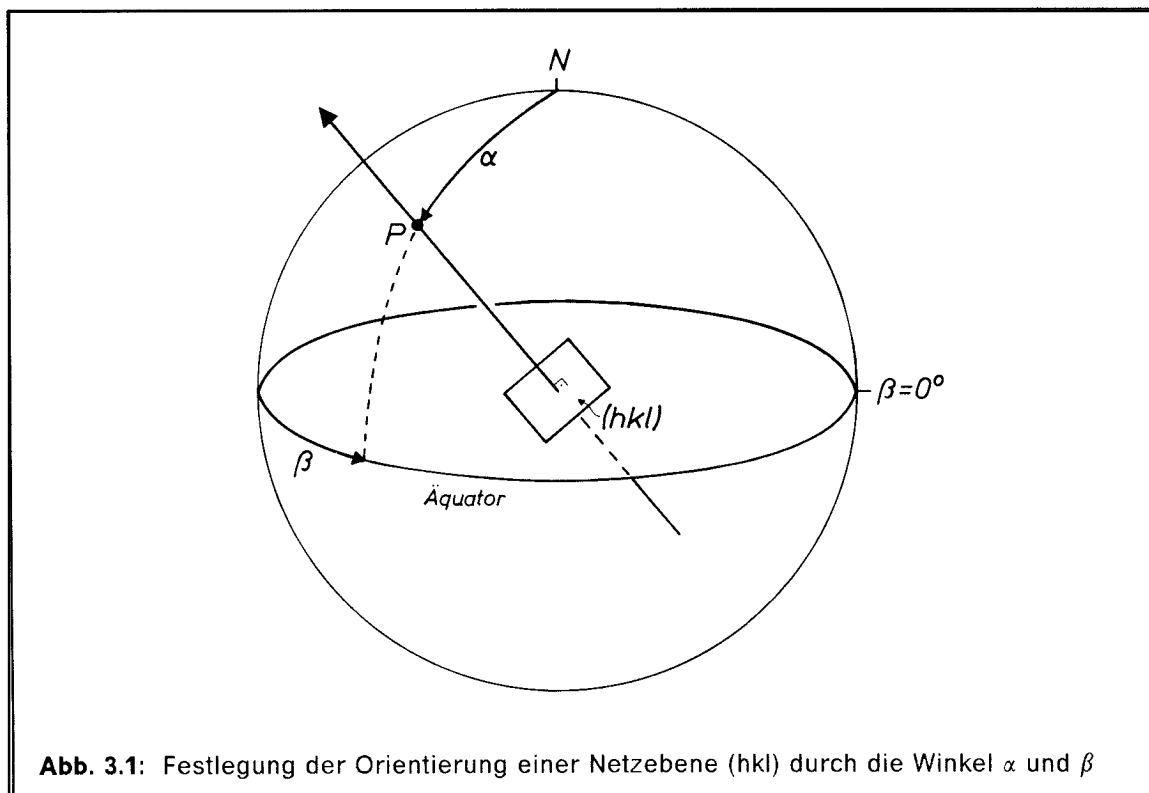
In den Geowissenschaften hat der Begriff „Textur“ eine längere historische Entwicklung durchgemacht (z. B. Weiss & Wenk, 1985; Braun & Murawski, 1969). Das Ziel des Strukturgeologen ist es, die mikroskopische Struktur der Gesteine in Beziehung zu makroskopischen Strukturen wie Schichtung, Schieferung, Faltung etc. zu bringen. Schon früh wurde der Ausdruck Textur für solche Beziehungen verwendet, jedoch mit unterschiedlicher Bedeutung. Teilweise wurde er zur Beschreibung der Korngröße herangezogen; andere Wissenschaftler benutzten ihn zur Unterscheidung bestimmter Korn-Korn-Beziehungen oder Verwachsungen (z. B. porphyrische Textur). Noch sehr gebräuchlich ist in der Petrographie die Verwendung des Texturbegriffs zur Erfassung der Aspekte Kristallinität, Körnigkeit, Form und räumliche Verteilung von Körnern. Bei Murawski (1977, S. 229) ist die Textur als räumliche Anordnung und Verteilung der Gemengteile in einem Gestein definiert. Auch eine nicht geregelte Anordnung wird im Gegensatz zur metallkundlichen Bedeutung mit Textur bezeichnet (Braun & Murawski, 1969). In jüngster Zeit findet jedoch auch in den Geowissenschaften die in der Metallkunde verwendete Definition der Textur als „kristallographische Vorzugsorientierung“ zunehmende Anwendung.

Zur vollständigen Beschreibung der inneren Struktur eines Gesteins bzw. eines jeden Materials ist die Textur allein nicht ausreichend. Sowohl in den Geowissenschaften als auch in der Metallkunde dient dazu der Terminus „Gefüge“, der als Oberbegriff den komplexen Zusammenhang zwischen Phasen verschiedener Zusammensetzung

und Kristallstruktur, Korngröße, Form und Anordnung der Phasen, Orientierungskorrelationen (Phasengrenzen) und der Mikrostruktur (Zwillinge, Versetzungen, Stapelfehler) innerhalb eines Materials umfaßt (z. B. Weiss & Wenk, 1985; Bunge, 1984; Lücke, 1984).

### 3.2 Graphische Darstellung von Orientierungen

Die bekannteste Möglichkeit, Orientierungen von Kristalliten darzustellen, ist die Polfigur. Sie ist eine zweidimensionale Darstellung einer dreidimensionalen Verteilung und gibt für eine spezielle Netzebene (hkl) die Poldichte (Häufigkeit) in Abhängigkeit von zwei Winkelparametern an. Die Konstruktion einer Polfigur aus den Winkelparametern  $\alpha$  und  $\beta$  und der Poldichte ist in Abb. 3.1 dargestellt: Die Normale einer Netzebene (hkl) wird verlängert, bis sie die um den Kristalliten herum konstruierte Lagenkugel (Kugel mit Einheitsradius) durchstößt. Der Durchstoßpunkt P (Pol) ist gekennzeichnet durch den Polabstand  $\alpha$  und das Azimut  $\beta$ . Die Lagenkugel wird in eine Ebene projiziert. In der Metallkunde und Kristallographie ist die Verwendung der stereographischen Projektion (Abb. 3.2 links) üblich, die den Vorteil hat, kreis- und winkeltreu zu sein. Die Lambertsche oder „Equal-area-Projektion“ (Abb. 3.2 rechts), die sich durch Flächentreue auszeichnet, hat sich in der Geologie und Petrologie durchgesetzt. Dem projizierten Punkt P' wird durch die Meßmethode eine Poldichte



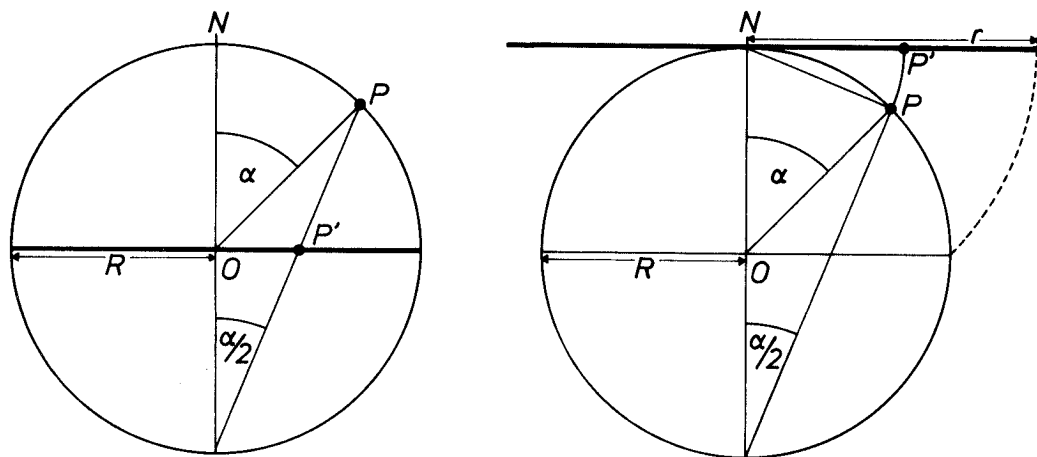


**Abb. 3.2:** Projektionen der Lagenkugel: Die fette Linie gibt die Projektionsebene an.  
*links:* stereographische Projektion, kreis- und winkeltreu.

Projektionskoordinaten:

$$x_{st} = R \tan \frac{\alpha}{2} \cos \beta$$

$$y_{st} = R \tan \frac{\alpha}{2} \sin \beta$$

*rechts:* Lambertsche Projektion, flächentreu.

Projektionskoordinaten:

$$x_{ea} = R \sqrt{2} \sin \frac{\alpha}{2} \cos \beta$$

$$y_{ea} = R \sqrt{2} \sin \frac{\alpha}{2} \sin \beta$$

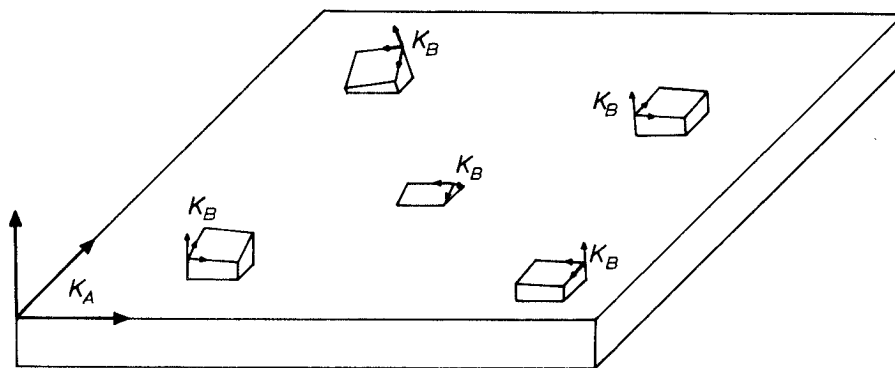
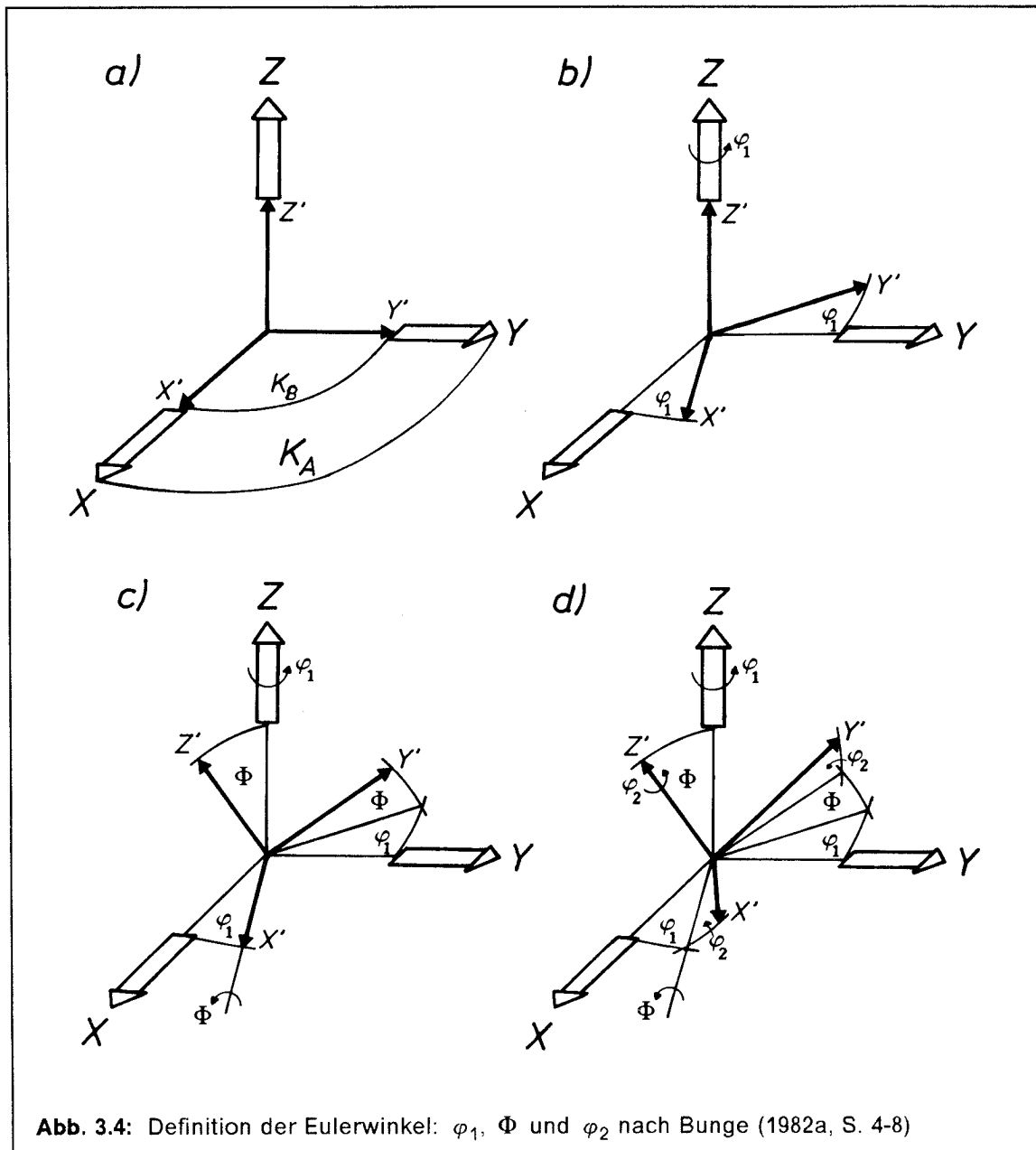


**Abb. 3.3:** Definition der Koordinatensysteme:  $K_A$  - das Koordinatensystem der Probe,  
 $K_B$  - das Koordinatensystem der Kristallite.



zugewiesen. Anschließend werden Linien gleicher Poldichte in die Polfigur eingezeichnet.

Nur in seltenen Fällen kann die Orientierung der Kristallite oder der Volumenelemente experimentell durch drei Winkelparameter bestimmt werden (Einzelorientierungsmessungen). Zur Beschreibung der Kristallorientierungen werden dann zwei Koordinatensysteme eingeführt (Bunge, 1982a, S. 3) (Abb. 3.3). Das eine rechtwinklige Koordinatensystem  $K_A$  wird der Probe zugeordnet. Die Wahl des Koordinatensystems kann beliebig erfolgen, jedoch wird es meist in Anlehnung an die äußere Form festgelegt. Bei Untersuchungen an Blechen wird für gewöhnlich das Koordina-

tensystem so gewählt, daß die X-Achse parallel zur Walzrichtung (rolling direction RD) und die Z-Achse parallel zur Normalenrichtung (normal direction ND) verläuft. Bei geologischen Proben wird das Probenkoordinatensystem zumeist nach Strukturmerkmalen wie Schichtung, Schieferung und Lineation ausgerichtet. Das zweite Koordinatensystem  $K_B$  wird für jeden Kristalliten eingeführt. Es hat einen festen Bezug zu den Kristallachsen; im einfachen kubischen Fall sind die Achsen von  $K_B$  mit den Kristallachsen identisch.

Die Orientierung eines Kristallits wird durch eine Rotation definiert, die das proben-feste System  $K_A$  in das Kristallitkoordinatensystem  $K_B$  überführt. Die Parameter einer Rotation können auf unterschiedliche Weise festgelegt werden. Am häufigsten werden zur Repräsentation einer Rotation die Eulerschen Winkel benutzt (Abb. 3.4): Die Achsen beider Koordinatensysteme sind zunächst parallel angeordnet (Abb. 3.4a). Das Kristallitkoordinatensystem wird dann um die  $Z'$ -Achse um den Winkel  $\varphi_1$  gedreht (Abb. 3.4b). Die zweite Drehung  $\Phi$  erfolgt um die  $X'$ -Achse (Abb. 3.4c), und schließlich eine weitere Drehung um  $Z'$  um den Winkel  $\varphi_2$  (Abb. 3.4d). Die Rotation wird somit durch drei Eulersche Winkel beschrieben und kann also nur in einem dreidimensionalen Raum dargestellt werden. Gebräuchlich ist die Verwendung der Eulerwinkel als kartesische Koordinaten im „Orientierungsraum“ (Eulerraum) mit den Achsen  $\varphi_1$  (von 0 bis  $2\pi$ ),  $\Phi$  (von 0 bis  $\pi$ ) und  $\varphi_2$  (von 0 bis  $2\pi$ ) als asymmetrische Einheit. Die Orientierungsverteilungsfunktion  $f(g)$  ist eine Funktion im Eulerraum. Jedem Punkt  $g(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$  wird ein Wert  $f(g)$  zugewiesen. Die Darstellung der ODF erfolgt meist als Linien gleicher Werte  $f(g)$  in Schnitten durch den Eulerraum (s. z. B. Abb. 6.18). Eine regellose Verteilung (Normalverteilung oder „random distribution“) von Kristalliten ist durch  $f(g)$ -Werte von 1 gekennzeichnet. Ebenso ist in Polfiguren einer Normalverteilung die Poldichte überall 1. Experimentell gemessene Poldichten werden auf die Normalverteilung normiert und anschließend in „multiples of random distribution“ (mrd) ausgedrückt.

Neuere Arbeiten schlagen auch andere Darstellungen der Eulerwinkel vor (s. hierzu den Review-Artikel von Wenk, Bunge, Kallend, Lücke, Matthies, Pospiech, & Van Houtte, 1987).

### 3.3 Interpretation von Vorzugsorientierungen

Die meisten Meßverfahren zur Bestimmung der Vorzugsorientierungen von Kristalliten liefern Meßdaten in Form von Polfiguren. Lange Zeit hindurch wurden die Polfiguren lediglich qualitativ ausgewertet, d.h. maximale Poldichten wurden in Hinblick auf ihre Lage zu bestimmten Probenrichtungen beschrieben. In der Metallkunde war es üblich, Texturen durch sogenannte Ideallagen zu formulieren (Wassermann & Grewen, 1962, S. 5-11, S. 86-92). Bei Fasertexturen (Drähte) werden dabei die Rich-

tungen des Kristallgitters angegeben, die bevorzugt parallel zur Drahtachse liegen (z. B.  $\langle 110 \rangle$ ). Blechtexturen werden durch die Angabe der Netzebenen  $\{hkl\}$ , die hauptsächlich parallel zur Walzebene liegen, und der bevorzugt in Walzrichtung liegenden Richtungen  $\langle uvw \rangle$  in der Form  $\{hkl\} \langle uvw \rangle$  charakterisiert. Eine solche Darstellung liefert zwar nur eine sehr vereinfachende Beschreibung, hat aber den Vorteil, leicht verständlich und einprägsam zu sein. Sie ist auch heute noch vielfach verbreitet. Selbst sehr komplexe Texturen und Peaks der ODF werden durch Kombination mehrerer Ideallagen interpretiert.

In den Geowissenschaften werden Polfiguren ebenfalls anhand ihrer Poldichtemaxima charakterisiert und ihre Lage zu relevanten geologischen Probenrichtungen wie Lineation, Schieferungsflächen, Schichtung und Faltenrichtungen beschrieben. Selten treten singuläre Maxima so ausgeprägt wie bei metallischen Texturen auf. Eher sind Maximahäufungen in gürtelförmiger Anordnung anzutreffen. Betrachtet werden in erster Linie Polfiguren derjenigen Reflexe, die häufig auftretenden Flächen des Minerals entsprechen, z. B. beim Calcit  $r$  ( $10\bar{1}1$ ) und  $e$  ( $01\bar{1}2$ ), oder bei Glimmern die Basalfläche, sowie bei Quarz und Calcit die Polfiguren der  $c$ -Achsen.

Eine quantitative Analyse von Vorzugsorientierungen ist nur über die Bestimmung der Orientierungsverteilungsfunktion  $f(g)$  (ODF) möglich, die eine Dichteverteilung von Orientierungen  $g$  im dreidimensionalen Eulerraum angibt. Eine exakte Berechnung kann lediglich aus Einzelorientierungsmessungen erfolgen. Zumeist wird die ODF jedoch aus den zweidimensionalen Polfiguren berechnet (sog. Polfigurinversion). Die Polfigur  $P(hkl)$  ist folgendermaßen mit der ODF korreliert (Fundamentalgleichung der Texturanalyse):

$$P(hkl) = \frac{1}{2\pi} \int_{[hkl] \parallel [\alpha\beta]} f(g) d\gamma \quad [3.2]$$

$\alpha$ ,  $\beta$  und  $\gamma$  sind die Orientierungswinkel der Kristallrichtung  $[hkl]$  im Probenkoordinatensystem. Der Winkel  $\gamma$  entspricht einer Drehung um den Streuvektor und kann daher durch die mittels Diffraktionsmethoden gewonnenen Polfiguren nicht bestimmt werden. Ein weiterer Informationsverlust bei der Polfigurinversion kann sich aus der Kristallsymmetrie der Substanz ergeben (bei Spiegelebenen und Inversion) (z. B. Bunge, 1982a, S. 100ff.). Die ODF setzt sich aus diesem Grunde immer aus einem aus den Polfiguren bestimmbaren Anteil  $\tilde{f}(g)$  und einem unbestimmbaren Anteil  $\tilde{\tilde{f}}(g)$  zusammen:  $f(g) = \tilde{f}(g) + \tilde{\tilde{f}}(g)$ . Da wegen des Friedelschen Gesetzes bei der Diffraction nicht zwischen zentrosymmetrischen und nichtzentrosymmetrischen Kristallstrukturen unterschieden wird, erhöht sich noch der unbestimmbare Anteil  $\tilde{\tilde{f}}(g)$  der ODF. Der bestimmbare Anteil  $\tilde{f}(g)$  ist stets mit Fehlern (Geistern) behaftet, die über eine gezielte Anpassung von  $\tilde{\tilde{f}}(g)$  korrigiert werden. Dabei wird ausgenutzt, daß negative

$f(g)$ -Werte physikalisch unsinnig sind, da die ODF eine Dichtefunktion ist. Ebenso spielen auch Nullbereiche in den Polfiguren eine wichtige Rolle in der Geisterkorrektur.

In den letzten 20 Jahren wurden verschiedene mathematische Verfahren zur Berechnung der ODF entwickelt, die in Fachkreisen noch immer sehr kontrovers diskutiert werden. Am weitesten ist die Reihenentwicklungsmethode über Fourierreihen, auch **harmonische Methode** genannt, verbreitet (Bunge, 1965; Bunge, 1982a). Als direkte Methoden, die eine Lösung statt im Fourierraum im Realraum berechnen, sind die **Vektormethode** (Ruer & Baro, 1977; Schaeben, Vadon & Wenk, 1985), bei der über die Diskretisierung des Eulerraums und des Polfigurraums Matrizengleichungen gelöst werden, und die **WIMV-Methode** zu nennen (Matthies & Vinel, 1982a, b; Matthies, Wenk & Vinel, 1988). Verschiedentlich sind ausführliche Darstellungen der mathematischen Methoden in Konferenzbänden veröffentlicht worden, z. B. in „Quantitative Texture Analysis“ (ed. Bunge & Esling, 1982) und „Theoretical Methods in Texture Analysis“ (ed. Bunge, 1987). Eine gute Zusammenfassung mit Darstellung der Geisterproblematik und kurzer Beschreibung der Methoden ist während der 8. International Conference on Textures of Materials (ICOTOM 8) unter Beteiligung aller führenden Forscher auf dem Gebiet der mathematischen Texturanalyse entstanden (Wenk, Bunge, Kallend, Lücke, Matthies, Pospiech & Van Houtte, 1987). Durch Verbesserungen an den herkömmlichen und Entwicklung neuer Methoden (MENTEX, Schaeben, 1988) erfährt dieses Gebiet ständig neue Impulse. Für die Zukunft ist eine Standardisierung der Darstellung der ODF, der Geisterkorrekturen und der Angabe eines Reliability-Wertes, ähnlich dem R-Wert der Strukturanalyse wünschenswert (Matthies, Wenk & Vinel, 1988).

In der Metallkunde gehört die ODF-Berechnung - meist nach dem Reihenentwicklungsverfahren - bereits zum festen Bestandteil der Texturanalyse. Das ist vor allem darauf zurückzuführen, daß hochsymmetrische Substanzen (kubisch, hexagonal) mit hochsymmetrischer Textur (orthorhombisch) untersucht werden, für die die Berechnungen leichter anzustellen sind. Die Entwicklung der Programme zur ODF-Berechnung geht immer mehr auch zu niedrigen Kristallsymmetrien hin, die eine größere Anzahl von gemessenen Polfiguren und einen weitaus höheren Rechenaufwand erfordern. In den Geowissenschaften, die in erster Linie die Texturuntersuchung an niedrigsymmetrischen Phasen betreiben, wird die ODF bislang nur sehr vereinzelt verwendet.

### 3.4 Experimentelle Methoden

Die experimentellen Methoden werden ganz allgemein in zwei Gruppen eingeteilt: in die Meßverfahren zur **Einzelorientierungsbestimmung** und in die **integrierenden**

**Meßverfahren.** Die Bestimmung von Einzelorientierungen kann über optische Methoden oder durch Elektronenbeugung erfolgen. Generell sind Einzelmeßwertbestimmungen sehr zeitaufwendig und nur begrenzt automatisierbar. Außerdem haben sie den Nachteil, daß meist nur wenige kristallographische Richtungen erfaßt werden können.

Zu den integrierenden Meßverfahren gehören die Polfigurmessungen durch Diffraktionsmethoden mit verschiedenen Strahlungsarten. Die Vorteile der integrierenden Meßwerterfassung liegen in der Automatisierbarkeit und der Möglichkeit, die Orientierung vieler verschiedener Kristallgitterrichtungen zu bestimmen.

Die folgenden Abschnitte sollen eine Übersicht über die wichtigsten Meßtechniken geben. Weitergehende Beschreibungen von gängigen Meßmethoden sind z. B. von Wenk (1985a) und Bunge (1982b) veröffentlicht. Ausführliche Darstellungen - auch wenig verbreiteter Verfahren - liegen in dem Buch „Experimental Techniques of Texture Analysis“ (ed. H.J. Bunge, DGM Informationsgesellschaft Verlag, Oberursel, 1986) vor.

### **3.4.1 Messung von Einzelorientierungen**

Die Verwendung optischer Methoden zur Bestimmung von Einzelorientierungen ist besonders in den Geowissenschaften weit verbreitet. Die Anisotropie des Brechungsindex in kristallinen Materialien ermöglicht die Messung der Orientierung von optischen Achsen unter dem Polarisationsmikroskop mit Hilfe des Universal-drehtischs an Gesteinsdünnschliffen. Eine vollständige Orientierungsangabe erhält man nur für niedrigsymmetrische, optisch 2-achsige Minerale. Für optisch 1-achsige und optisch isotrope Minerale müssen zur vollständigen Beschreibung der Orientierung zusätzliche, kristallographisch orientierte und mikroskopisch sichtbare Eigenschaften herangezogen werden. Solche charakteristischen Eigenschaften mit bestimmter kristallographischer Orientierung sind z. B. Zwillingslamellen, Gleitebenen oder Ätzgruben. Die Messung von Einzelorientierungen ist sehr zeitaufwendig, zumal eine große Anzahl von Körnern vermessen werden muß, um eine statistisch relevante Aussage über die Textur treffen zu können. Eine Einschränkung ist durch die Korngröße gegeben, da das Korn noch unter dem Mikroskop sichtbar sein soll. Sehr gut geeignet sind die optischen Methoden jedoch zur Betrachtung der Orientierungsbeziehung zwischen benachbarten Körnern sowie zur Bestimmung lokaler Texturinhomogenitäten, der Korngrößenverteilung und der Kornform. Ein Überblick über die mikroskopischen Methoden ist bei Nauer-Gerhardt & Bunge (1986) und teilweise sehr detailliert bei Wenk (1985a) zu finden.

Die Orientierungen sehr kleiner Kristallite können wegen des fein fokussierbaren Strahls durch Elektronenbeugung gemessen werden (z. B. Wenk, 1985a). Wie bei der

Lichtmikroskopie sind nicht nur Aussagen über die Orientierung, sondern auch über die Korngröße, Kornform und besonders über Mikrostrukturen möglich. Einzelorientierungen werden über Kikuchi-Muster oder durch „selected-area-diffraction“ (SAD) im Transmissionselektronenmikroskop bestimmt (Weiland & Schwarzer, 1986). Nachteilig ist die relativ komplizierte Probenpräparation.

### 3.4.2 Polfigurmessungen durch Diffraktionsmethoden

Die weitaus häufigste Meßmethode zur Bestimmung von Kristallitorientierungen ist die diffraktometrische Polfigurmessung mit Röntgenstrahlung. Auch Neutronen- und Elektronenbeugung werden für Polfiguraufnahmen eingesetzt, haben aber eine geringere Bedeutung für die Texturanalyse als die Röntgenbeugung: Die Beugung der genannten Strahlungen an Kristallgittern wird durch das Braggsche Gesetz

$$\lambda = 2d \sin \Theta \quad [3.3]$$

beschrieben, das eine Beziehung zwischen der Wellenlänge  $\lambda$ , dem Abstand der reflektierenden Netzebenen  $d$  und dem Reflexionswinkel  $\Theta$  schafft. Die gemessene Intensität für eine bestimmte Probenorientierung,  $I_{hkl}(\alpha, \beta)$ , ist proportional dem Volumenanteil  $\Delta V(\alpha, \beta)$  der reflektierenden Netzebenen:

$$I_{hkl}(\alpha, \beta) = I_0 R \frac{\Delta V(\alpha, \beta)}{V}. \quad [3.4]$$

$I_0$  ist die Intensität des einfallenden Strahls und  $V$  das bestrahlte Gesamtvolumen. Der Reflektivitätsfaktor  $R = K \times |F_{hkl}|^2 \times L \times P \times A \times D \times j$  faßt die Faktoren zusammen, die die Intensität beeinflussen: Apparatekonstante  $K$ , Strukturfaktor  $|F_{hkl}|^2$ , Lorentzfaktor  $L$ , Polarisationsfaktor  $P$ , Absorptionsfaktor  $A$ , Abschwächung der Intensitäten durch die temperaturabhängige Schwingung der Atome,  $D$ , und die Flächenhäufigkeitszahl  $j$ . Wird nun in geeigneter Weise die Probe um zwei voneinander unabhängige Winkel in alle möglichen Probenorientierungen gedreht und in jeder Position die Intensität an einem festen Streuwinkel  $2\Theta$  gemessen, läßt sich aus den Meßdaten eine Polfigur konstruieren. Die Positionierung der Probe kann mit einer Eulerwiege erfolgen (s. auch Kapitel 3.4.4). Die Poldichte für jede Position,  $P_{hkl}(\alpha, \beta)$ , ist über einen Normierungsfaktor  $N_{hkl}$  mit der an dieser Position gemessenen Intensität  $I_{hkl}(\alpha, \beta)$  verknüpft:

$$I_{hkl}(\alpha, \beta) = N_{hkl} P_{hkl}(\alpha, \beta). \quad [3.5]$$

Der Normierungsfaktor  $N_{hkl}$  kann durch Vergleichsmessungen an unregelmäßig geformten Proben ermittelt oder über

$$N_{hkl} = \frac{\sum_{\alpha=0}^{\pi/2} \sum_{\beta=0}^{2\pi} I_{hkl}(\alpha, \beta) \sin \alpha}{\sum_{\alpha=0}^{\pi/2} \sin \alpha} \quad [3.6]$$

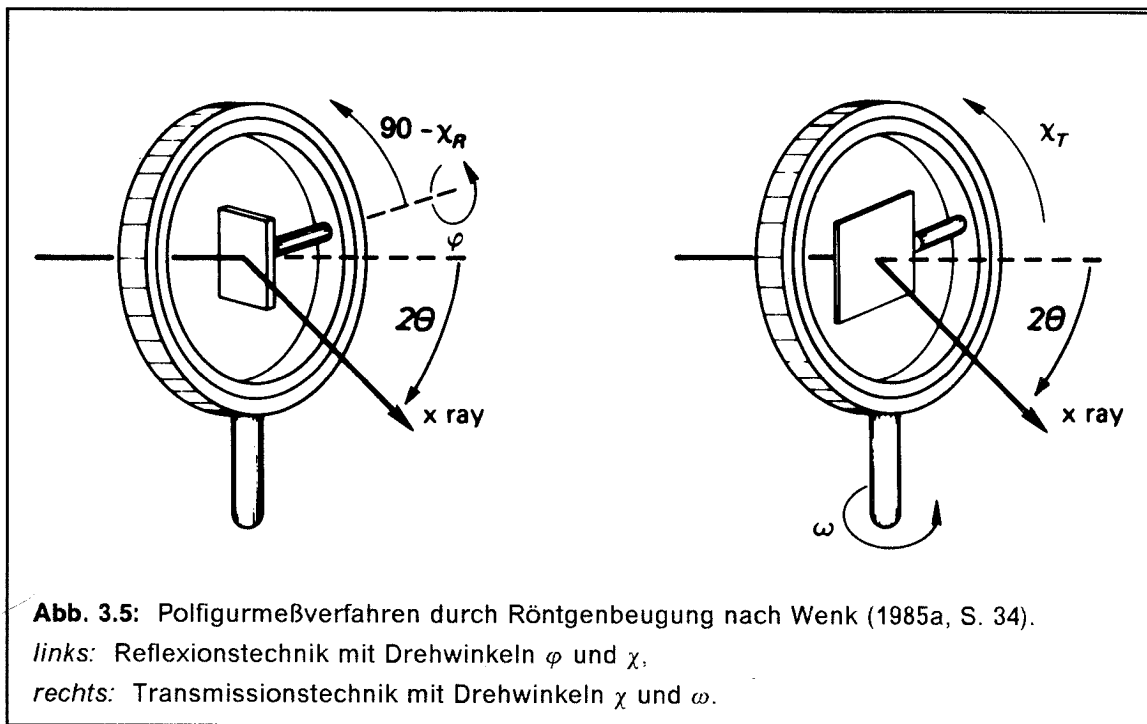
berechnet werden.

Polfigurmessungen durch Diffraktionsmethoden haben gegenüber Einzelorientierungsmessungen den Vorteil, daß sie automatisiert werden können. Moderne Diffraktometer sind computergesteuert; die Positionierung der Probe auf dem Texturgoniometer erfolgt mit Schrittmotoren, die Intensitätsmessung über Zählrohre. Leider sind in dem Standardwerk des Kristallographen, den International Tables, im Kapitel von deBarr und MacGillavry (1983), die neueren Polfigurmeßmethoden nicht beschrieben. Dafür werden die veralteten Verfahren der Intensitätsmessung durch Filme ausführlich dargestellt. Einen detaillierten Überblick, wenn auch z. T. über ältere Meßmethoden, liefert das Standardwerk über Metalltexturen (Wassermann & Grewen, 1962, S. 14-120). Allgemeine Beschreibungen von Polfigurmessungen sind zumeist mit der Darstellung der Röntgenbeugungsmethoden kombiniert, geben aber auch Hinweise auf andere Strahlungsarten (z. B. Wenk, 1985a; Bunge & Puch, 1984; Bunge, 1982b).

### 3.4.3 Polfigurmeßtechniken mit Röntgenbeugung

Die Röntgendiffraktometrie ist die Standardmethode zur Polfigurmessung. Bereits Ende der 40er Jahre wurden die beiden Hauptmeßverfahren, die Reflexions- und die Transmissionstechnik, entwickelt, auf denen auch heute noch die meisten Polfigurmessungen beruhen.

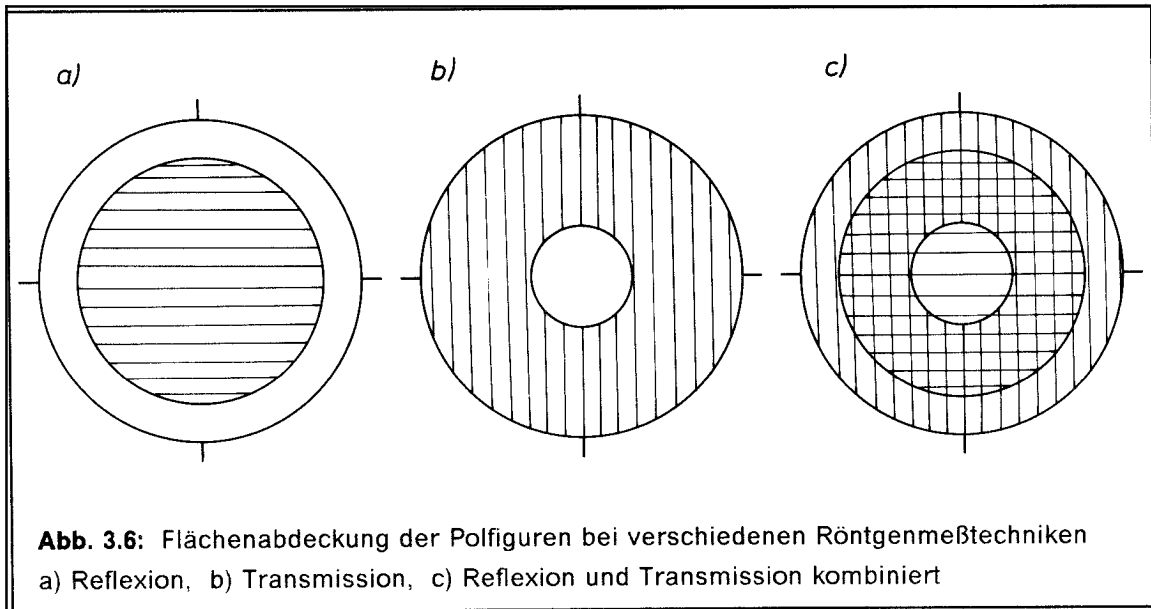
Die Reflexionstechnik wurde zuerst von Schulz (1949) beschrieben. Eine scheibenförmige, 2 bis 5 mm dicke Probe wird in einem Probenhalter so auf der Eulerwiege ausgerichtet, daß die Normalenrichtung der Probe parallel zur  $\varphi$ -Rotationsachse liegt. Die andere probenspezifische Richtung (Walzrichtung, Lineation) liegt parallel zur Achse des  $\chi$ -Kreises in Richtung zur Strahlenquelle. Die Polfigurwinkel  $\alpha$  und  $\beta$  sind mit den Eulerwiegenwinkeln  $\varphi$  und  $\chi$  korreliert, und zwar entspricht die Rotation um die  $\varphi$ -Achse einem Azimut  $\beta$ , eine Verkipfung um  $\chi$  ist gleichbedeutend mit dem Polabstand  $\alpha = 90^\circ - \chi$  (Abb. 3.5 links). Bei großen Werten von  $\alpha$  kommt es zu intensitätsverfälschenden Effekten. Durch den kegelförmigen Primärstrahl wird eine ellipsenförmige Fläche auf der Probe bestrahlt, die sich mit wachsendem  $\alpha$  vergrößert. Ein Intensitätsverlust tritt dann auf, wenn der Kegelschnitt bei großen  $\alpha$  über die Probe hinausragt. Zusätzlich tritt ein Defokussierungseffekt durch die Verbreiterung



des reflektierten Strahls auf, so daß weniger Intensität durch den Detektorschlitzen gelangt als reflektiert wurde. Eine geometrische Grenze für die Reflexion ist gegeben, wenn der einfallende oder der reflektierte Strahl parallel zur Probenoberfläche liegt, d.h. bei  $\alpha = 90^\circ$ . Oftmals werden Reflexionsmessungen nur bis  $\alpha = 70^\circ$  durchgeführt, in äußersten Fällen bis  $\alpha = 85^\circ$ . Eine Messung der Bereiche am Polfigurrand ist daher nicht möglich (Abb. 3.6a).

Bei der Transmissionstechnik (Decker, Asp & Harker, 1948) wird eine dünne Probenscheibe (50 bis 100  $\mu\text{m}$ ) durchstrahlt. Die Normalenrichtung der Probe wird parallel zur  $\chi$ -Achse der Eulerwiege ausgerichtet. Die Drehung erfolgt um den Winkel  $\chi$ , der nun die Funktion des Azimuts  $\beta$  übernimmt, und um den Winkel  $\omega$ , der den Polabstand  $\alpha = 90^\circ - \omega$  definiert (Abb. 3.5 rechts). Eine Defokussierung tritt auf, wenn der einfallende oder der reflektierte Strahl parallel zur Probenoberfläche verläuft. Durch den langen Weg des Strahls innerhalb der Probe kommt es dann zu starker Absorption, so daß die Methode schließlich bei  $\alpha < \Theta$  versagt. Durch die Transmissionstechnik werden die Randbereiche der Polfigur erfaßt (Abb. 3.6b).

Beide Techniken liefern nur unvollständige Polfiguren. Außerdem müssen Intensitätskorrekturen für Defokussierung, Absorption und geometrische Effekte durchgeführt werden. Um vollständige Polfiguren durch Röntgenbeugung zu erhalten, können z. B. Transmissions- und Reflexionstechnik kombiniert werden. Dabei werden die beiden Teilpolfiguren zu einer zusammengefaßt; der überlappte Bereich wird zur Intensitätsskalierung herangezogen (Abb. 3.6c). Wird bei den Messungen nicht die-



selbe Probenscheibe verwendet, kann es bei Texturinhomogenitäten des Materials zu verfälschten Polfiguren kommen. Eine weitere Möglichkeit zur Erstellung einer vollständigen Polfigur ist die Zusammensetzung aus drei Transmissionsmessungen dreier Proben, die zueinander senkrecht aus dem Material geschnitten wurden.

In jüngster Zeit begnügt man sich vielfach mit unvollständigen Polfiguren, wobei die Reflexionstechnik bevorzugt wird, da mit einigem rechnerischen Aufwand auch gute Korrekturen für Bereiche bei großen  $\alpha$  möglich sind. Zur Erhöhung der Teilchenstatistik werden verschiedene Mechaniken zur Translation der Probe verwendet (z. B. Bunge & Puch, 1984). Durch geeignete geometrische Bedingungen können zusätzlich die Defokussierungseffekte vernachlässigt werden. Außerdem ist die Probenpräparation für eine Reflexionsmessung wesentlich einfacher. Die modernen Programme zur ODF-Berechnung können neuerdings auch unvollständige Polfiguren auswerten.

Verschiedentlich wurden auch energiedispersive Messungen zur Texturanalyse herangezogen (Shimizu, Katayama & Kitagawa, 1986; Szpunar, 1981). Bei einem festen  $2\Theta$ -Winkel wird dabei für verschiedene Probenorientierungen die aus einem kontinuierlichen Röntgenspektrum (Bremsstrahlung, Synchrotronstrahlung) reflektierte Strahlung analysiert. Auf diese Weise erhält man mit einem Meßzyklus viele Polfiguren gleichzeitig. Die Schnelligkeit der Methode ermöglicht die Untersuchung dynamischer Texturprozesse unter Änderung der physikalischen Bedingungen wie Temperatur, Druck und magnetischem Feld. Die energiedispersiven Röntgenmethoden haben bislang noch wenig Bedeutung.

### 3.4.4 Meßpunktmuster für Polfiguren

Die Positionierung der Probe erfolgt in der Regel über die Variation der Eulerwinkel  $\varphi$  und  $\chi$ . Verschiedene Abtastverfahren für Polfiguren wurden für die Röntgenmeßtechniken entwickelt, die z. T. auch für die Neutronenbeugungsverfahren übernommen wurden. Die ältesten Rastermethoden für Röntgentexturgoniometer sind der Scan auf konzentrischen Kreisen („Equal-angular-Scan“) und der Spiralscan (z. B. Puch, Klein & Bunge, 1984; Bunge, 1982b). Beide sind gekennzeichnet durch konstante Schrittweiten  $\Delta\varphi$  und  $\Delta\chi$  über die gesamte Polfigur. Der Scan auf konzentrischen Kreisen setzt sich aus mehreren  $\varphi$ -Scans für unterschiedliche  $\chi$ -Werte zusammen. Nach Anfahren des ersten  $\chi$ -Winkels wird zunächst in konstanten Schrittweiten  $\Delta\varphi$  um  $\varphi$  rotiert, bis die  $\varphi$ -Ausgangsposition wieder erreicht ist, dann wird  $\chi$  um  $\Delta\chi$  variiert und für den neuen  $\chi$ -Winkel wiederum um  $\varphi$  gedreht, usf.. In Abb. 3.7 links ist ein solcher „Equal-angular-Scan“ mit Schrittweiten  $\Delta\varphi = \Delta\chi = 10^\circ$  abgebildet. Beim Spiralscan (Abb. 3.7 rechts) wird während der Rotation um  $\varphi$  gleichzeitig  $\chi$  gekippt, so daß nach einer  $360^\circ$ -Drehung um  $\varphi$  eine Änderung von  $\chi$  um  $\Delta\chi$  stattgefunden hat. Beide Rastermethoden können diskontinuierlich (zuerst positionieren, dann reflektierte Intensität messen) oder kontinuierlich (Intensität wird bei fortlaufender Winkelvariation gemessen) angewendet werden. Ein Nachteil ist bei beiden die hohe Meßpunktdichte in der Polfigurmitte.

Moderne computergesteuerte Röntgentexturgoniometer bieten zusätzlich auch Abtastverfahren an, bei denen  $\Delta\varphi$  und  $\Delta\chi$  variiert werden. Auf diese Weise werden sog. „Equal-area-Scanmuster“ ermöglicht (z. B. Puch, Klein & Bunge, 1984). Dabei

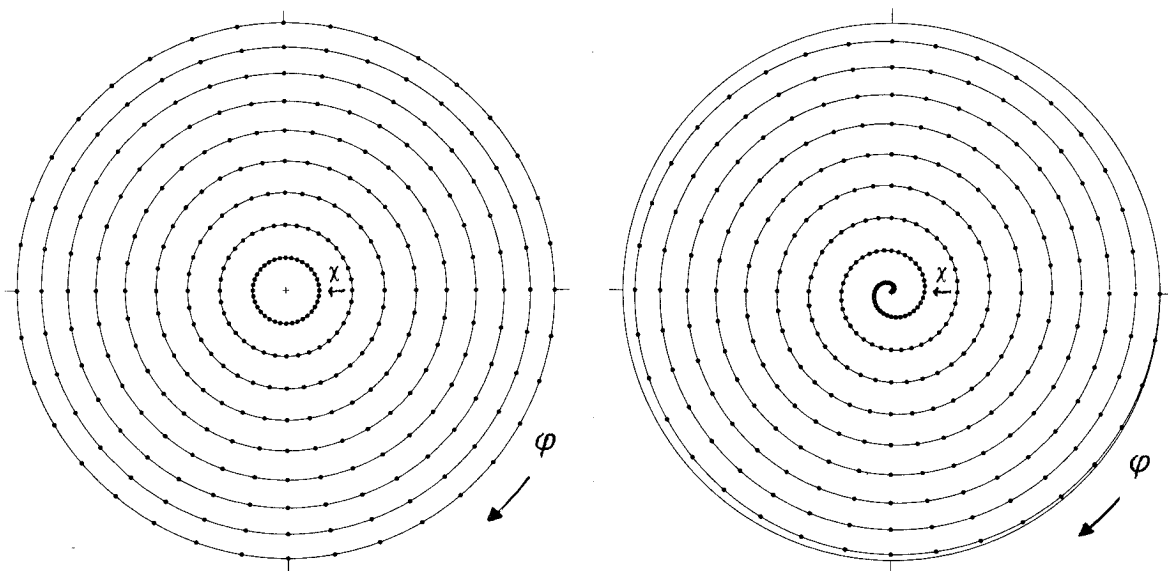


**Abb. 3.7:** Meßpunktmuster für Polfiguren, für beide Scans gilt  $\Delta\varphi, \Delta\chi = 10^\circ$ .  
*links:* „Equal-angular-Scan“ mit konzentrischen Kreisen, *rechts:* Spiralscan.

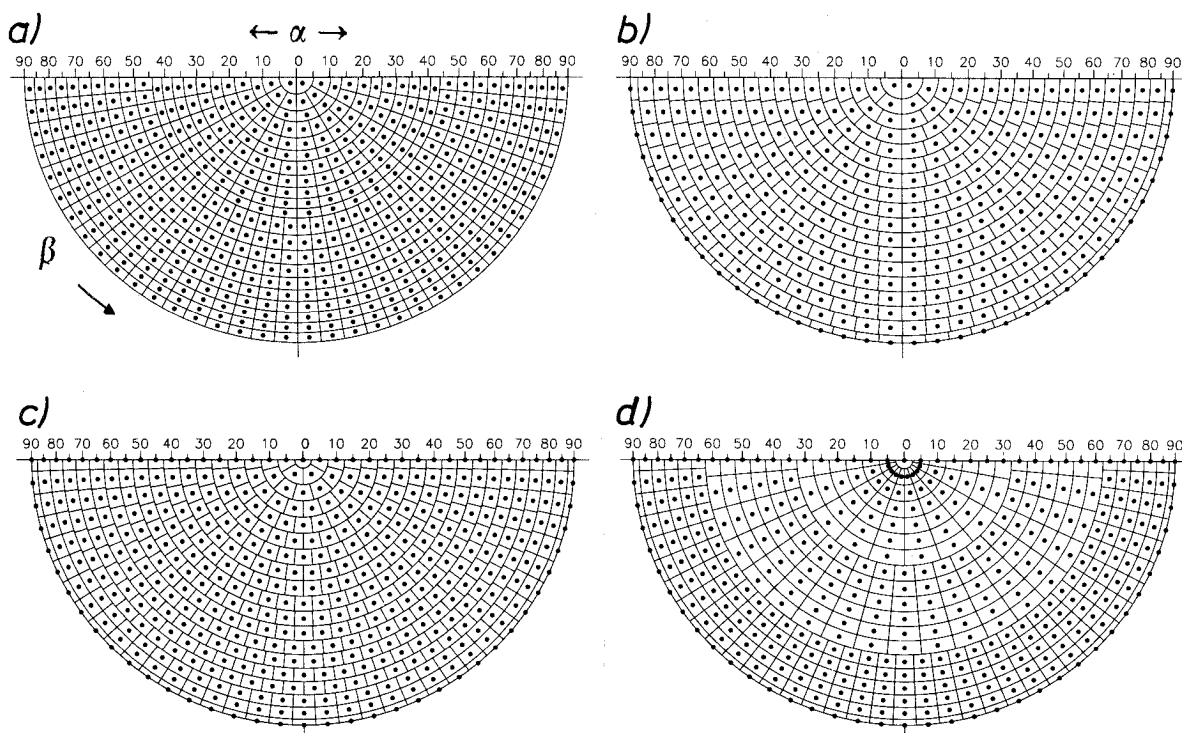


**Abb. 3.8:** „Equal-area-Scans“ für Polfiguren, alle Scans in flächentreuer Projektion:  
a) nach Morris (1982), 1000 Meßpunkte, b) nach Braitsch (1956), 648 Meßpunkte,  
c) nach Welch (1986), 865 Meßpunkte, d) Jülicher Polfigurscan, 757 Meßpunkte (Report  
MIN XII, 1982)

wird die abzutastende Halbkugeloberfläche in  $n$  gleichgroße Flächen zerlegt ( $n$  = Anzahl der Meßpunkte), deren Mittelpunktspositionen bei der Messung angefahren werden. Hierdurch wird eine gleichmäßige Meßpunktdichte über die gesamte Polfigur erreicht und die Meßzeit gegenüber dem „Equal-angular-Scan“ erniedrigt. Gerade bei den zeitaufwendigen neutronendiffraktometrischen Verfahren ist der Gebrauch von „Equal-area-Scans“ unumgänglich. Verschiedene Versionen des Scans kamen bereits zur Anwendung. Der von Morris (1982) vorgeschlagene Scan liefert 1000 Meßpunkte pro Polfigur (Abb. 3.8a; 23% Zeitersparnis gegenüber „Equal-angular-Scan“). Das Inkrement  $\Delta\varphi$  ist stets ein Vielfaches von  $5^\circ$ ,  $\Delta\alpha$  wird jeweils so angepaßt, daß das Oberflächenvolumen  $\Delta\Omega = \sin \alpha \Delta\alpha \Delta\varphi = \text{const.} = \pi/500$ , wobei  $\alpha = 90^\circ - \chi$ .

Braitsch (1956) beschreibt einen „Equal-area-Scan“, bei dem pro Polfigurquadrant und sphärische Zone eine bestimmte Anzahl an Einheitsflächen hinzukommt. Die Summe der hinzukommenden Flächen ist proportional zur Differenz  $\cos \alpha_1 - \cos \alpha_2$ .  $\Delta\alpha$  und  $\Delta\varphi$  sind dadurch von einer sphärischen Zone zur nächsten unterschiedlich groß. Der Polfigurmittelpunkt wird nicht ganz optimal erfaßt. In der sphärischen Zone

am Polfigurrand werden die Flächen der jeweils sich gegenüberliegenden Punkte zu einer zusammengefaßt und repräsentieren so einen einzelnen Meßpunkt. Dieses Meßpunktmuster wird in der Metallkunde bis heute nicht verwendet (Mecking, Schmidt & Braun, 1986). Abb. 3.8b zeigt ein solches Muster mit 648 Meßpunkten (50% Zeitersparnis gegenüber „Equal-angular-Scan“).

Da viele weiterführende Auswerteprogramme (z. B. für ODF-Berechnungen) noch auf eine Dateneingabe nach dem „Equal-angular-Muster“ angewiesen sind und die beiden zuvor beschriebenen „Equal-area-Scans“ eine 2-dimensionale Interpolation benötigen, bevorzugt Welch (1986) einen Scan mit 865 Meßpunkten (33% Zeitersparnis gegenüber „Equal-angular-Scan“), bei dem durch Konstanthalten der Schrittweite  $\Delta\chi = 5^\circ$  nur eine eindimensionale Interpolation der Daten erforderlich ist, um ein „Equal-angular-Muster“ zu erhalten (Abb. 3.8c).  $\Delta\varphi$  ist für jeden Kleinkreis unterschiedlich groß.

Der für das hiesige Vierkreisdiffraktometer entwickelte Polfigurscan (Report MIN XII, 1982) ist dem „Equal-angular-Scan“ entlehnt und durch Fortlassen von Meßpunkten im inneren Polfigurbereich einem „Equal-area-Scan“ angenähert. Die Schrittweite  $\Delta\chi$  bleibt konstant, das Winkelinkrement  $\Delta\varphi$  vergrößert sich zur Polfigurmitte hin (Abb. 3.8d und Abb. 5.6). Das Jülicher Meßpunktmuster hat 757 Meßpunkte, was einer Zeitersparnis von 42% gegenüber dem „Equal-angular-Scan“ entspricht.

### **3.4.5 Polfigurmess-techniken mit Elektronenbeugung**

Die Texturanalyse mit Elektronenbeugung wird bisher sehr wenig genutzt. Unter dem Transmissionselektronenmikroskop lassen sich besonders lokale Texturen an sehr feinkörnigen Proben bestimmen. Durch die hohe Nachweisempfindlichkeit ist die Elektronenbeugung auch für die Untersuchung kleinster Probenmengen, z. B. dünner Schichten und von Mikrogefügen, geeignet (Schwarzer, 1982).

Die Probe muß wegen der hohen Absorption als dünne durchstrahlbare Folie vorliegen. Die Polfigurmess-technik ist etwa vergleichbar mit der früher verwendeten Röntgentransmissionsmethode auf Film: Die Probe wird um eine Achse senkrecht zum Primärstrahl gekippt; bei jedem Kippwinkel wird ein Diffraktogramm (Debye-Scherrer-Ringe) auf Film aufgenommen. Die gemessenen Intensitäten werden auf Absorption und Extinktion korrigiert oder mit Hilfe von Dunkelfeldaufnahmen bei einem festen Kippwinkel über den bestimmbaren Volumenanteil der reflektierenden Körner normiert. Die Aufnahme der Diffraktogramme beansprucht nur wenig Zeit (einige Sekunden), so daß auch dynamische Prozesse studiert werden können. Die Auswertung der gebeugten Intensitäten auf dem Film ist jedoch langwierig und am schnellsten mit einem computergesteuerten Mikrodensitometer zu erhalten. Eine detaillierte Beschreibung der Meßtechnik geben Schwarzer & Weiland (1986).



## 4.0 Neutronenbeugung und Texturanalyse

### 4.1 Grundlagen der Neutronenstreuung

Das Neutron ist ein ladungsfreies Elementarteilchen mit der Ruhemasse  $m_n = 1.008922$  atomare Masseneinheiten, einem Spin  $I_n = \frac{1}{2}$  und einem magnetischen Moment  $\mu_n = -1.91319$  Kernmagnetonen ( $\mu_N$ ). Nach der de-Broglie-Beziehung

$$\lambda = \frac{h}{m v} \quad \text{bzw.} \quad \lambda = \frac{h}{\sqrt{2m E_{\text{kin}}}} , \quad [4.1]$$

mit  $\lambda$  = Wellenlänge,  $h$  = Plancksches Wirkungsquantum,  $m$ ,  $v$  und  $E_{\text{kin}}$  = Masse, Geschwindigkeit und kinetische Energie des Teilchens, können einem Neutronenstrahl Welleneigenschaften zugeschrieben werden. Da thermische Neutronen ( $E_{\text{kin}} = 30 \text{ meV} \equiv \lambda = 1.6 \text{ \AA}$ ) Wellenlängen in der Größenordnung von atomaren Durchmessern haben, eignen sie sich zur Untersuchung kristalliner Strukturen in einem Beugungsexperiment.

Die Wechselwirkungen der Neutronen mit Materie sind im wesentlichen durch zwei Prozesse bestimmt:

- a) durch die Wechselwirkung der Neutronen mit den Atomkernen aufgrund von Kernwechselwirkungskräften (Kernstreuung) und
- b) durch die magnetische Dipol-Dipol-Wechselwirkung des magnetischen Moments des Neutrons mit dem magnetischen Moment der ungepaarten Hüllenelektronen (magnetische Streuung).

#### Kernstreuung

Die Wechselwirkung des Neutrons mit den Atomkernen wird durch die Kernstreuulänge  $b$  beschrieben. Sie gibt das Streuvermögen des Kerns für Neutronen an und liegt im Bereich einiger  $10^{-15} \text{ m}$ . Im Vergleich dazu ist die Wechselwirkung der elektrischen Ladungen der Hüllenelektronen mit Röntgenquanten von der Größenordnung  $10^{-13} \text{ m}$ . Für Röntgenstrahlen nimmt das Streuvermögen proportional zur Ordnungszahl  $Z$  der Elemente zu. Eine solche einfache Abhängigkeit von  $Z$  existiert für die Kernstreuulänge nicht. Die Kernstreuung setzt sich aus der Potentialstreuung (Streuung einer ebenen Welle an einer starren Kugel, Wechselwirkung nimmt mit der Kubikwurzel der Massenzahl des Kerns zu) und aus der Resonanzstreuung (Streuung über angeregte Kerne durch Neutroneneinfang und Reemission) zusammen. Die Abhängigkeit der Kernstreuung von den Energiezuständen der Kerne bedingt die unregelmäßige Verteilung der Kernstreuamplitude über das Periodensystem (Abb. 4.1).

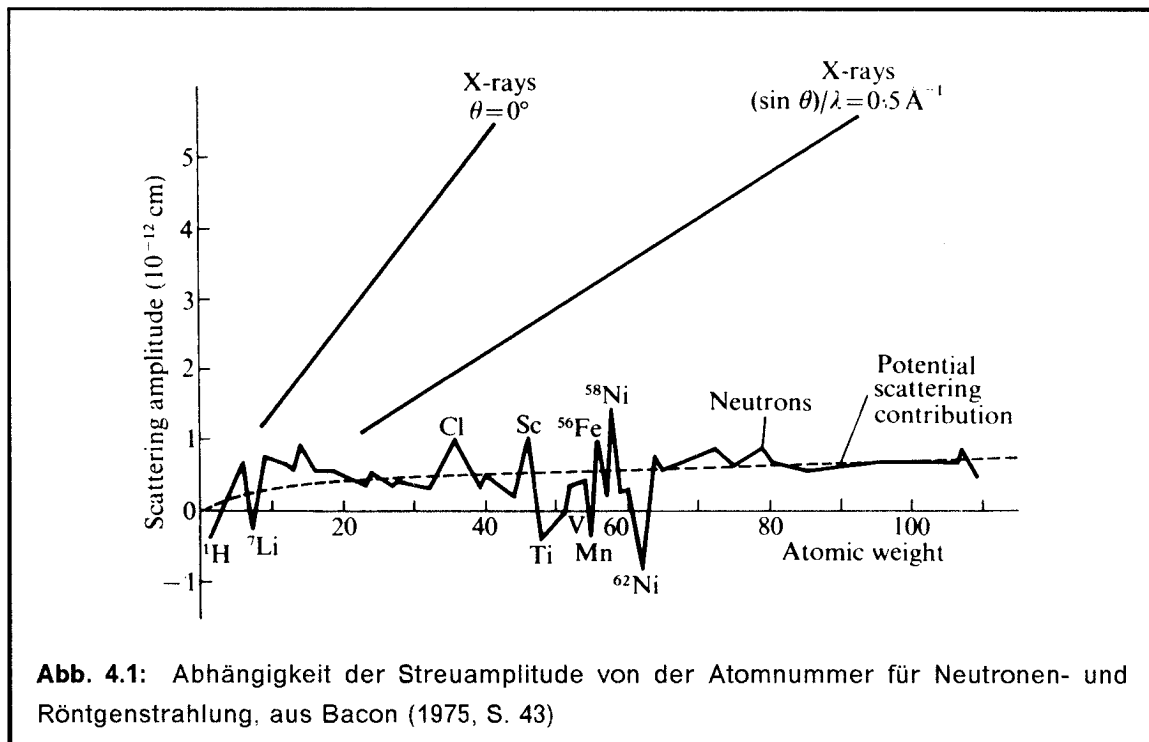


**Abb. 4.1:** Abhängigkeit der Streuamplitude von der Atomnummer für Neutronen- und Röntgenstrahlung, aus Bacon (1975, S. 43)

Wegen der Resonanzstreuung haben auch verschiedene Isotope desselben Elements unterschiedliche Streuamplituden. Besteht zwischen einfallender und gestreuter Welle eine Phasendifferenz von  $180^\circ$ , hat die Kernstreulänge  $b$  ein positives, bei einer Phasendifferenz von  $0^\circ$  ein negatives Vorzeichen. Da das Streuzentrum der Kernstreuung (Kerndurchmesser  $\approx 10^{-15} \text{ m}$ ) sehr klein im Vergleich zur Wellenlänge der Strahlen ist ( $\lambda \approx 10^{-10} \text{ m}$ ), ist die Kernstreulänge im Gegensatz zum Atomformfaktor der Röntgenstreuung unabhängig vom Streuwinkel  $\Theta$  (Abb. 4.2).

Die Kernstreuung setzt sich aus elastischer und inelastischer Streuung zusammen. Der Wirkungsquerschnitt  $\sigma_s$  der elastischen Kernstreuung enthält einen kohärenten,  $\sigma_k$ , und einen inkohärenten Anteil,  $\sigma_i$ ; d.h.

$$\sigma_s = \sigma_k + \sigma_i = 4\pi \sum_j n_j b_j^2, \quad [4.2]$$

wobei  $b_j$  die Kernstreulänge des  $j$ -ten Isotops,  $n_j$  der Bruchteil des  $j$ -ten Isotops im Isotopengemisch ist. Für die Beugungserscheinungen ist ausschließlich das kohärente Streuvermögen von Bedeutung. Der Anteil  $\sigma_i$  sowie das inelastische Streuvermögen tragen zum Untergrund bei.

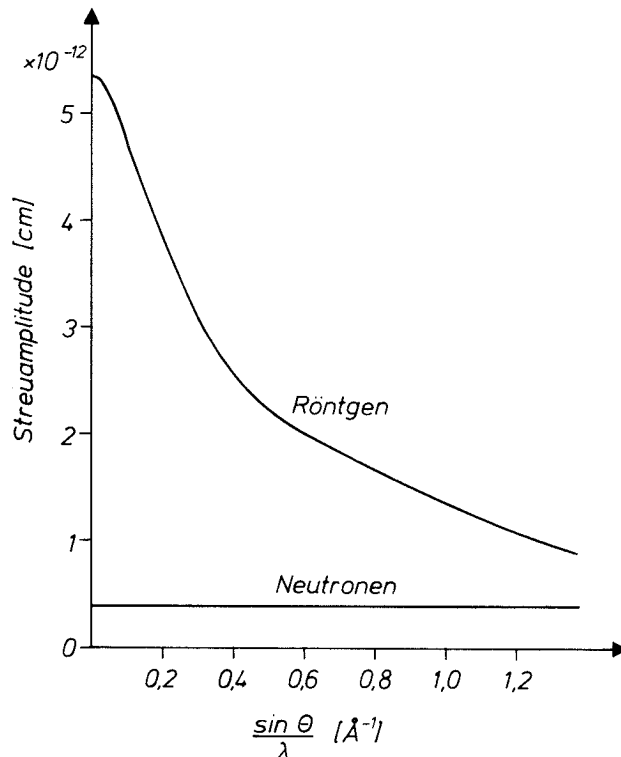


**Abb. 4.2:** Abhängigkeit der Streuamplitude eines Kalium-Atoms von dem Braggwinkel für Neutronen- und Röntgenstrahlung. Die Werte stammen für Neutronenstrahlung (Kernstreuulänge  $b$ ) aus Bacon (1975), S. 38ff., für Röntgenstrahlung (Sreuamplitude  $f_x$  multipliziert mit dem klassischen Elektronenradius  $r_0 = 2.81777 \times 10^{-13} \text{ cm}$  für  $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ ) aus den International Tables, Bd. III (1983), S. 202ff.

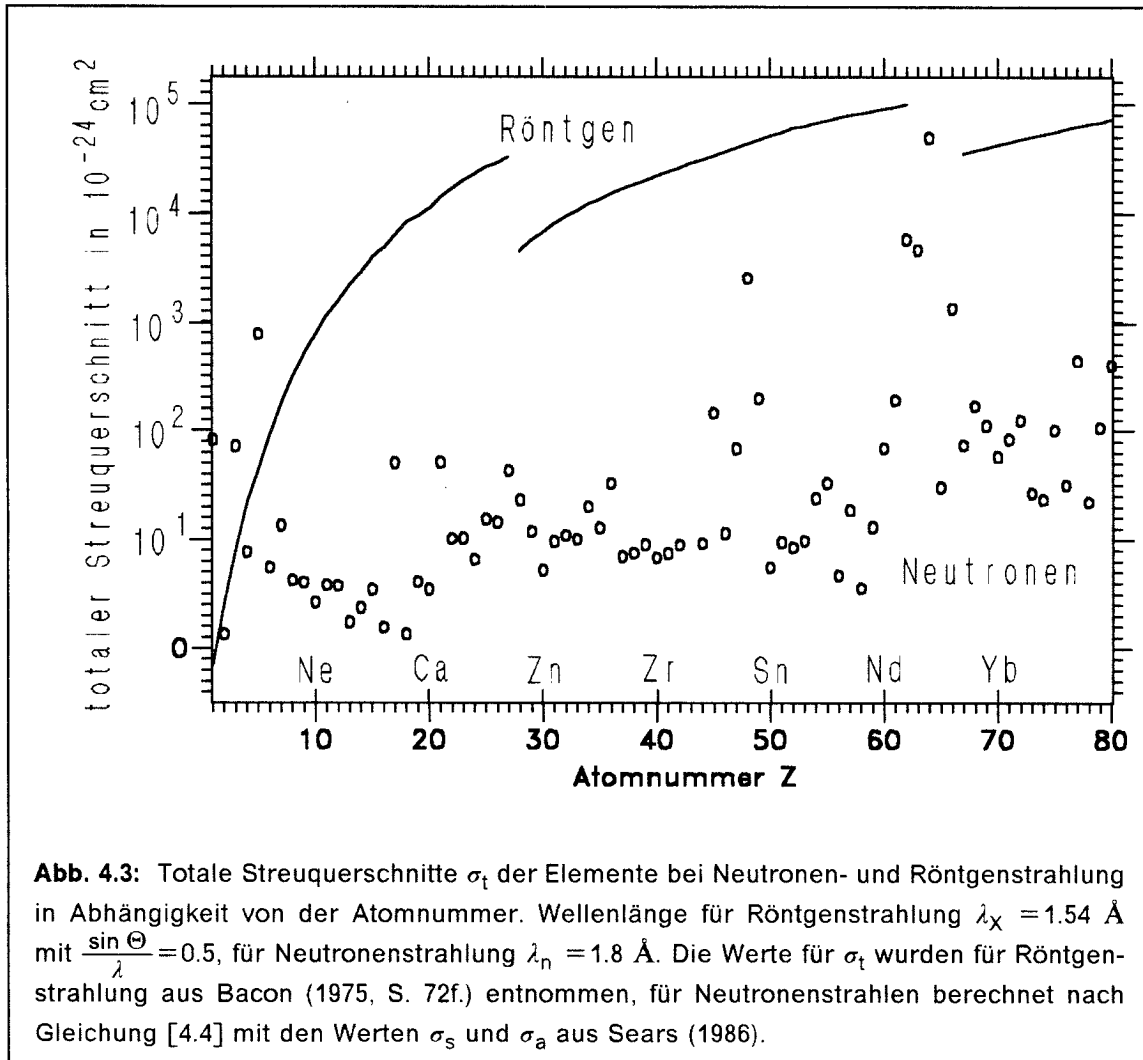
Neutronenstrahlen zeichnen sich gegenüber Röntgenstrahlen durch ein hohes Durchdringungsvermögen aus. Die Abschwächung eines einfallenden Strahls  $I_0$  wird durch den Ausdruck

$$I = I_0 e^{-\mu d} \quad [4.3]$$

beschrieben ( $I$  = Intensität des reflektierten Strahls,  $\mu$  = linearer Absorptionskoeffizient,  $d$  = Dicke der Probe). Der lineare Absorptionskoeffizient  $\mu$  ist für Neutronenstrahlen folgendermaßen definiert:

$$\mu = N \sigma_t \quad \text{mit} \quad \sigma_t = \sigma_s + \sigma_a, \quad [4.4]$$

$N$  = Anzahl der Atome pro  $\text{cm}^3$  und dem totalen Wirkungsquerschnitt  $\sigma_t$ , der sich aus dem Streuquerschnitt  $\sigma_s$  und dem Wirkungsquerschnitt der wahren Absorption,  $\sigma_a$ , zusammensetzt. Der totale Streuquerschnitt ist bei Neutronenstrahlung durchschnittlich um den Faktor  $10^3$  niedriger als bei der Röntgenstrahlung (Abb. 4.3). Zum Vergleich der Abschwächung von beiden Strahlungsarten wird oft die Halbwertsdicke



$d_{1/2}$  herangezogen, die die Dicke eines Materials angibt, bei der der abgebeugte Strahl gerade die halbe Intensität des einfallenden Strahls behält, also  $d_{1/2} = \frac{\ln 2}{\mu}$ . In Tab. 4.1 sind die berechneten Halbwertsdicken einiger Minerale und Metalle für Röntgen- und Neutronenstrahlung angegeben.

### Magnetische Streuung

Die magnetische Streuung beruht auf der klassischen Dipol-Dipol-Wechselwirkung des magnetischen Moments  $\mu_n$  des Neutrons mit dem Gesamtmoment  $\mu_J$  der Hüllenelektronen, wenn diese einen unabgesättigten Spin  $S$  oder Bahndrehimpuls  $L$  haben. Die Wechselwirkung wird durch eine magnetische Streuamplitude

$$p = \frac{e^2 \mu_n}{2m_0 c^2} g J f(\Theta) = 0.276 g J f(\Theta) \quad [4.5]$$

mit  $J = S + L$ ,  $e$  und  $m_0$  Ladung und Masse des Elektrons, Lichtgeschwindigkeit  $c$ , Landé-Faktor  $g$  und dem magnetischen Formfaktor  $f(\Theta)$ . Aufgrund der räumlichen

| Substanz                                                                          | Halbwertsdicke [mm]                                                  |                                                   |
|-----------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------|
|                                                                                   | Röntgenstrahlung<br>$\lambda = 1.54 \text{ \AA} (\text{CuK}_\alpha)$ | Neutronenstrahlung<br>$\lambda = 1.2 \text{ \AA}$ |
| Quarz, $\text{SiO}_2$                                                             | 0.076                                                                | 24.3                                              |
| Plagioklas,<br>$\text{Na}_{0.35}\text{Ca}_{0.64}\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ | 0.058                                                                | 25.5                                              |
| Calcit, $\text{CaCO}_3$                                                           | 0.035                                                                | 19.6                                              |
| Hämatit, $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$                                           | 0.006                                                                | 8.8                                               |
| Magnetit, $\text{Fe}_3\text{O}_4$                                                 | 0.006                                                                | 8.9                                               |
| Titan                                                                             | 0.007                                                                | 15.1                                              |
| $\alpha$ -Eisen                                                                   | 0.003                                                                | 6.0                                               |
| $\gamma$ -Eisen                                                                   | 0.003                                                                | 6.2                                               |

**Tab. 4.1:** Halbwertsdicken einiger Minerale und Metalle für Röntgen- und Neutronenstrahlung. Wirkungsquerschnitte  $\sigma_s$  und  $\sigma_a$  für die Neutronenstrahlung wurden aus den Streuquerschnitten aus Sears (1986) berechnet; Massenabsorptionskoeffizienten  $\mu/\rho$  der Röntgenstrahlung stammen aus den International Tables (1983), Bd. III, S. 162 ff.

Ausdehnung der Elektronen ist der magnetische Formfaktor, analog zum Atomformfaktor der Röntgenstreuung, abhängig von  $\frac{\sin \Theta}{\lambda}$ . In paramagnetischen Kristallen mit statistischer Verteilung der magnetischen Momente entsteht durch diese Wechselwirkung nur ein allgemeiner Streuuntergrund. Sind dagegen die magnetischen Momente geordnet (Ferro-, Ferri-, Antiferromagnetismus), treten kohärente Streuprozesse auf. Wenn z. B. alle magnetischen Momente parallel zu einem Einheitsvektor **M** stehen, wird bei einer Bragg-Reflexion an einer Netzebene mit der Normalen **h** nur diejenige Komponente **q** von **M** wirksam, die in der Netzebene liegt (**q** = magnetischer Wechselwirkungsvektor). Die effektive magnetische Streuintensität ist dann proportional  $\mathbf{q}^2 p^2$ . Die gesamte beobachtete Intensität eines Bragg-Reflexes,  $I_{\text{ges}}$ , setzt sich aus den Intensitätsbeiträgen der Kernstreuung und der magnetischen Streuung zusammen

$$I_{\text{ges}} = I_{\text{nuc}} + I_{\text{magn.}} \quad [4.6]$$

### Neutronenbeugung

Die Beugungserscheinungen an Kristallen werden unabhängig von der Strahlungsart durch die Braggsche Gleichung (Gl. [3.3]) beschrieben. Als Neutronenquellen für

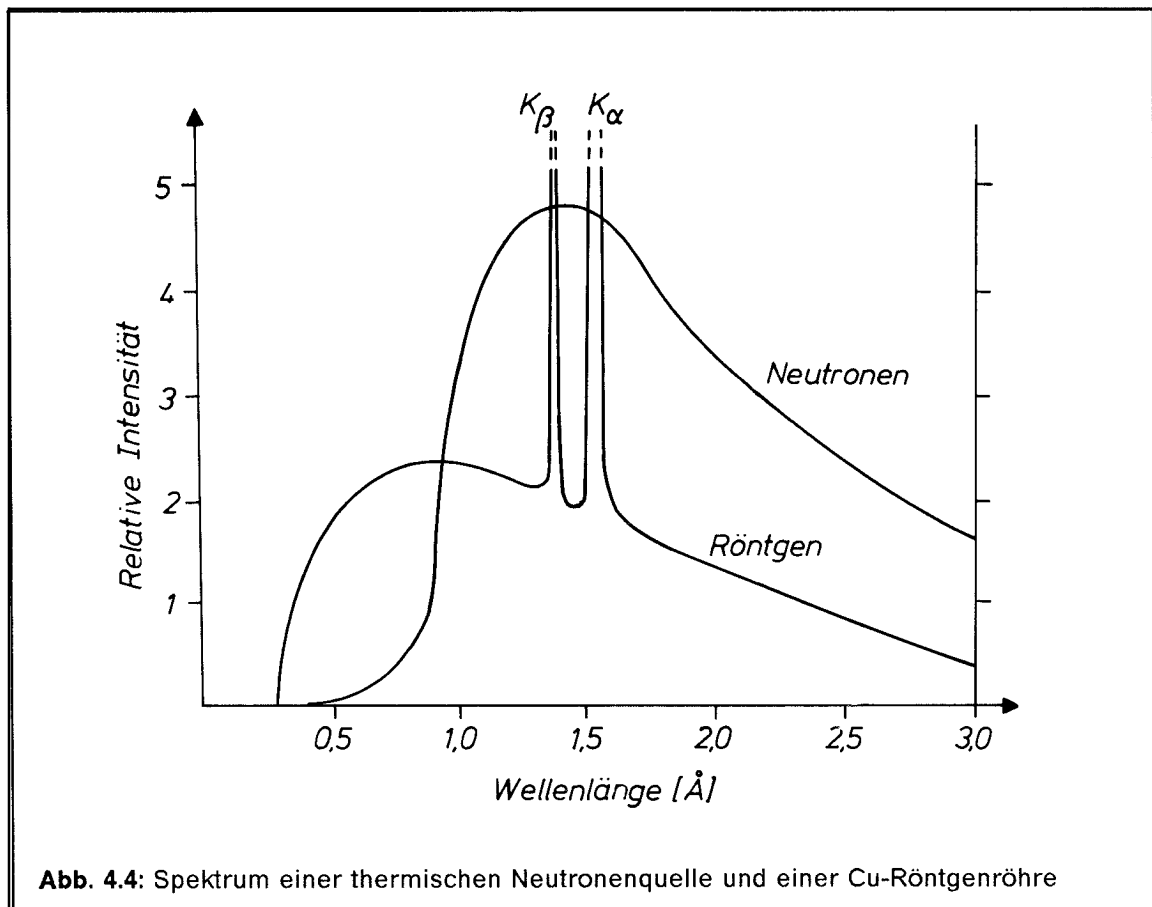


**Abb. 4.4:** Spektrum einer thermischen Neutronenquelle und einer Cu-Röntgenröhre

Beugungsexperimente dienen im allgemeinen Reaktoren, in denen durch Kernspaltung schnelle Neutronen erzeugt werden. Durch Zusammenstöße in den Moderatoren werden die Neutronen gebremst, so daß sie in den thermischen Reaktorstrahlrohren in etwa eine Maxwell'sche Geschwindigkeitsverteilung mit einem Maximum bei 2200 m/s ( $\lambda = 1.8 \text{ Å}$ ) haben. In Abb. 4.4 ist eine solche Energieverteilung im Vergleich zum Spektrum einer Cu-Röntgenquelle dargestellt. Zur Erzeugung monochromatischer Strahlung wird mit einem Monochromatorkristall durch Bragg-Reflexion an einer Netzebene (hkl) aus dem Spektrum ein schmales Wellenlängenband herausgefiltert. Geschieht dies auf der energiereicheren Flanke des Spektrums, so bleibt der Anteil der Strahlen mit der Wellenlänge  $\lambda/2$  gering. Der Nachweis von Neutronen erfolgt indirekt über Stoßprozesse oder Kernreaktionen in gasgefüllten Zählern ( $\text{BF}_3$  oder  $^3\text{He}$ ) oder Festkörperszintillationsdetektoren. Bacon (1975) gibt eine detaillierte Darstellung der Grundlagen der Neutronenstreuung und der Neutronenbeugung an Kristallen, Zusammenfassungen sind z. B. von Will (1969a, b) und Dachs (1978) veröffentlicht.

## 4.2 Besonderheiten der Neutronenbeugung für die Texturanalyse

Der für die Texturanalyse entscheidende Vorteil der Neutronenstrahlung ist in der i.a. geringen Absorption der Neutronen durch Materie begründet. Die große Eindringtiefe der Neutronen erlaubt die Verwendung großer Proben mit Abmessungen im cm-Bereich, wogegen bei Röntgenbeugung im Transmissionsfall die Probendicke allenfalls im  $\mu\text{m}$ -Bereich liegen darf (vgl. Tab. 4.1). Bei der Neutronenbeugung ist daher i.a. keine Absorptionskorrektur notwendig, wodurch eine höhere Genauigkeit der Polfigurmessungen zu erzielen ist. Gesteigert wird die Genauigkeit noch durch die Verwendung kugelförmiger Proben, die sog. „spherical sample method“ (Tobisch & Bunge, 1972). Das gesamte Kugelvolumen trägt unabhängig von den Eulerwienwinkel zur reflektierten Intensität bei, solange die Probe im Strahl gebadet ist. Die Kugelform der Probe braucht nicht einmal exakt eingehalten zu werden. Sogar Zylinder und Würfel mit gerundeten Ecken und Kanten erfordern keine Absorptionskorrektur, wenn die Abweichungen von der Kugelform klein gegen  $\mu\text{d}$  sind. Eine besondere Präzision bei der Probenpräparation ist daher nicht erforderlich. In manchen Fällen ist mit der Kugelprobenmethode eine zerstörungsfreie Texturanalyse möglich, wenn das Werk- oder Probenstück schon in nahezu kugelförmiger Form vorliegt (s. z. B. Hexaedrite in Kapitel 7.1). Der Defokussierungseffekt kann ebenfalls vernachlässigt werden, da der Strahl für alle Orientierungen einer Kugelprobe stets dieselbe Form hat. Auf diese Weise sind im Transmissionsverfahren ohne aufwendige Korrekturen vollständige Polfiguren, die lange Zeit als Voraussetzung für eine nachfolgende ODF-Berechnung galten, meßbar.

Die „spherical sample“-Methode hat für die Röntgenbeugung praktisch keine Bedeutung, da sie wegen der geringen Eindringtiefe der Röntgenstrahlung sehr empfindlich auf Texturinhomogenitäten reagiert. Mit Röntgenbeugung wird also die „lokale“ Textur der Probenoberfläche erfaßt. Dagegen ist die Neutronenbeugung ein wichtiges Hilfsmittel zur Bestimmung der „globalen“ Textur über das gesamte Probenvolumen, was zur Korrelation der Textur mit makroskopischen physikalischen Eigenschaften von Vorteil ist.

Die Verwendung großer Proben eröffnet die Möglichkeit zur Messung von grobkörnigen Materialien. Für eine gute Kornstatistik in der Polfigur wird üblicherweise von einer Anzahl von 10000 Körnern in der Probe ausgegangen. Die durchschnittliche Korngröße in der Röntgenbeugung beträgt etwa 0.1 mm. Die Neutronenbeugung erlaubt Korngrößen bis zu wenigen mm. Gleichzeitig ermöglichen große Probenvolumina die Messung von mehrphasigen Substanzen. Bei hinreichender Kornanzahl kann die Textur von jeder einzelnen Phase - auch bei geringen Volumenanteilen - bestimmt werden. Vor allem der Untersuchungsbereich der geowissenschaftlichen Texturanalyse mit Diffraktionsmethoden, der bislang auf wenige feinkörnige, mono-

mineralische, meist sedimentäre Gesteine beschränkt war, kann auf diese Weise auf metamorphe und magmatische, mehrphasige Gesteine ausgedehnt werden.

Ein weiterer Vorteil der Neutronenbeugung ist, daß die Kernstreulänge  $b$  nicht mit steigendem Braggwinkel abfällt. Auch hochindizierte Reflexe haben somit noch hohe Intensitäten und können zur Polfigurmessung herangezogen werden. Auf diese Weise ist eine größere Anzahl von Reflexen zugänglich, was gerade bei mehrphasigen Proben und niedrigsymmetrischen Substanzen vorteilhaft sein kann.

Da sich der totale Streuquerschnitt bei Neutronenstreuung aus mehreren Wirkungsquerschnitten zusammensetzt, können bei einigen Elementen besondere Schwierigkeiten auftreten. Z. B. ist der Anteil der inkohärenten Streuung bei Wasserstoffatomen hoch, was bei wasserhaltigen Substanzen (z. B. wasserhaltige Mineralien wie Amphibole) zu einer starken Erhöhung des Untergrunds im Diffraktogramm führt.

Nachteilig ist für alle Neutronenbeugungsexperimente der niedrige Neutronenfluß der Forschungsreaktoren im Vergleich zur Intensität der Strahlung einer Röntgenröhre. Die für eine Polfigur nötige Meßzeit liegt daher im Bereich von einigen Stunden (vgl. Tab. 5.2). Oftmals reflektiert der Monochromatorkristall auch Strahlung der Bragg-Reflexe höherer Ordnung ( $\lambda/2$  und  $\lambda/3$ ). Dadurch entstehende zusätzliche Reflexe können eine Störung bedeuten. Dies läßt sich durch geeignete Filterkristalle vermeiden.

Polfigurmessungen an Reflexen, die auf die magnetische Streuung zurückzuführen sind, können Hinweise auf „magnetische“ Texturen geben, d.h. auf eine Vorzugsorientierung der magnetischen Dipole der Kristallite. Hennig, Wieser, Betzl, Feldmann & Mücklich (1981) definieren die „Magnetische Textur“ als Dichteverteilung der Magnetisierungsachsen in polykristallinen, magnetischen Materialien. Experimentelle magnetische Polfiguren aus Neutronenbeugungs- oder Mößbauer-Experimenten sind allerdings nicht auf einfache Weise mit der magnetischen ODF korreliert. Über magnetische Modellrechnungen stellen Hennig, Mücklich & Wieser (1981) einen Atlas von magnetischen Polfiguren auf für Proben mit axialer und orthorhombischer Textursymmetrie. Ihre Untersuchungen erstrecken sich dabei ausschließlich auf verschiedene Stahlliegierungen, magnetische Mineralien blieben bislang unberücksichtigt. Die Anisotropie der magnetischen Suszeptibilität (AMS) von Mineralien im Gesteinsverband kann jedoch wichtige Erkenntnisse über den Paläomagnetismus liefern (Kern & Wenk, 1985). Aus der Richtung der remanenten Magnetisierung des Gesteins werden Informationen über Strain und duktile Gesteinsdeformationen gewonnen (Hrouda, 1982). Zur Messung der AMS werden allerdings keine Polfigurdaten herangezogen, da einfachere und schnellere Meßmethoden existieren. Mehrere Versuche zur Bestimmung von magnetischen Texturen aus Polfiguren mittels Neutronenbeugung wurden bereits mit unterschiedlichem Erfolg unternommen (Hennig, Wieser,

Betzel, Feldmann & Mücklich, 1981; Akselrod, Gordeev, Lazebnick & Lebedev, 1979; Stott & Hutchinson, 1973).

Die besondere Eignung der Neutronenbeugung für die Texturanalyse, auch im Vergleich mit anderen Diffraktionsmethoden, wurde wiederholt von verschiedenen Autoren beschrieben (z. B. Bunge & Tobisch, 1968; Kleinstück, Tobisch, Betzel, Mücklich, Schläfer & Schläfer, 1976; Szpunar, 1981; Wenk, Kern, Schäfer & Will, 1984; Höfler & Will, 1985; Welch, 1986; Kern, 1988). Bei geologischen Proben bietet die Neutronenbeugung eine Reihe von Vorteilen, da grobkörnige und mehrphasige Gesteine untersucht werden müssen. Mit Hilfe der ortsauflösenden Meßtechnik (s. Kap. 4.3) lassen sich auch überlappende Reflexe trennen, so daß die Texturuntersuchungen auf die wichtigen niedrigsymmetrischen, gesteinsbildenden Mineralien, wie z. B. Feldspäte, ausgedehnt werden können. Die Zugriffsmöglichkeiten auf die Neutronenmeßtechnik, verglichen mit dem relativ geringen experimentellen Aufwand für Röntgentexturanalysen, sind allerdings begrenzt. Derzeit gibt es in der Bundesrepublik zwei Arbeitsgruppen, die ständig neutronendiffraktometrische Texturmessungen durchführen, am Forschungsreaktor FRJ-2 in der KFA Jülich (ab Report MIN X, 1980, fortlaufend numerierte MIN-Reporte; Höfler, Schäfer & Will, 1986) und am Forschungsreaktor FRG-1 in der GKSS Geesthacht (Brokmeier, Bunge, Brehler, Wagner & Wille, 1987). Es ist zu erwarten, daß in der Zukunft die Neutronenbeugung für die geowissenschaftliche Texturforschung an Bedeutung weiter zunimmt.

#### **4.3 Polfigurmeßtechniken mit Neutronenbeugung**

Die Polfigurmeßmethoden mit Neutronenbeugung basieren auf den Techniken, die in der Röntgendiffraktometrie seit langem benutzt werden. Die erste Texturanalyse mit Neutronenbeugung wurde von Brockhouse (1953) im Transmissionsverfahren durchgeführt. In den 60er Jahren wurden Polfigurmeßtechniken auf dem Vierkreisdiffraktometer am Forschungsreaktor in Rossendorf/DDR weiterentwickelt und die besondere Eignung der Neutronenbeugung für die Texturanalyse unter Beweis gestellt (Bunge & Tobisch, 1968; Kleinstück & Tobisch, 1968; Betzel & Tobisch, 1973). Die Polfiguren - meist zur Bestimmung von Blechtexturen - wurden aus Reflexions- und Transmissionsmessungen zusammengesetzt. Seit der Entwicklung der „spherical sample method“ (Tobisch & Bunge, 1972) wird jedoch für Polfiguraufnahmen generell das Transmissionsverfahren bevorzugt. Methodische Weiterentwicklungen finden insbesondere für diejenigen Vierkreisdiffraktometer statt, die ausschließlich für die Texturanalyse verwendet werden, so z. B. am hiesigen Diffraktometer seit 1980 (vgl. Reporte MIN).

Da Polfiguraufnahmen mit Neutronenbeugung relativ zeitaufwendig sind, wurden verschiedene Techniken zur Meßzeitoptimierung entwickelt; dazu gehören vor allem

die Verwendung ortsauflösender Detektoren (position-sensitive detectors, PSD) und Messungen durch Neutronenflugzeitspektroskopie (time-of-flight, TOF). Ortsauflösende Detektoren haben den Vorteil, daß sie simultan Daten erfassen, die zu verschiedenen Diffraktionsvektoren gehören. Zwei verschiedene Konzepte von PSD-Verfahren kommen für Polfigurmessungen zur Anwendung, die Ortsauflösung in  $2\Theta$  und die Ortsauflösung in der Orientierung  $\alpha, \beta$ . Bei der ersten Methode wird für jede Probenorientierung ein ganzes Diffraktogramm über einen größeren  $2\Theta$ -Bereich erfaßt (z. B. Szintillationsdetektor (Schäfer, Jansen, Elf & Will, 1984; Merz, Höfler, Schäfer & Will, 1988), Gasdetektor (Bunge, Wenk & Pannetier, 1982)). Auf diese Weise erhält man mit einem Meßzyklus über alle Orientierungen viele Polfiguren gleichzeitig. Jedoch steht die Ebene der Eulerwiege nur für einen einzigen  $2\Theta$ -Winkel des Spektrums parallel zur Bisektrix des einfallenden und reflektierten Strahls. Daher werden die Polfiguren trotz voller Rotation um  $\varphi$  und  $\chi$  nicht vollständig abgescant, sondern behalten blinde Flecke, die durch zusätzliche Messungen gefüllt werden müssen. Da durch die Ortsauflösung in  $2\Theta$  komplette Reflexprofile erfaßt werden, können überlappende Reflexe mit Profilanalyse getrennt werden, so daß die Anzahl der zugänglichen Polfiguren erhöht wird (Jansen, Schäfer & Will, 1986; Wenk, Bunge, Jansen & Pannetier, 1986). Bei dem PSD-Verfahren mit Ortsauflösung in der Orientierung  $\alpha, \beta$  (Juul Jensen & Kjems, 1983) wird für jede Polfigur die Wellenlänge der Strahlung so gewählt, daß der zu messende Reflex einen Streuwinkel  $2\Theta = 90^\circ$  hat. Der senkrecht stehende, ortsempfindliche Detektor mißt dann einen größeren Bereich eines Debye-Scherrer-Ringes, was einem Teil eines Kleinkreises in der Polfigur entspricht. Diese Meßtechnik ist für schnelle Polfigurmessungen an Metallen, besonders zur Untersuchung kinetischer Prozesse geeignet (Juul Jensen, 1986).

Die Neutronenflugzeitspektrometrie entspricht den energiedispersiven Röntgenmethoden. Von einer gepulsten Neutronenquelle wird ein polychromatischer Strahl auf die Probe geschickt. Die reflektierte Strahlung wird von einem Detektor an einer festen  $2\Theta$ -Position gemessen und anschließend nach der Flugzeit analysiert. Auf diese Weise erhält man für eine bestimmte Probenorientierung ein vollständiges Spektrum von d-Werten. Die ersten TOF-Polfigurmessungen wurden von Szpunar, Oles, Buras, Sosnowska & Pietras (1968) durchgeführt. Regelmäßige Anwendungen der TOF-Methode für Texturanalysen finden in Dubna/UdSSR statt (z. B. Feldmann, 1986). Besonders schnelle Polfigurmessungen sind in Los Alamos möglich, wo ein TOF-Spektrometer mit einem ortsempfindlichen Detektor kombiniert wurde (Wenk, 1985a). Die Vorteile der energiedispersiven Verfahren wurden von Szpunar (1984) beschrieben.

## 5.0 Polfigurmessungen auf dem Bonner Vierkreisdiffraktometer am FRJ-2

### 5.1 Beschreibung des Diffraktometers

Das Mineralogische Institut der Universität Bonn betreibt seit über 20 Jahren ein Neutronendoppeldiffraktometer am Forschungsreaktor FRJ-2 (DIDO) in der Kernforschungsanlage Jülich. Der D<sub>2</sub>O-moderierte Reaktor (23MW) erzeugt einen thermischen Neutronenfluß von  $2 \times 10^{14} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Das Bonner Diffraktometer SV7 befindet sich am 6H-Kanal. Der polychromatische Primärstrahl wird durch zwei übereinander angeordnete Monochromatorkristalle in zwei monochromatische Strahlen für zwei unabhängig nutzbare Neutronenbeugungsmeßplätze aufgeteilt.

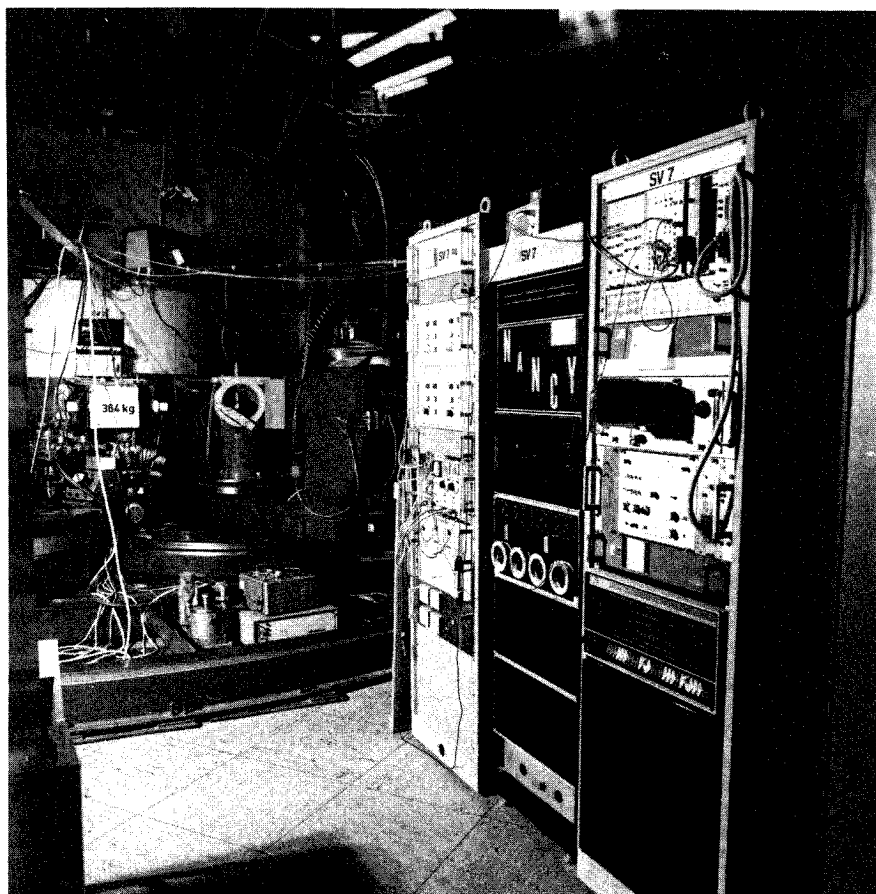


**Abb. 5.1:** Foto des Vierkreisdiffraktometers am SV7 in der Reaktorhalle des FRJ-2  
*linke Bildmitte:* Vollkreiseulerwiege mit Detektor  
*rechts:* Elektronische Steuereinheiten des Vierkreisdiffraktometers

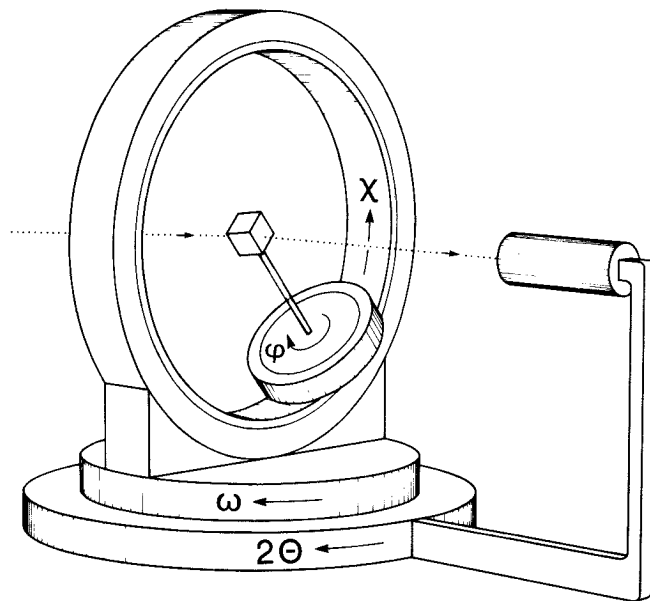


**Abb. 5.2:** Skizze der Vollkreiseulerwiege mit Detektor und Angabe der Drehrichtungen der vier Winkel  $2\Theta$ ,  $\omega$ ,  $\varphi$  und  $\chi$

Der obere monochromatische Strahl dient als Primärstrahl für das Vierkreisdiffraktometer NANCY (Abb. 5.1) das, ursprünglich für Einkristallstrukturuntersuchungen bestimmt, bereits seit 1980 (vgl. Report MIN X, 1980) zunehmend für Polfiguraufnahmen zur Texturanalyse eingesetzt wird.

Als Monochromator des Vierkreisdiffraktometers dient ein Ni-(200)-Einkristall mit einer Mosaikbreite von  $13'$ . Die Neutronenwellenlänge beträgt  $1.202 \text{ \AA}$  bei einem Monochromator-Abstrahlwinkel  $2\Theta_{\text{Mon}} = 40.0^\circ$  (vor September 1986  $\lambda = 1.293 \text{ \AA}$  von einem Cu-(111)-Monochromator mit  $10'$  Mosaikbreite und  $2\Theta_{\text{Mon}} = 36.07^\circ$ ). Divergenz und Größe des Strahls können durch Kollimatoren und Blenden variiert werden. An der Probenposition hat der Strahl einen Querschnitt von  $20 \times 40 \text{ mm}^2$  bei einem Neutronenfluß von  $10^6 \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Auf dem Probenteller ist eine Vollkreiseulerwiege installiert (Abb. 5.2). Als Detektor dient ein  $\text{BF}_3$ -Zählrohr. Durch Sollerkollimatoren mit  $20 \times 20 \text{ mm}^2$  Öffnungsquerschnitt zwischen Probe und Detektor ist die Horizontaldivergenz des gebeugten Strahls zwischen  $21'$  und  $60'$  einstellbar. Die Vertikaldivergenz beträgt  $138'$ . Die Positioniergenauigkeit der Eulerwiegenwinkel  $\varphi$  und  $\chi$  sowie von Probenteller- und Detektorwinkel  $\omega$  und  $2\Theta$  beträgt  $0.01^\circ$ . Der Antrieb erfolgt über Schrittmotoren und Winkelkodierer. Das Vierkreisdiffraktometer

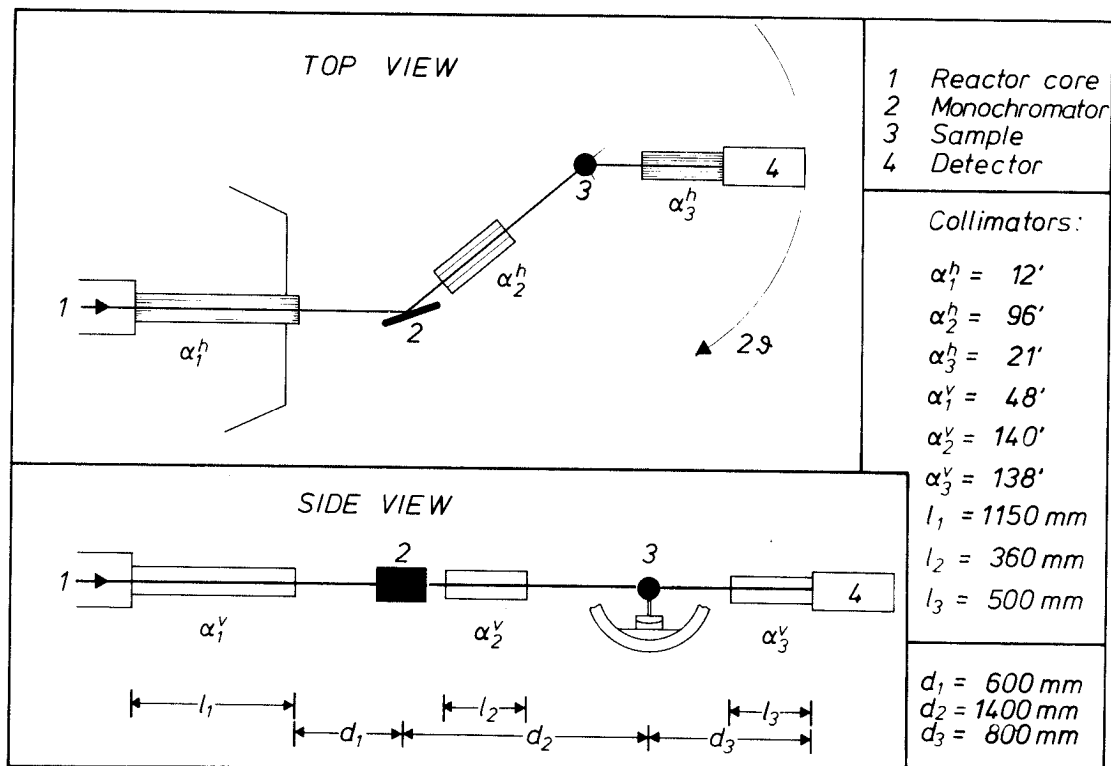
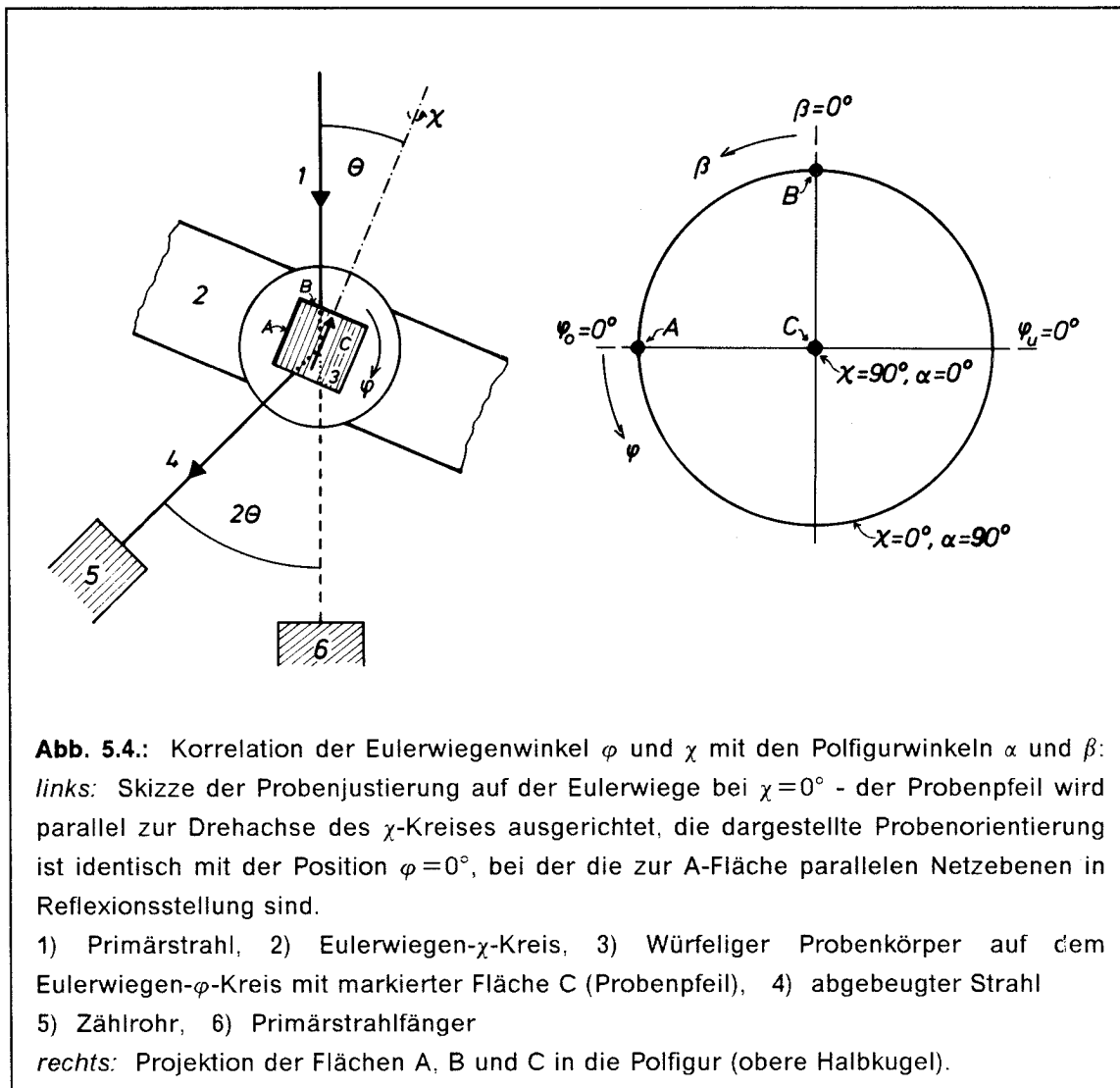


**Abb. 5.3:** Skizze der Diffraktometerbedingungen des Vierkreisdiffraktometers mit Angaben der Kollimatordivergenzen und der Weglängen zwischen den Diffraktometerkomponenten

wird über einen PDP11/73-Rechner gesteuert (bis 1986 PDP8i). Die instrumentelle Winkelauflösung des Diffraktometers, ausgedrückt durch die Halbwertsbreite FWHM (full width at half maximum) der Beugungsreflexe, beträgt  $0.3^\circ$  bei  $2\Theta = 40^\circ$ . In der Abb. 5.3 sind die Diffraktometerbedingungen skizziert.

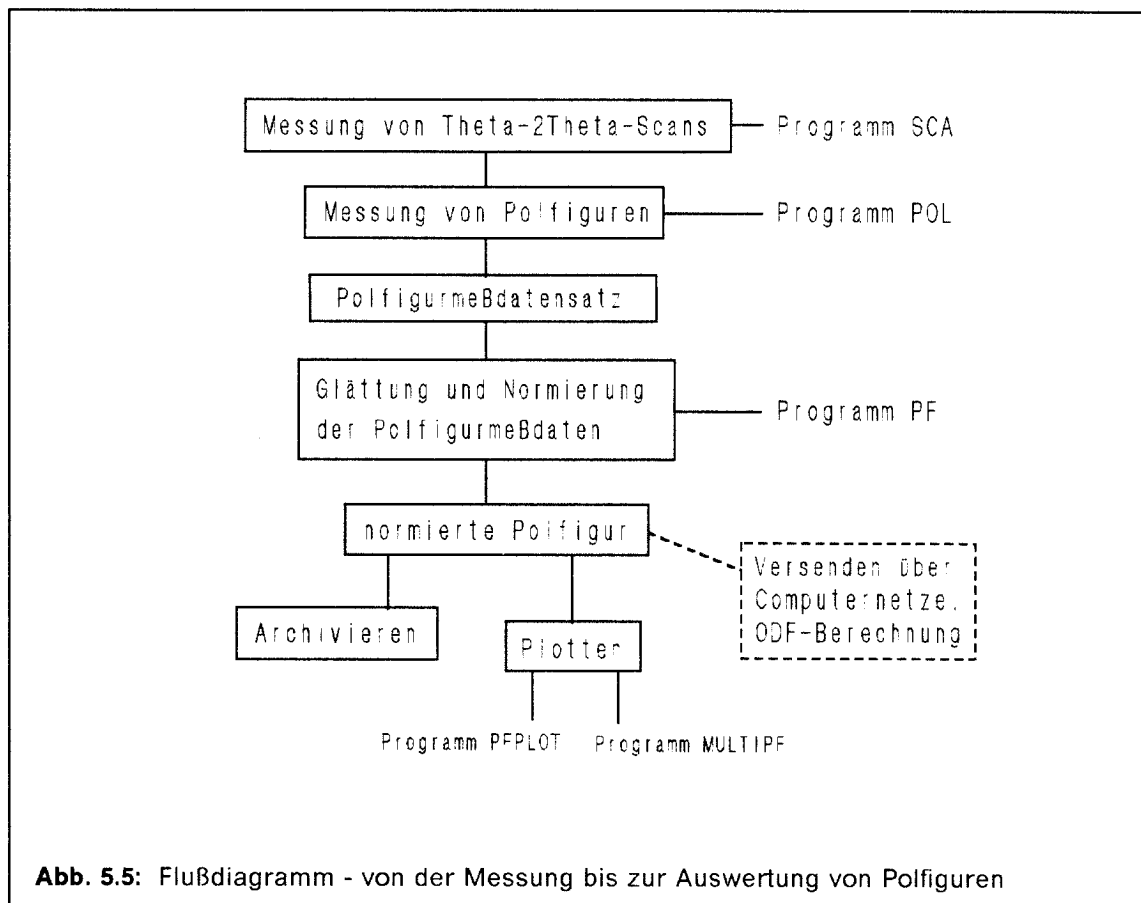
## 5.2 Meßablauf

Die meist würfelförmigen Proben sind auf einer Fläche mit einem Pfeil bezüglich Walzrichtung, Lineation oder dgl. gekennzeichnet. Die Probenwürfel werden auf 6 mm dicke Cd-umhüllte Plexiglasstäbchen aufgeklebt, so daß die gekennzeichnete Fläche der Klebestelle gegenüberliegt. Anschließend wird die Probe auf einem ACA-Standard-Goniometerkopf befestigt und auf die Eulerwiege montiert. Die Ausrichtung der Probe erfolgt bei  $\chi = 0^\circ$  derart, daß der Probenpfeil parallel zur Normalen des Eulerwiegen- $\chi$ -Kreises liegt und zum Primärstrahl zeigt (Abb. 5.4). Diese Probenstellung wird als  $\varphi = 0^\circ$  festgelegt. Die Polfiguren sind dann mit den Probenorientierungen folgendermaßen korreliert: Die Projektionsebene der Polfigur liegt parallel zur gekennzeichneten Probenfläche (Fläche C in Abb. 5.4 links). Alle Orientierungen mit  $\chi = 0^\circ$  ( $\alpha = 90^\circ$ ) liegen am Polfigurrand, die Normalenrichtung der markierten Fläche



ergibt in der Projektion den Mittelpunkt ( $\chi=90^\circ$  bzw.  $\alpha=0^\circ$ ). In der Orientierung  $\varphi=0^\circ$ ,  $\chi=0^\circ$  kommen diejenigen Netzebenen zur Reflexion, die parallel zur Fläche A in der Abb. 5.4 liegen. Die Poldichte dieser reflektierenden Netzebenen wird in Projektionen der oberen Halbkugel im Westen der Polfigur ( $\varphi_o$ ), in Projektionen der unteren Halbkugel im Osten ( $\varphi_u$ ) abgetragen. In der Projektion läuft der Winkel  $\varphi$  entgegen dem Uhrzeigersinn.

Alle Messungen werden in Transmissionsgeometrie durchgeführt. Meßablauf und Polfigurauswertung sind als Flußdiagramm in Abb. 5.5 skizziert: Zunächst werden ein oder mehrere  $\Theta$ - $2\Theta$ -Scans über verschiedene Bragg-Reflexe oder einen größeren  $2\Theta$ -Bereich mit dem Programm SCA (Elf, 1986) aufgenommen. Anschließend werden die Polfiguren mit dem Programm POL gemessen.



Mit dem Programm SCA können mittels einer Menü-Eingabetechnik mehrere  $\Theta$ - $2\Theta$ -Scans gestartet werden. Die Scans werden auf Platte gespeichert und als Histogramm ausgedruckt. Aus den  $\Theta$ - $2\Theta$ -Scans werden die  $2\Theta$ -Positionen der Reflexmaxima und der Untergrund bestimmt. Durch einen Programmaufruf des Programms POL wird die zeitliche Meßabfolge aller Polfiguren einer Probe gestartet. Die gemessenen Intensitäten werden als Histogramm ausgedruckt und als Polfigurmeßdatensatz auf Platte abgespeichert (vor Sommer 1986 mit der PDP8i durchgeführte Messungen auf Magnetband (DEC-tape) ).

Bei einer Polfigurmessung wird zuerst der  $2\Theta$ -Wert des zu messenden Reflexes angesteuert, die Probenorientierung schrittweise durch Rotation um  $\varphi$  und  $\chi$  verändert und nach jeder Positionierung die reflektierte Intensität gemessen. Das Meßpunktmuster zur Erfassung der vollständigen Polfigur (Abb. 5.6) ist an einen „Equal-angular-Scan“ angelehnt. Die Abtastung der Polfigur erfolgt in konzentrischen Kreisen. Um eine unnötig hohe Meßpunktdichte im inneren Polfigurbereich zu vermeiden, werden einige Meßpunkte des „Equal-angular-Scans“ weggelassen. Das Meßpunktraster besteht aus 757 Punkten gegenüber den 1296 Punkten des echten „Equal-angular-Netzes“ (Abb. 5.6 und Tab. 5.1). Für spezielle Anwendungen, z. B.

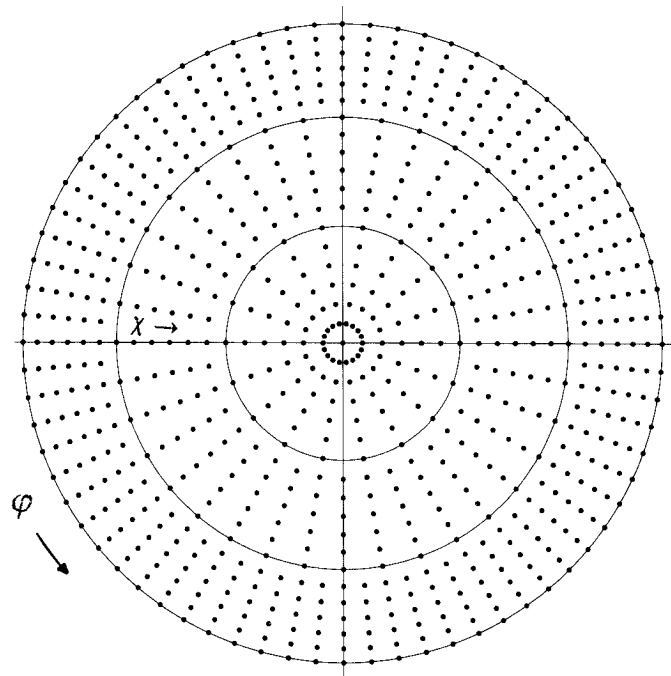


**Abb. 5.6:** Meßpunktmuster zur Erfassung der vollständigen Polfigur, 757 Meßpunkte, flächentreue Projektion, obere Halbkugel

| Polfigurteil                                         | "default" (Polykristall) |              |              | Einkristall  |              |              |
|------------------------------------------------------|--------------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
|                                                      | $\Delta\phi$             | $\Delta\chi$ | Punkt-anzahl | $\Delta\phi$ | $\Delta\chi$ | Punkt-anzahl |
| Randbereich<br>$0^\circ \leq \chi < 30^\circ$        | $5^\circ$                | $5^\circ$    | 432          | $1^\circ$    | $2.5^\circ$  | 4320         |
| mittlerer Bereich<br>$30^\circ \leq \chi < 60^\circ$ | $10^\circ$               | $5^\circ$    | 216          | $2^\circ$    | $2.5^\circ$  | 2160         |
| innerer Bereich<br>$60^\circ \leq \chi < 90^\circ$   | $20^\circ$               | $5^\circ$    | 108          | $4^\circ$    | $2.5^\circ$  | 1080         |
| Polfigurmitte<br>$\chi = 90^\circ$                   | $360^\circ$              | $5^\circ$    | 1            | $360^\circ$  | $2.5^\circ$  | 1            |
| Summe der Meßpunkte                                  |                          |              | 757          |              |              | 7561         |

**Tab. 5.1:** Meßpunktmuster für Polfiguren, Werte für Winkelinkremente  $\Delta\phi$  und  $\Delta\chi$  und Punktzahl per default und bei Messungen an Einkristallen

| Substanz | Probenvolumen<br>[cm <sup>3</sup> ] | Meßpunkte pro<br>Polfigur | Meßzeit pro<br>Polfigur<br>[h] |
|----------|-------------------------------------|---------------------------|--------------------------------|
| Calcit   | 1.0                                 | 757                       | 12                             |
| Quarz    | 6.9                                 | 757                       | 14                             |
| Biotit   | 6.9                                 | 757                       | 14                             |
| Hämatit  | 1.0                                 | 757                       | 7                              |
| Magnetit | 1.0                                 | 757                       | 8                              |
| Titan    | 1.0                                 | 757                       | 30                             |
| Stahl    | 2.2                                 | 757                       | 4                              |
| TbAg     | 0.8                                 | 757                       | 15                             |
| Kamacit  | 2.2                                 | 7561                      | 25                             |
| Taenit   | 1.0                                 | 7561                      | 25                             |
| Rhabdit  | 2.2                                 | 7561                      | 25                             |

**Tab. 5.2:** Meßzeiten pro Polfigur eines starken Reflexes für verschiedene Substanzen

Polfiguren von Einkristallen (s. z. B. Kapitel 7), können dichtere Meßpunkttraster gewählt werden (s. Tab. 5.1).

Die Meßzeit für eine Polfigur hängt von dem Streuvermögen der untersuchten Substanz, vom Probenvolumen und von den verwendeten Primärstrahlblenden ab. Bei standardmäßiger Kollimation dauert die Polfigur eines Minerals etwa 8-12 h. In der Tab. 5.2 sind durchschnittliche Meßzeiten der bisher untersuchten Substanzklassen aufgelistet.

### 5.3 Datenanalyse

Die weitere Polfigurauswertung (s. Abb. 5.5) erfolgt auf dem IBM-Großrechner 3090 des Zentralinstituts für Angewandte Mathematik (ZAM) der KFA. Dazu gehört das Glätten und Normieren der Meßdaten und das Erstellen des normierten Polfigurdatensatzes mit dem Programm PF sowie das Plotten der Polfiguren mit den Programmen PFLOT oder MULTIPF. Der Datentransfer vom Experimenterechner zum Großrechner erfolgt über eine 9600 baud-Datenleitung mittels KERMIT.

Aus den Daten des  $\Theta$ -2 $\Theta$ -Scans wird für jeden Reflex hkl der Untergrund durch Mittelwertbildung über Untergrundmeßpunkte links und rechts des Peaks festgelegt. Mit dem Programm PF wird von allen Meßdaten der Polfigur der berechnete mittlere Untergrund subtrahiert. Anschließend werden die zu einem echten „Equal-angular-Muster“ fehlenden Werte aus den Meßdaten interpoliert. Durch Mittelwertbildung mit den Intensitäten der benachbarten Punkte werden alle Meßdaten geglättet. Die arithmetische Normierung erfolgt mit dem Normierungsfaktor (vgl. z. B. Wenk, 1985a)

$$N_{hkl} = \frac{\sum_{\alpha=0}^{\pi/2} \sum_{\beta=0}^{2\pi} I_{hkl}(\alpha, \beta) \sin \alpha}{\sum_{\alpha=0}^{\pi/2} \sin \alpha} . \quad [5.1]$$

Für die Intensitäten  $I_{hkl}$  wird in Beugungsexperimenten üblicherweise ein Meßfehler von  $\Delta I_{hkl} = \sqrt{I_{hkl}}$  angenommen. Der relative Fehler des Normierungsfaktors  $\frac{\Delta N}{N}$  ergibt für mittlere bis starke Reflexe ( $I_{\max}/I_{\text{ugrd.}} > 3$ ) Werte um 10% (s. Tab. 5.3), für Reflexe mit geringen Intensitäten auch wesentlich höhere Werte. Der relative Fehler der mit N normierten Intensitäten (Poldichten P) liegt je nach gemessener Zählrate etwas höher als der relative Fehler des Normierungsfaktors. Bei mittleren bis starken Reflexen ist bei den Poldichten ein relativer Fehler von 13% zu erwarten.

Die resultierenden Poldichten bilden den eigentlichen Datensatz der normierten Polfigur. Die normierte Polfigur wird mit den Programmen PF PLOT (für einzelne Polfiguren) oder MULTIPF (bis zu 4 Polfiguren auf eine Seite) gezeichnet. Die beiden Plotprogramme ermöglichen die Ausgabe in stereographischer oder flächentreuer Projektion der oberen oder unteren Lagenhalbkugel. Außerdem verfügen die Programme über zusätzliche Plotmöglichkeiten, wie z. B. das Eintragen berechneter Einkristallpole in die Polfigur. Die normierten Polfiguren werden in dem Massenspeichersystem MSS des ZAM archiviert. Sie sind für einen Datenaustausch mit anderen Forschungsgruppen über Computernetze, beispielsweise EARN, geeignet. Die normierten Polfiguren dienen als Eingabedatensätze für weitere Auswertungen, wie z. B. ODF-Berechnung.

Die gesamte Software - dazu gehören neben den FORTRAN-Programmen PF, PF PLOT und MULTIPF auch weitere Programme, die zur Bearbeitung der Polfiguren dienen (z. B. spezielle Zeichenprogramme und Programme zur Berechnung theoretischer Einkristallpole) - wurde im Rahmen dieser Arbeit entwickelt. Diffraktometer und Auswertesoftware stellen heute einen von zahlreichen Universitätsgruppen genutzten Texturmeßplatz dar (vgl. Tab. 6.1).

| Substanz<br>Polfigur          |                | $\frac{I_{\max}}{I_{\text{ugrd.}}}$ | Zählraten<br>[counts] | $\frac{\Delta I}{I}$ [%] | $\frac{\Delta N}{N}$ [%] | $\frac{\Delta P}{P}$ [%] |
|-------------------------------|----------------|-------------------------------------|-----------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|
| ungeregeltes<br>Hämatit-Erz   | 0003           | 4.09                                | 874 - 1350            | 3.2 - 2.7                | 10                       | 13.2 - 12.7              |
|                               | 11 $\bar{2}$ 3 | 6.12                                | 1700 - 2018           | 2.4 - 2.2                | 8                        | 10.4 - 10.2              |
|                               | 10 $\bar{1}$ 1 | 2.95                                | 830 - 975             | 3.5 - 3.2                | 13                       | 16.5 - 16.2              |
| Calcit Nr.338,<br>s. Kap. 6.1 | 10 $\bar{1}$ 4 | 6.8                                 | 1400 - 3200           | 2.7 - 1.8                | 7                        | 9.7 - 8.8                |
|                               | 01 $\bar{1}$ 2 | 3.1                                 | 800 - 1500            | 3.5 - 2.6                | 12                       | 15.5 - 14.6              |
|                               | 11 $\bar{2}$ 0 | 1.4                                 | 300 - 440             | 6.0 - 4.8                | 36                       | 42 - 40.8                |
| Hämatit-Erz,<br>s. Kap. 6.2   | 0003           | 79.6                                | 300 - 12420           | 5.8 - 0.9                | 8                        | 13.8 - 8.9               |
| Coahuila,<br>s. Kap. 7.1.2    | 200            | 3353                                | 25 - 160000           | 20 - 0.25                | 13                       | 33 - 13.3                |

**Tab. 5.3:** Relative Fehler für Zählraten  $I_{hkl}$ , den Normierungsfaktor N und die Poldichte P von ausgewählten Polfiguren.



## 6.0 Texturanalyse mit Neutronen - Proben und Ergebnisse

In der Tab. 6.1 sind alle von 1981 bis 1988 durchgeführten Texturuntersuchungen alphabetisch nach Substanzen aufgelistet. Einige Beispiele daraus werden im folgenden Kapitel ausführlich behandelt.

| Substanz                                                                                                      | Institut              | Universität          |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|----------------------|
| Calcit-Kugeln, 5 mm, 10mm,<br>20 mm Ø<br>Calcit Nr. 329<br>Calcit Nr. 338<br>Calcit Nr. 370<br>Calcit Nr. 371 | Mineralogie, Geologie | Kiel, Berkeley       |
| Calcit Nr. K433,<br>Neutronentexturstandard                                                                   | Geologie              | Berkeley             |
| Eisenglanz, Hämatit-Erz                                                                                       | Mineralogie           | Kiel                 |
| Grängesberg-Erz 11<br>Grängesberg-Erz 17<br>Grängesberg-Erz 18                                                | Mineralogie           | Aachen               |
| Granulit                                                                                                      | Mineralogie           | Kiel                 |
| Hämatiterz GU91a<br>Hämatiterz GU174<br>Hämatiterz GU222c                                                     | Geologie              | Clausthal-Zellerfeld |
| Hämatit Reicherz<br>Kalk, unregelmäßig<br>Magnetit, groß<br>Magnetit, klein                                   | Mineralogie           | Kiel                 |
| Marmor, groß<br>Marmor, klein                                                                                 | Geologie              | Berkeley             |
| Marmor-Kugel, 20 mm Ø<br>Marmor Nr. 376                                                                       | Mineralogie, Geologie | Kiel, Berkeley       |

| <b>Substanz</b>                                                                                                                                              | <b>Institut</b>     | <b>Universität</b>   |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------|----------------------|
| Meteorit Coahuila<br>Meteorit Coolac<br>Meteorit Gibeon<br>Meteorit Schwetz<br>Meteorit Walker County                                                        | Mineralogie         | Bonn                 |
| MnO-Einkristalle                                                                                                                                             | Physik, IFF         | Hannover, KFA Jülich |
| NiTi, kubisch                                                                                                                                                | Kernphysik          | Frankfurt            |
| PC82, Mylonit<br>PC87, Ultramylonit<br>PC88, Granit<br>PC89, undeformierter Granit<br>PC90, Phyllonit<br>PC92, Phyllonit<br>PC95, Phyllonit<br>PC96, Mylonit | Geologie            | Berkeley             |
| Quarz-Bändererz                                                                                                                                              | Mineralogie         | Kiel                 |
| Rhabdit, Meteorit Coahuila                                                                                                                                   | Mineralogie         | Bonn                 |
| Stahl A<br>Stahl SCH<br>Stahl ST                                                                                                                             | Qualitätskontrolle  | Dortmund             |
| Stahl 2.4<br>Stahl B18.4<br>Stahl B20.4<br>Stahl T10<br>Stahl T12                                                                                            | Metallkunde         | Leuven               |
| TbAg (3/86)<br>TbAg, Tieftemperatur                                                                                                                          | Festkörperforschung | KFA Jülich           |
| Titan, 40% kaltgewalzt<br>Titan, 50% kaltgewalzt<br>Titan, 80% kaltgewalzt                                                                                   | Metallkunde         | Clausthal-Zellerfeld |

**Tab. 6.1:** Liste der seit 1981 durchgeführten Texturuntersuchungen, Stand: 1.6.1988

## 6.1 Calcitgesteine

Calcit ( $\text{CaCO}_3$ , Raumgruppe  $R\bar{3}c$ ) ist ein wichtiges Mineral, das maßgeblich am Aufbau großer Teile der kontinentalen Erdkruste beteiligt ist. Wegen der leichten plastischen Verformbarkeit schon bei niedrigen Drücken konzentrierte sich die Erforschung des Deformationsverhaltens in den Geowissenschaften bereits seit Jahrzehnten in hohem Maße auf calcitische Gesteine (Wenk, 1978). Große Bedeutung haben Kalksteine für die röntgenographische Texturanalyse, da sie durch ihre Feinkörnigkeit und ihre weitgehend monomineralische Zusammensetzung zu den wenigen geologischen Materialien gehören, die dieser Untersuchungsmethode zugäng-

| Probe     | Form und Größe           | Korngröße | Substanz | hkl Polfigur                                                                                                       | 2 $\theta$                                                                   | $I_{\text{max}}/I_{\text{ugrd.}}$                     |
|-----------|--------------------------|-----------|----------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------|
| Kalk K329 | Würfel, Kantenlänge 11mm | fein      | Calcit   | 01 $\bar{1}2$<br>10 $\bar{1}4$<br>0006<br>11 $\bar{2}0$<br>11 $\bar{2}3$                                           | 19.3°<br>24.5°<br>26.2°<br>29.9°<br>32.8°                                    | 2.9<br>6.0<br>4.0<br>1.6<br>4.5                       |
| Kalk K338 | Würfel, Kantenlänge 11mm | fein      | Calcit   | 01 $\bar{1}2$<br>10 $\bar{1}4$<br>0006<br>11 $\bar{2}0$<br>11 $\bar{2}3$                                           | 19.2°<br>24.4°<br>26.2°<br>29.9°<br>32.7°                                    | 3.1<br>6.8<br>4.0<br>1.4<br>3.7                       |
| Kalk K370 | Würfel, Kantenlänge 11mm | fein      | Calcit   | 01 $\bar{1}2$<br>10 $\bar{1}4$<br>0006<br>11 $\bar{2}0$<br>11 $\bar{2}3$                                           | 19.3°<br>24.5°<br>26.2°<br>30.0°<br>32.8°                                    | 2.4<br>5.1<br>3.8<br>1.5<br>3.2                       |
| Kalk K371 | Würfel, Kantenlänge 11mm | fein      | Calcit   | 01 $\bar{1}2$<br>10 $\bar{1}4$<br>0006<br>11 $\bar{2}0$<br>11 $\bar{2}3$                                           | 19.3°<br>24.4°<br>26.1°<br>30.0°<br>32.8°                                    | 4.2<br>11.0<br>7.7<br>1.7<br>5.0                      |
| Kalk K433 | Würfel, Kantenlänge 10mm | fein      | Calcit   | 01 $\bar{1}2$<br>10 $\bar{1}4$<br>0006<br>11 $\bar{2}0$<br>11 $\bar{2}3$<br>20 $\bar{2}2$<br>0118<br>11 $\bar{2}6$ | 18.05°<br>22.90°<br>24.40°<br>27.90°<br>30.50°<br>33.35°<br>36.55°<br>37.40° | 5.9<br>11.6<br>7.2<br>1.8<br>6.2<br>1.8<br>7.5<br>2.8 |

**Tab. 6.2:** Liste der gemessenen Polfiguren an Calcitgesteinen.

| Probe Nr. | Temperatur [°C] | Enddruck [MPa] | Verformungsart          | Endverformungen |                |              | Strainrate $\dot{\epsilon}$ [s <sup>-1</sup> ] |
|-----------|-----------------|----------------|-------------------------|-----------------|----------------|--------------|------------------------------------------------|
|           |                 |                |                         | $\epsilon_1$    | $\epsilon_2$   | $\epsilon_3$ |                                                |
| K329      | 600             | 45             | plane strain pure shear | 25.8%           | -2.4%          | -24.3%       | $1.6 \times 10^{-6}$                           |
| K433      | 400             | 100            | plane strain pure shear | 35.0%           | -3.0%          | -36.0%       | $3.6 \times 10^{-7}$                           |
| K338      | 300             | 100            | plane strain pure shear | 31.0%           | -3.4%          | -33.9%       | $5.0 \times 10^{-7}$                           |
| K370      | 200             | 150            | plane strain pure shear | 21.8%           | -2.8%          | -20.8%       | $1.5 \times 10^{-6}$                           |
| K371      | 400             | 100            | simple & pure shear     |                 | $\gamma = 0.9$ |              |                                                |

**Tab. 6.3:** Deformationsbedingungen der künstlich deformierten Kalkproben

lich sind. Anhand calcitischer Gesteine wurde die Verwendbarkeit der Texturanalyse mittels Neutronenbeugung für die Geowissenschaften hervorgehoben (Wenk, Kern, Schäfer & Will, 1984). Der Vergleich von Polfigurmessungen an einem feinkörnigen Kalk und einem Marmor zeigte, daß diese Methode besonders für grobkörnige Proben geeignet ist, da vollständige Polfiguren großer Volumina ohne Absorptionskorrekturen gemessen werden können. Aufgrund von unterschiedlichen Strukturfaktoren stellen Neutronenbeugungsaufnahmen eine wertvolle Ergänzung zur Röntgentexturanalyse dar.

Zur Untersuchung des Deformationsverhaltens des Calcits wurden Polfiguren von 5 deformierten Kalksteinproben<sup>1</sup> gemessen (vgl. MIN-Report XV/1, 1985). Als Ausgangsmaterial für die Verformung diente ein feinkörniger mikritischer Kalkstein (Korngröße < 50 µm) aus Courrendlin, Schweizer Jura, dessen Vorzugsorientierung der Kristallite vernachlässigbar war. Die Deformationen wurden mit einer 3-axialen Presse<sup>2</sup> bei verschiedenen Temperaturen durchgeführt. Die Deformationsbedingun-

<sup>1</sup> Die Proben wurden von H.R. Wenk, Department of Geology and Geophysics, University of California Berkeley, zur Verfügung gestellt.

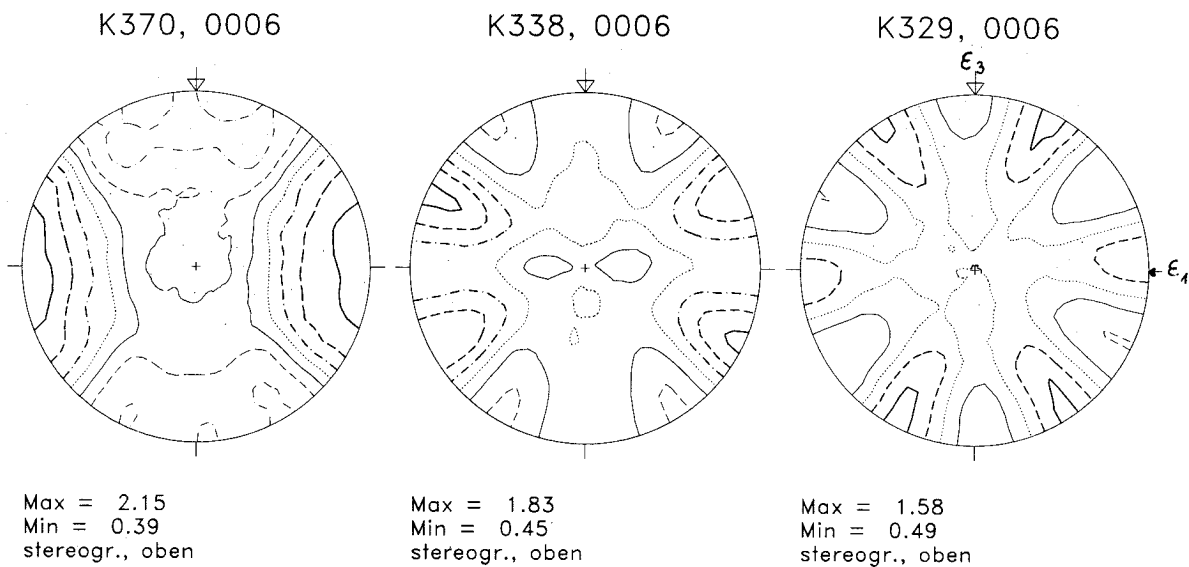
<sup>2</sup> Die Deformationsexperimente wurden von H. Kern, Mineralogisch-Petrographisches Institut, Universität Kiel, durchgeführt.

gen sind in der Tab. 6.3 aufgelistet. Für die Polfigurmessungen wurden aus dem Mittelstück der deformierten Kalkzylinder Probenwürfel mit ca. 10 mm Kantenlänge geschnitten; die Kanten und Ecken wurden anschließend abgerundet. Die Aufnahme der Polfiguren erfolgte für die in Tab. 6.2 aufgeführten Calcit-Reflexe (hexagonale Aufstellung). Aufgrund ihrer Deformationsbedingungen liefern „plane strain/pure shear“-verformte Proben stets Polfiguren mit orthorhombischer Symmetrie (Abb. 6.1, Abb. 6.2), die „simple shear“-verformten monokline Polfiguren (Abb. 6.3) (z. B. Wenk, 1985b). Als Beispiele sind für die Proben K329, K338 und K370, die alle „plane strain/pure shear“ deformiert wurden, die Polfiguren 0006 und  $10\bar{1}4$  abgebildet (Abb. 6.1). Die Verformungsrichtungen  $\varepsilon_1$ ,  $\varepsilon_2$  und  $\varepsilon_3$  sind mit den Richtungen in den Polfiguren folgendermaßen korreliert:  $\varepsilon_1$  verläuft in West-Ost-Richtung,  $\varepsilon_3$  in Süd-Nord-Richtung,  $\varepsilon_2$  steht senkrecht zur Papierebene. Die Polfiguren der Probe K433 (Abb. 6.2), die aufgrund ihrer Deformationsbedingungen zwischen den Proben K329 und K338 einzuordnen ist, sind erst mit denen der Abb. 6.1 vergleichbar, wenn man die unterschiedliche Probenaufstellung während der Messung berücksichtigt: bei der Probe K433 liegt  $\varepsilon_1$  senkrecht zur Papierebene,  $\varepsilon_2$  in Nord-Süd- und  $\varepsilon_3$  in West-Ost-Richtung. Mit zunehmendem Druck zeigen die 0006-Polfiguren eine zunehmende Konzentration der 0006-Pole parallel zur Ausbreitungsrichtung  $\varepsilon_1$ .

Aus den hier gemessenen Daten wurden über die WIMV-Methode (s. z. B. Matthies, Wenk & Vinel, 1988) die Orientierungsverteilungsfunktionen berechnet und mit ODFs von Taylor-Simulationen verglichen (Wenk, Takeshita, Tomé, Kern, Höfler, Will & Matthies, 1987). Dabei werden verschiedene topologische Domänen berücksichtigt, in denen unterschiedliche Deformationsmechanismen - Gleitsysteme  $r^+$  ( $\{10\bar{1}4\} < \bar{2}021 >$ ),  $r^-$  ( $\{10\bar{1}4\} < 20\bar{2}1 >$ ),  $r^+$  ( $\{\bar{1}012\} < 02\bar{2}1 >$ ),  $r^-$  ( $\{\bar{1}012\} < 0\bar{2}2\bar{1} >$ ) und mechanische Verzwilligung  $e^+$  ( $\{\bar{1}018\} < 40\bar{4}1 >$ ) in wechselnden Anteilen - aktiv werden. Die experimentellen ODFs stimmen weitgehend mit den simulierten überein, jedoch sind die Übergänge von einer Textur zur anderen bei steigender Temperatur nicht so scharf wie erwartet, was auf Unzulänglichkeiten des Taylor-Modells zurückgeführt wird. Zur Zeit wird geprüft, ob mit der „self-consistent“-Theorie bessere Ergebnisse zu erzielen sind.

Von besonderer Bedeutung ist die Probe K433, da sie zum Standardprojekt der Texturanalyse mit Neutronenbeugung gehört (Wenk, 1986). Im Rahmen dieses Projekts ist geplant, alle Laboratorien, die neutronographische Texturanalyse betreiben, Polfiguren von bestimmten Reflexen dieser Probe messen zu lassen. Der Vergleich der Messungen soll experimentelle Fehler aufdecken helfen und zur Verbesserung und Vereinheitlichung der experimentellen Methoden anregen. Die Probe K433 wurde ausgewählt, da sie eine schwache Textur besitzt und aufgrund ihrer chemischen Zusammensetzung Neutronen nur schwach streut. Vorläufige Ergebnisse des Projekts unter Beteiligung dreier Institute an den Forschungsreaktoren am ILL (Grenoble),

## Deformierte Calcite



## Deformierte Calcite

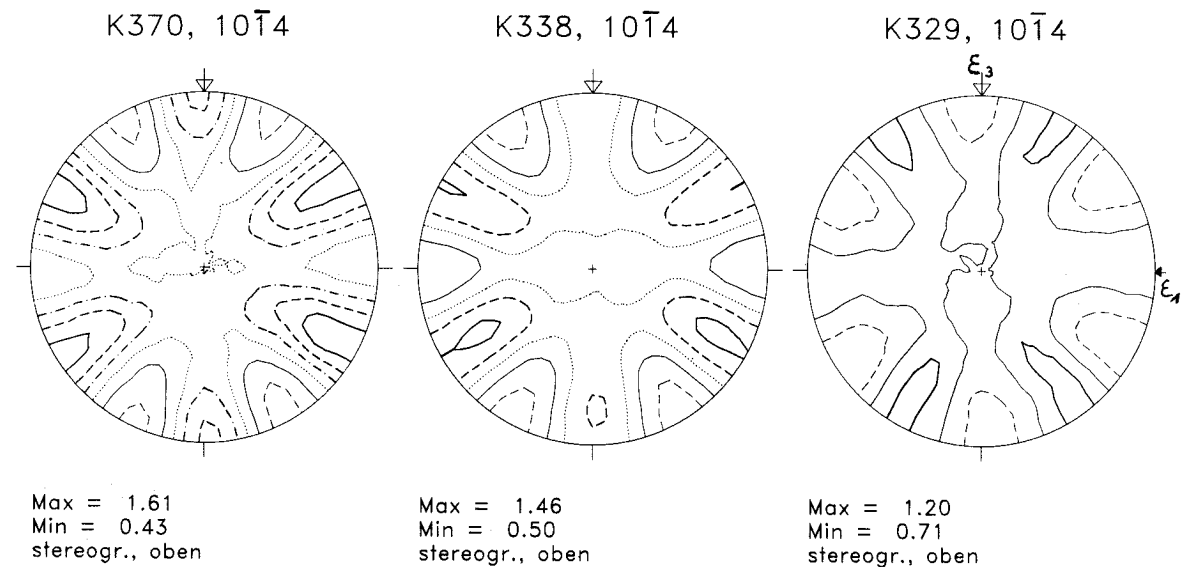


**Abb. 6.1:** Calcit-Polfiguren der deformierten Kalksteinproben  
*obere Reihe:* Polfiguren 0006, *untere Reihe:* Polfiguren 10 $\bar{1}$ 4  
*jeweils links:* Probe K370, *Mitte:* Probe K338, *rechts:* Probe K329 mit Angabe der  
 Deformationsrichtungen

## Calcit K433

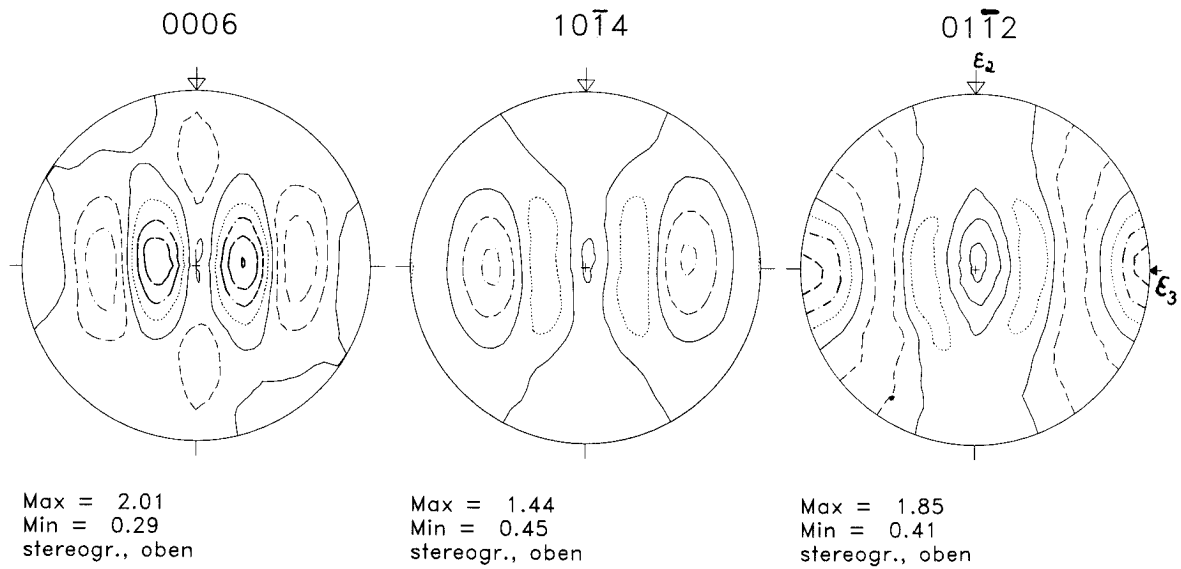


**Abb. 6.2:** Calcit-Polfiguren der deformierten Kalksteinprobe K433

links: 0006, Mitte: 10 $\bar{1}$ 4, rechts: 01 $\bar{1}$ 2 mit Angabe der Deformationsrichtungen

## Calcit K371

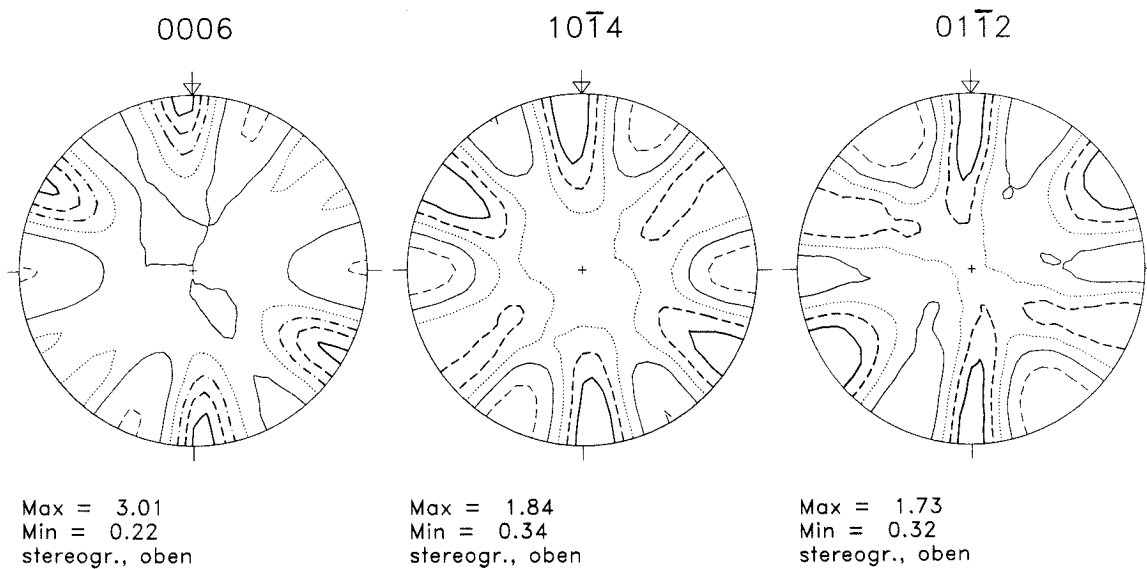


**Abb. 6.3:** Calcit-Polfiguren der deformierten Kalksteinprobe K371

links: 0006, Mitte: 10 $\bar{1}$ 4, rechts: 01 $\bar{1}$ 2

FRG-1 (GKSS, Geesthacht) und FRJ-2 (KFA, Jülich) wurden auf der Tagung ICOTOM 8 vorgestellt (Wenk, Kern, Pannetier, Höfler, Schäfer, Will & Brokmeier, 1987). Über ODF-Berechnungen mit der WIMV-Methode unter Beachtung des Reliability-Wertes RPO schließen sie, daß starke Reflexe ( $01\bar{1}2$ ,  $10\bar{1}4$ ,  $11\bar{2}3$ ) mit gleicher Qualität gemessen wurden. Die ortsauflösende Meßtechnik am Grenobler Reaktor liefert vor allem Vorteile bei schwachen ( $11\bar{2}0$ ) und überlappten Reflexen ( $10\bar{1}8/11\bar{2}6$ ). Es wird betont, daß experimentell bedingte Unsicherheiten nur gering sind, und erneut bestätigt, daß mit der neutronographischen Methode Polfiguren mit hoher Genauigkeit gemessen werden können.

## 6.2 Hämatit-Erze

Für die geowissenschaftliche Texturanalyse ist Hämatit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), eines der wichtigsten Eisenerze, interessant, da es in so hohen Konzentrationen auftritt, daß es oftmals eigenständige, großräumige geologische Einheiten bildet (z. B. „Eisernes Vier-

| h k l           | Röntgenbeugung        | Neutronenbeugung      |                         |                           |
|-----------------|-----------------------|-----------------------|-------------------------|---------------------------|
|                 | $I_{\text{calc}}$ (%) | $I_{\text{calc}}$ (%) | Anteil Kernstreuung (%) | Anteil Magnetstreuung (%) |
| 0 0 0 3         | -                     | 92                    | -                       | 100                       |
| 1 0 $\bar{1}$ 1 | -                     | 53                    | -                       | 100                       |
| 0 1 $\bar{1}$ 2 | 30                    | 19                    | 100                     | -                         |
| 1 0 $\bar{1}$ 4 | 100                   | 45                    | 100                     | -                         |
| 1 1 $\bar{2}$ 0 | 70                    | 22                    | 100                     | -                         |
| 0 0 0 6         | 3                     | 1                     | 100                     | -                         |
| 1 1 $\bar{2}$ 3 | 20                    | 100                   | 61                      | 39                        |
| 0 2 $\bar{2}$ 4 | 40                    | 43                    | 100                     | -                         |
| 0 0 0 9         | -                     | 0.3                   | -                       | 100                       |
| 0 0 0 12        | keine Angabe          | 4                     | 100                     | -                         |

**Tab. 6.4:** Liste ausgewählter Reflexe der Hämatitstruktur. Vergleich der relativen Intensitäten von Röntgen- und Neutronenbeugung. Die Intensitätswerte der Röntgenbeugung wurden der JCPDS-Karteikarte 33-664 (1983) entnommen, die der Neutronenbeugung mit dem Programm POWLS-60 (Will, Jansen & Schäfer, 1980) berechnet. Für die Neutronenbeugungsreflexe sind die Beiträge der Kern- und Magnetstreuung angegeben.

eck“, Minas Gerais, Brasilien). Die Struktur des Hämatits ist isotyp mit der des Korunds ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Raumgruppe  $R\bar{3}c$ ). Die Sauerstoff-Atome bilden eine verzerrte hexagonal-dichteste Packung, die  $\text{Fe}^{3+}$ -Ionen liegen in Oktaederlücken der Packung und bilden Schichten zwischen den Sauerstoffebenen. Unterhalb  $T_N = 968 \text{ K}$  sind die Spins der  $\text{Fe}^{3+}$ -Ionen senkrecht zur c-Achse antiferromagnetisch mit einer geringfügigen Verkantung geordnet. Das resultierende schwache ferromagnetische Moment verschwindet nach einer Umorientierung der Spins parallel zur c-Achse bei  $T_M = 263 \text{ K}$  (z. B. Hönigschmid & Will, 1977). Für den Hämatit sind in Tab. 6.4 mehrere Reflexe und deren Intensitätsbeiträge getrennt nach Kern- und Magnetstreuung aufgelistet.

An einem mittelkörnigen Hämatiterz unbekannter Herkunft<sup>3</sup> wurden Polfiguren der in Tab. 6.5 aufgeführten Reflexe aufgenommen (vgl. auch Höfler, Schäfer & Will, 1986; Will, Höfler & Schäfer, 1986; Will, Höfler & Schäfer, 1988). Die Abb. 6.4 zeigt Beispiele von Polfiguren je eines Reflexes, der von der Kernstreuung ( $10\bar{1}4$ ) und von der ma-

| Probe             | Form und Größe                      | Korngröße | Substanz | hkl Polfigur | 2 $\theta$ | $I_{\text{max}}/I_{\text{ugrd.}}$ |
|-------------------|-------------------------------------|-----------|----------|--------------|------------|-----------------------------------|
| Hämatit-Erz       | Würfel, Kantenlänge 14mm            | bis 1mm   | Hämatit  | 0003         | 16.17°     | 79.6                              |
|                   |                                     |           |          | 0003         | 15.85°     | 43.6                              |
|                   |                                     |           |          | 0003         | 15.75°     | 23.6                              |
|                   |                                     |           |          | $10\bar{1}1$ | 17.90°     | 9.4                               |
|                   |                                     |           |          | $01\bar{1}2$ | 20.20°     | 4.7                               |
|                   |                                     |           |          | $10\bar{1}4$ | 27.80°     | 11.9                              |
|                   |                                     |           |          | $11\bar{2}0$ | 29.61°     | 11.3                              |
|                   |                                     |           |          | 0006         | 32.60°     | 2.5                               |
|                   |                                     |           |          | $11\bar{2}3$ | 33.90°     | 17.8                              |
|                   |                                     |           |          | $02\bar{2}4$ | 41.00°     | 9.3                               |
|                   |                                     |           |          | 0009         | 46.44°     | 1.6                               |
|                   |                                     |           |          | 0009         | 49.90°     | 1.8                               |
|                   |                                     |           |          | 00012        | 68.30°     | 2.8                               |
| Hämatit-Erz GU174 | Quader, 6 × 12 × 20 mm <sup>3</sup> | bis 0.5mm | Hämatit  | 0003         | 16.2°      | 183.8                             |
|                   |                                     |           |          | $10\bar{1}1$ | 17.8°      | 8.8                               |
|                   |                                     |           |          | $10\bar{1}4$ | 27.6°      | 18.3                              |
|                   |                                     |           |          | $11\bar{2}0$ | 29.6°      | 8.8                               |
|                   |                                     |           |          | 0006         | 32.7°      | 5.7                               |
|                   |                                     |           |          | $11\bar{2}3$ | 33.9°      | 20.2                              |
|                   |                                     |           |          | 0009         | 50.0°      | 4.0                               |

**Tab. 6.5:** Liste der gemessenen Polfiguren an Hämatit-Erzen.

<sup>3</sup> Die Probe wurde von H. Kern, Mineralogisch-Petrographisches Institut der Universität Kiel, zur Verfügung gestellt.

## Haematit-Erz

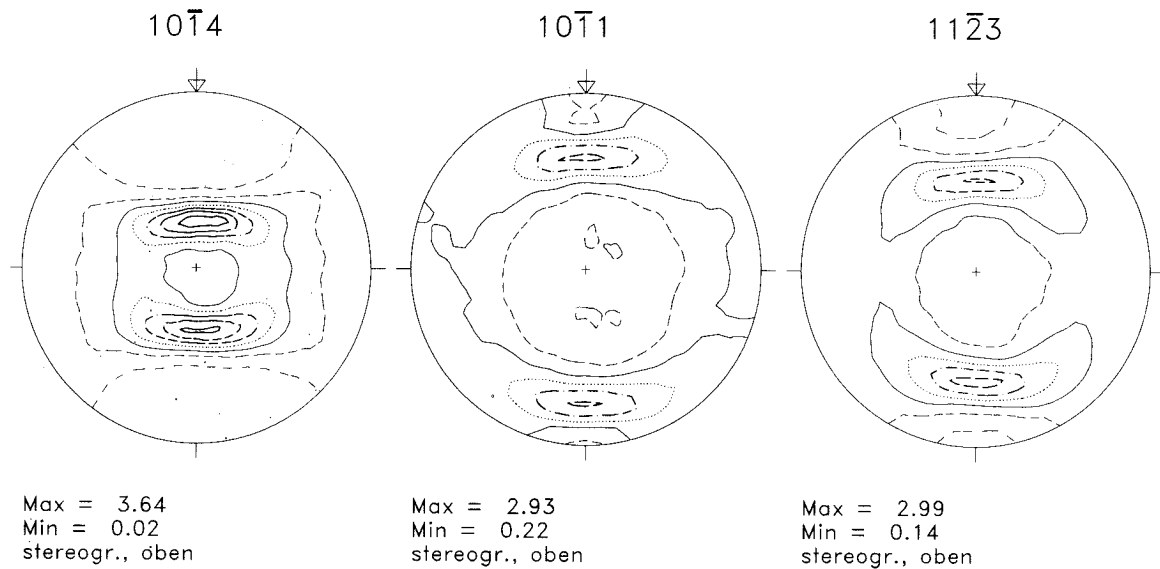
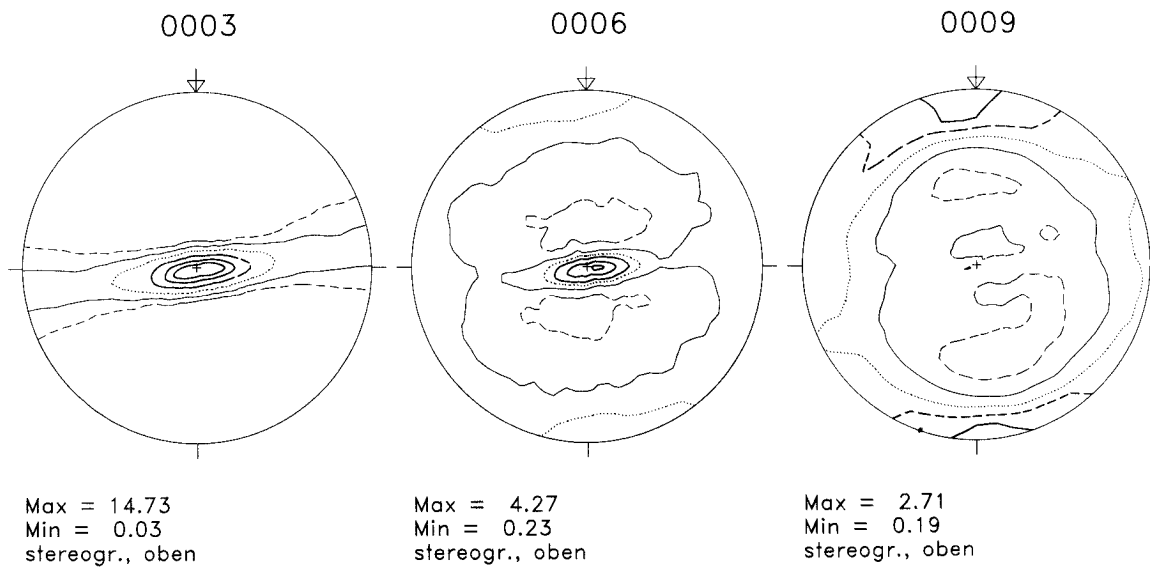


**Abb. 6.4:** Polfiguren des Hämatit-Erzes. *links:*  $10\bar{1}4$  (Kernstreuung), *Mitte:*  $10\bar{1}1$  (Magnetstreuung), *rechts:*  $11\bar{2}3$  (Kern- und Magnetstreuung)

netischen Streuung ( $10\bar{1}1$ ) herrührt, sowie eines „gemischten“ Reflexes ( $11\bar{2}3$ ), dessen Intensität sich aus beiden Strahlungswechselwirkungen zusammensetzt. Die Polfigur des Magnetreflexes 0003 (Abb. 6.5, oben links) hat ein starkes Maximum der c-Achsenpole in der Polfigurmitte mit Auslenkung senkrecht zur Lineation. In den hkil-Polfiguren (Abb. 6.4) treten gürtelförmige Poldichtemaxima in Kleinkreisen um die Polfigurmitte auf mit einer Häufung in Richtung zur Lineation. Die Textur dieses Erzes entspricht somit der weitverbreiteten Vorzugsorientierung in natürlichen Hämatiterzen (Siemes & Hennig-Michaeli, 1985), die als [0001]-Fibertextur senkrecht zur geologischen s-Richtung (Faltungsebene) mit einer Oszillation der c-Achsen um die Lineationsrichtung angesehen werden kann. Die Poldichteverteilung in den Kleinkreisen der hkil-Polfiguren ist nach Quade & Walde (1982) abhängig von der Idiomorphie der Kristalle. Bei metamorph überprägten Hämatit-Erzen stellt sich mit zunehmender Rekristallisation eine zunehmende Regelung ein. Da stark geregelte Erze bei der Reduktion zu Eisen eine große Reduktionsanisotropie zeigen, schlagen Quade & Walde (1982) die Textur als ein Kriterium für die Klassifikation von Hämatit-Erzen vor.

Eine besondere Stellung nehmen bei hexagonalen bzw. trigonalen Mineralien die Polfiguren der c-Achsen ein. Die Tab. 6.4 zeigt, daß bei Röntgenbeugung der 0006-Reflex sehr schwach ist. Das Neutronendiffraktogramm verfügt dagegen über einen sehr starken 0003-Reflex, andere 000l-Reflexe haben wiederum geringe Intensität. Als Besonderheit kommt hinzu, daß die 000l-Reflexe mit  $l=3n$  reine Magnetre-

## Haematit-Erz



## Haematit-Erz GU174

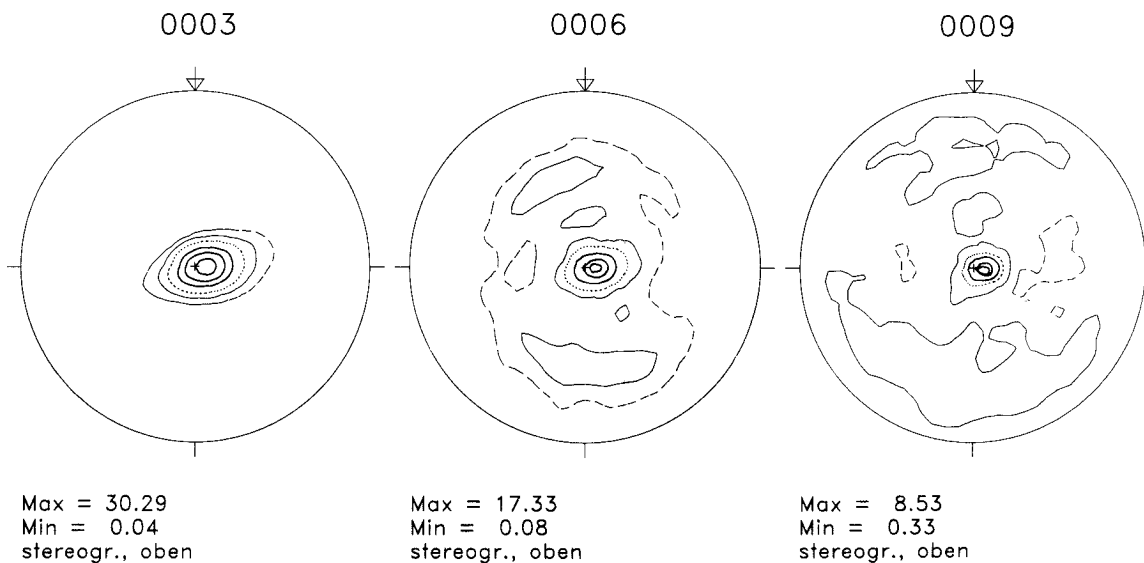


**Abb. 6.5:** 000I-Polfiguren von Hämatit-Erzen; *oben*: Hämatit-Erz unbekannter Herkunft, *unten*: Hämatit-Reicherz GU174 aus Murro Agudo, *jeweils links*: 0003 (Magnetstreuung), *Mitte*: 0006 (Kernstreuung), *rechts*: 0009 (Magnetstreuung)

flexe sind, wenn  $n$  ungerade ist, und reine Kernreflexe für  $n$  = gerade. Beim Vergleich der 000I-Reflexe (Abb. 6.5, obere Reihe) fällt zunächst auf, daß die 0006-Polfigur zwar noch das starke Maximum in der Polfigurmitte aufweist, die Polfigur 0009 jedoch maximale Poldichten in Lineationsrichtung zeigt. Eine Reihe von  $\Theta$ - $2\Theta$ -Scans um den  $2\Theta$ -Wert des 0009-Reflexes für verschiedene Kippwinkel  $\chi$  bei  $\varphi = 90^\circ$  (Lineations-

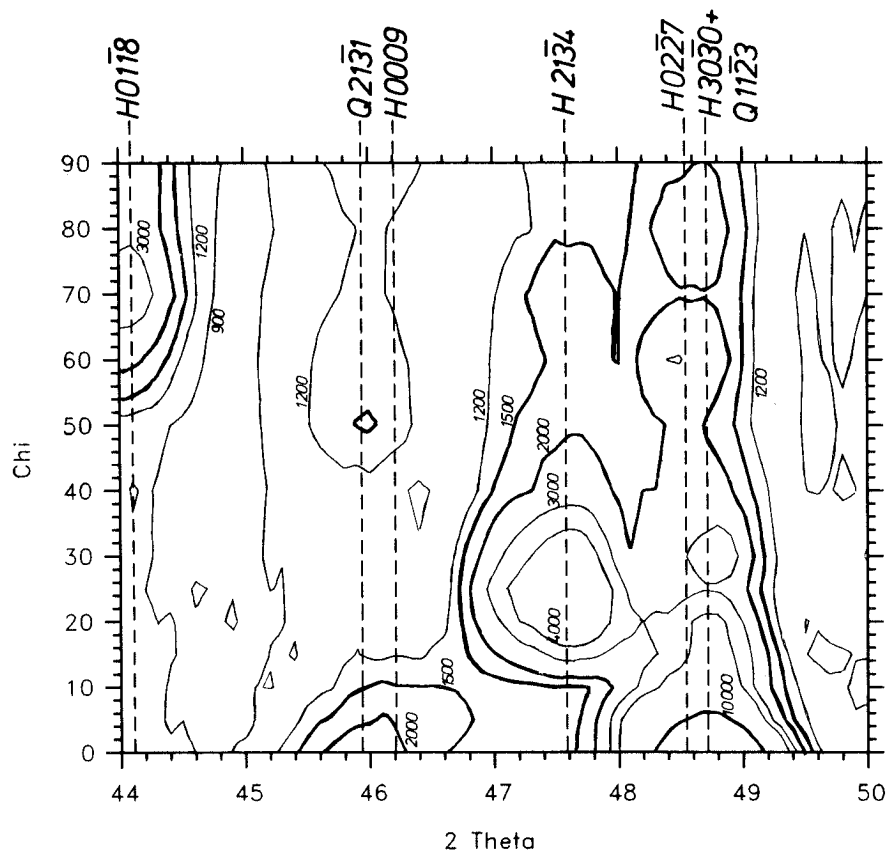


**Abb. 6.6:**  $\Theta$ - $2\Theta$ -Scans des Hämatit-Erzes aufgetragen für verschiedene Kippwinkel  $\chi$ . Die berechneten  $2\Theta$ -Werte für Hämatit- und Quarz-Reflexe sind durch senkrechte Linien angedeutet (H=Hämatit, Q=Quarz).

Niveaulinien bei 900, 1200, 1500, 2000, 3000, 4000 und 10000 counts.

richtung) (Abb. 6.6) gibt Aufschluß über diese Diskrepanz: Der 0009-Reflex wird stark überlagert von den Quarzreflexen  $21\bar{3}1/12\bar{3}1$ , so daß die Polfigur eine Kombination von Quarz- und Hämatit-Polfigur darstellt, in der der Quarz-Anteil dominiert. Bei sehr reinen Hämatit-Reicherzen sind trotz niedriger Intensität auch Messungen der Polfiguren 0006 und 0009 möglich, wie die Aufnahmen an einem etwas feinkörnigeren Reicherz aus Murro Agudo, Minas Gerais<sup>4</sup>, beweisen (Abb. 6.5, untere Reihe). Die Maximalwerte in den Polfiguren erreichen bei den schwachen 0001-Reflexen lediglich niedrigere Höhen aufgrund des schlechteren Peak-Untergrundverhältnisses.

Die Textur der Hämatit-Erze spiegelt sich auch in der Anisotropie der magnetischen Suszeptibilität (AMS) wider (Siemes & Hennig-Michaeli, 1985). Das Minimum der magnetischen Suszeptibilität fällt mit dem c-Achsen-Maximum zusammen, das Maximum liegt in Richtung der Lineation.

<sup>4</sup> Die Probe GU174 - hämatitisches Reicherz - wurde von Frau R. Nyk, Geologisches Institut der Technischen Universität Clausthal, Abteilung Geologie außereuropäischer Länder, zur Verfügung gestellt.

### 6.3 Mehrphasige Proben

| Probe              | Form und Größe           | Korngröße              | Substanz | hkl Polfigur | 2 $\Theta$ | I <sub>max</sub> /I <sub>ugrd.</sub> |
|--------------------|--------------------------|------------------------|----------|--------------|------------|--------------------------------------|
| Quarz-Magnetit-Erz | Würfel, Kantenlänge 20mm | fein                   | Magnetit | 111          | 15.2°      | 4.3                                  |
|                    |                          |                        | Magnetit | 311          | 29.4°      | 5.0                                  |
|                    |                          |                        | Magnetit | 400          | 35.7°      | 5.3                                  |
|                    |                          |                        | Magnetit | 331          | 39.0°      | 1.9                                  |
|                    |                          |                        | Magnetit | 440          | 51.3°      | 6.8                                  |
|                    |                          |                        | Quarz    | 0111         | 22.2°      | 6.0                                  |
|                    |                          |                        | Quarz    | 0112         | 32.8°      | 2.8                                  |
|                    |                          |                        | Quarz    | 1122         | 41.5°      | 2.3                                  |
|                    |                          |                        | Quarz    | 2131         | 49.3°      | 2.5                                  |
| PC82, Mylonit      | Würfel, Kantenlänge 19mm | fein, Quarz bis 4mm    | Biotit   | 001          | 6.80°      | 2.5                                  |
|                    |                          |                        | Quarz    | 1010         | 16.24°     | 2.3                                  |
|                    |                          |                        | "Quarz"  | 1011         | 20.71°     | 6.2                                  |
| PC87, Ultramylonit | Würfel, Kantenlänge 19mm | fein                   | Biotit   | 001          | 6.70°      | 3.8                                  |
|                    |                          |                        | Quarz    | 1010         | 16.24°     | 1.6                                  |
|                    |                          |                        | "Quarz"  | 1011         | 20.70°     | 5.2                                  |
| PC88, Granit       | Würfel, Kantenlänge 19mm | 2mm, Quarz auch größer | Biotit   | 001          | 6.70°      | 1.7                                  |
|                    |                          |                        | Quarz    | 1010         | 16.24°     | 3.8                                  |
|                    |                          |                        | "Quarz"  | 1011         | 20.70°     | 6.2                                  |
| PC89, Granit       | Würfel, Kantenlänge 19mm | 3mm                    | Biotit   | 001          | 6.80°      | 1.6                                  |
|                    |                          |                        | Quarz    | 1010         | 16.24°     | 1.9                                  |
|                    |                          |                        | "Quarz"  | 1011         | 20.71°     | 6.3                                  |
| PC90, Mylonit      | Würfel, Kantenlänge 19mm | fein                   | Biotit   | 001          | 6.70°      | 5.9                                  |
|                    |                          |                        | Quarz    | 1010         | 16.24°     | 1.7                                  |
|                    |                          |                        | "Quarz"  | 1011         | 20.70°     | 5.4                                  |
| PC92, Phyllonit    | Würfel, Kantenlänge 19mm | fein                   | Biotit   | 001          | 6.70°      | 5.9                                  |
|                    |                          |                        | Quarz    | 1010         | 16.24°     | 1.4                                  |
|                    |                          |                        | "Quarz"  | 1011         | 20.70°     | 5.8                                  |
| PC95, Phyllonit    | Würfel, Kantenlänge 19mm | fein                   | Biotit   | 001          | 6.70°      | 3.2                                  |
|                    |                          |                        | Quarz    | 1010         | 16.24°     | 1.6                                  |
|                    |                          |                        | "Quarz"  | 1011         | 20.70°     | 4.4                                  |
| PC96, Mylonit      | Würfel, Kantenlänge 19mm | fein, Quarz größer     | Biotit   | 001          | 6.70°      | 3.3                                  |
|                    |                          |                        | Quarz    | 1010         | 16.24°     | 2.0                                  |
|                    |                          |                        | "Quarz"  | 1011         | 20.70°     | 4.8                                  |

Tab. 6.6: Liste der gemessenen Polfiguren an mehrphasigen Gesteinen.

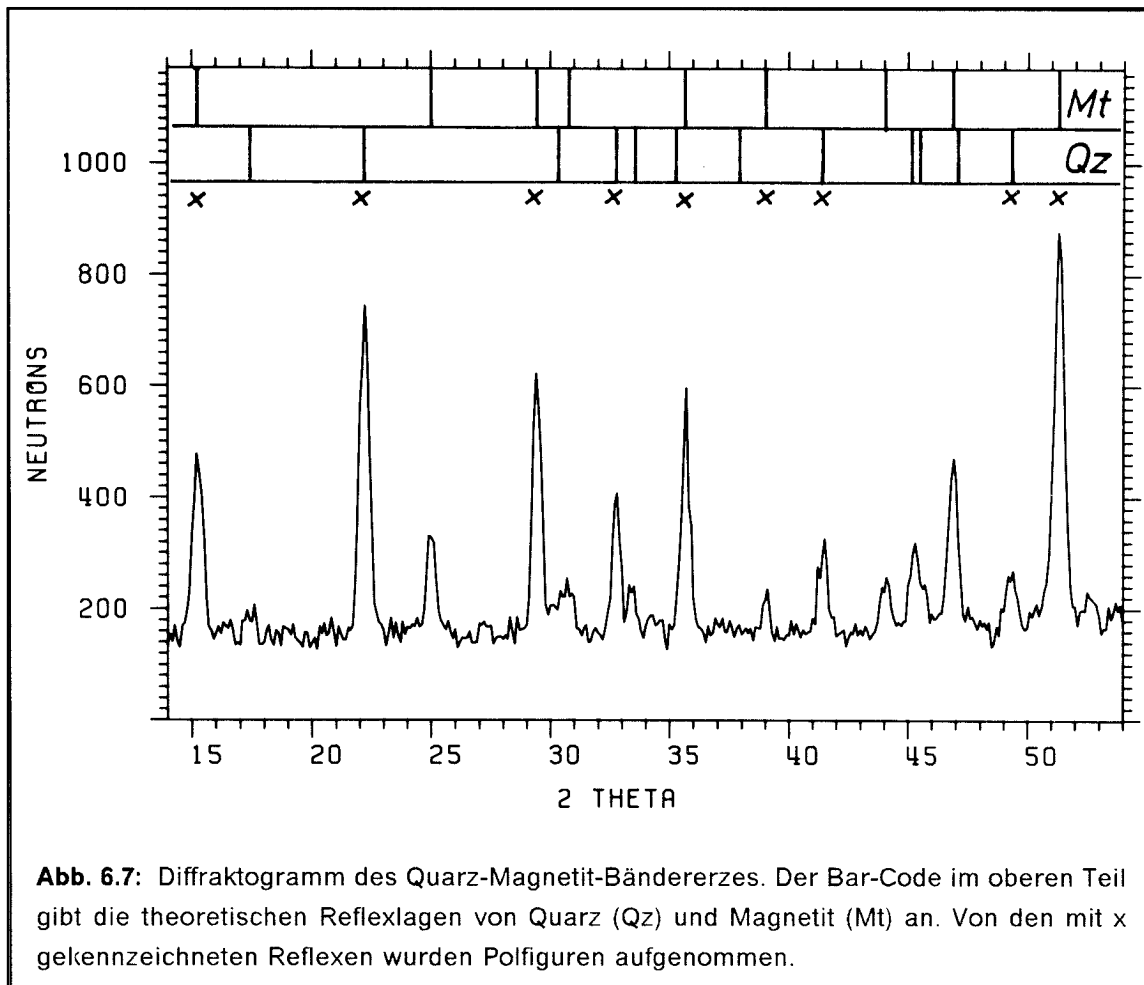


**Abb. 6.7:** Diffraktogramm des Quarz-Magnetit-Bändererzes. Der Bar-Code im oberen Teil gibt die theoretischen Reflexlagen von Quarz (Qz) und Magnetit (Mt) an. Von den mit x gekennzeichneten Reflexen wurden Polfiguren aufgenommen.

### 6.3.1 Quarz-Magnetit-Bändererz

Das Quarz-Magnetit-Bändererz<sup>5</sup> aus Südvaranger/Norwegen ist ein feinkörniges Erz mit deutlicher Quarzbänderung. Das Diffraktogramm der Probe (Abb. 6.7), aufgenommen bei der Orientierung  $\varphi = 0^\circ$ ,  $\chi = 0^\circ$  mit der Schrittweite  $\Delta 2\theta = 0.1^\circ$  ( $\lambda = 1.2866 \text{ \AA}$ ), zeigt neben überlappenden oder dicht beieinanderliegenden Reflexen auch einige gut voneinander getrennte Quarz- und Magnetit-Reflexe (s. Bar-Code in der Abb. 6.7). Polfiguren wurden von den intensitätsstärksten Reflexen des Magnetits ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , Raumgruppe  $\text{Fd}\bar{3}\text{m}$ ) sowie des Quarzes ( $\text{SiO}_2$ , Raumgruppe  $\text{P}3_221$ ) aufgenommen (Tab. 6.6).

In den Polfiguren 111 und 400 des Magnetits (Abb. 6.8 oben) werden gegenüber der Normalverteilung leicht erhöhte Poldichten von 1.3 mrd erreicht. Dabei ist trotz der schwachen Regelung eine deutliche Vorzugsorientierung der (111)-Flächen parallel

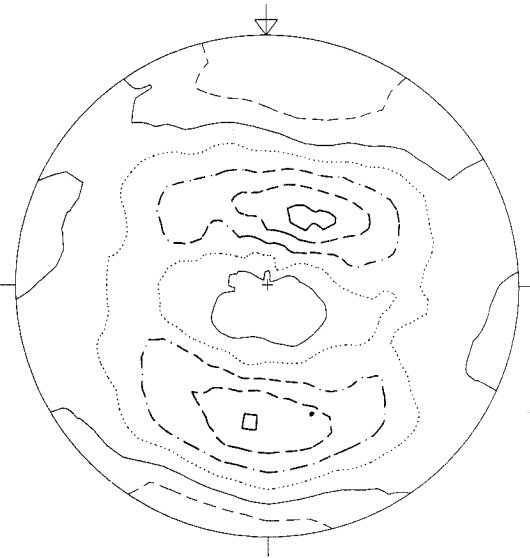
<sup>5</sup> Die Probe wurde von H. Kern, Mineralogisch-Petrographisches Institut der Universität Kiel, zur Verfügung gestellt.

Magnetit 111



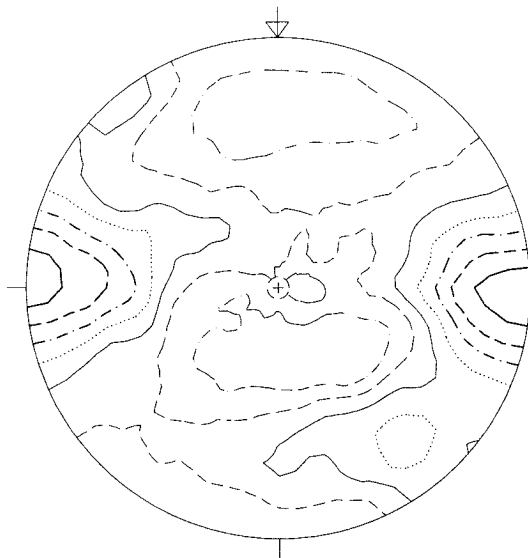
Max = 1.31  
Min = 0.83  
stereogr., oben

Magnetit 400



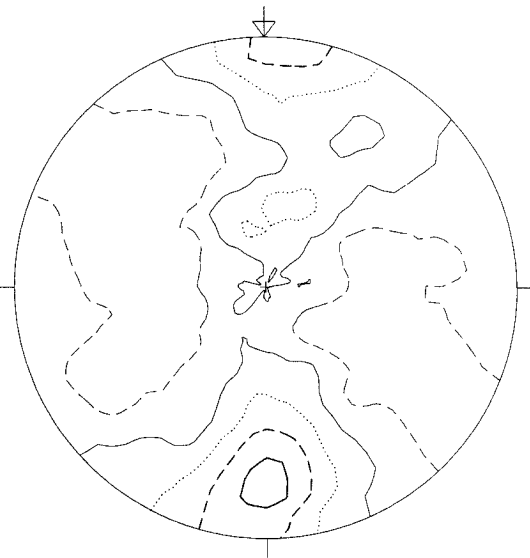
Max = 1.33  
Min = 0.72  
stereogr., oben

Quarz 01 $\bar{1}2$



Max = 1.79  
Min = 0.57  
stereogr., oben

Quarz 21 $\bar{3}1$

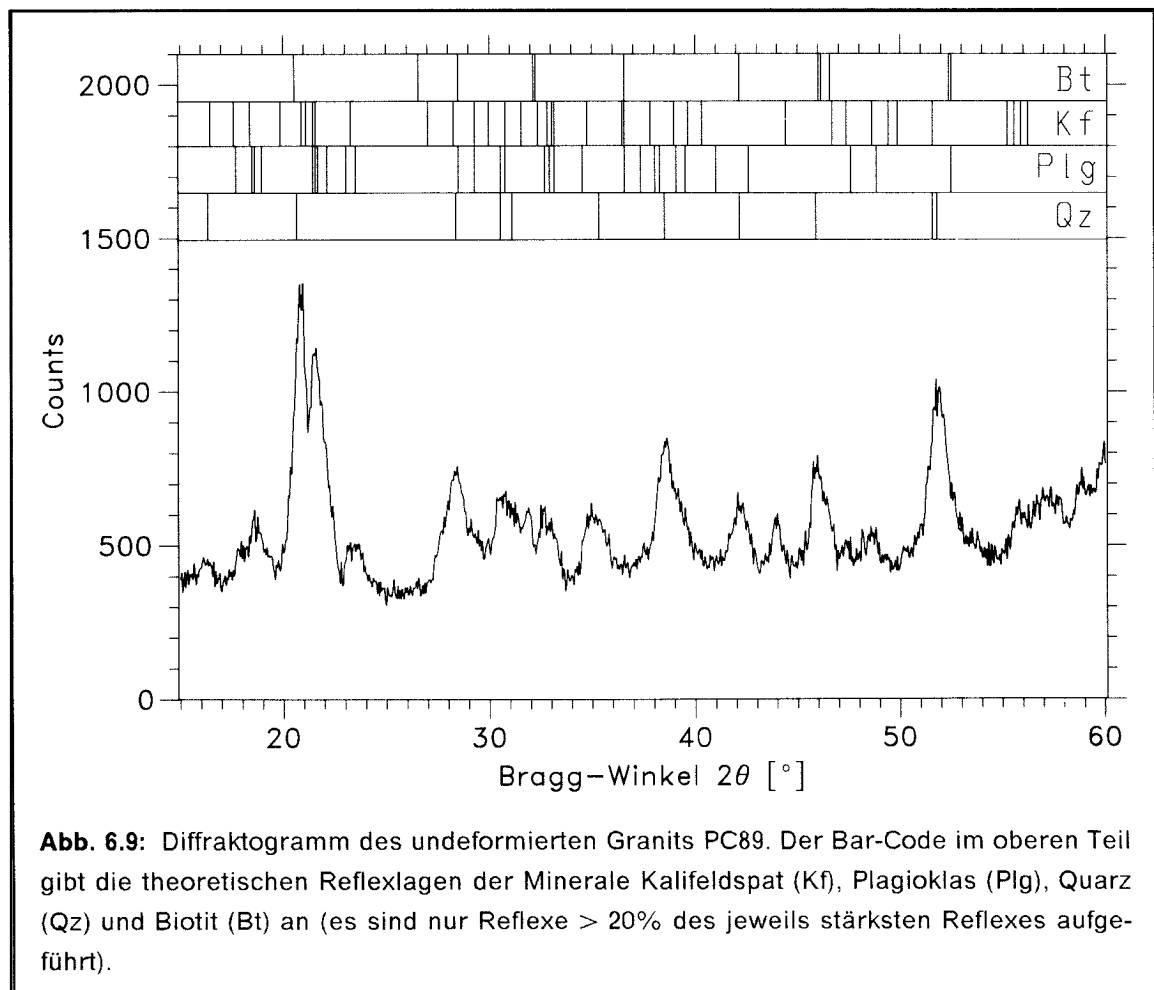


Max = 1.57  
Min = 0.74  
stereogr., oben

**Abb. 6.8:** Polfiguren des Quarz-Magnetit-Bändererzes,  
oben links: Magnetit 111, rechts: Magnetit 400  
unten links: Quarz 01 $\bar{1}2$ , rechts: Quarz 21 $\bar{3}1$

zur Schieferung zu erkennen. Die (100)-Pole liegen bevorzugt gürtelförmig um das 111-Maximum herum mit einer Häufung in Richtung der Lineation. Die Magnetit-Polfiguren 331, 311 und 440 zeigen kaum von 1 mrd verschiedene Poldichten. Der Quarz ist insgesamt stärker geregelt als der Magnetit (Abb. 6.8 unten). In der Polfigur  $21\bar{3}1$  liegt das Poldichtemaximum in Richtung der Lineation, die  $01\bar{1}2$ -Pole sind senkrecht zur Schieferung und senkrecht zur Lineation ausgerichtet.

Die leichte Regelung des Magnetits stellt eine Besonderheit dar. Bislang konnten mit röntgenographischen Texturanalyseverfahren keine Magnetit-Texturen nachgewiesen werden, da metamorphe Magnetit-Erze für gewöhnlich rekristallisiert sind (Siemes & Hennig-Michaeli, 1985). Durch mikroskopische Beobachtungen stellte Ramdohr (1945) allerdings eine Vorzugsorientierung des Magnetits mit  $\{111\}$  entlang einer sichtbaren Scherfläche in einem metamorphen Erz fest. Die hohe Genauigkeit der Neutronen-texturanalyse liefert also die Möglichkeit, schwache Texturen von Magnetit-Erzen sichtbar zu machen (vgl. auch Will, Höfler & Schäfer, 1988; Will, Höfler & Schäfer, 1986; Höfler, Schäfer & Will, 1986).



### 6.3.2 Mylonitserie Palm Canyon

Eine Serie granitischer Gesteine des Peninsular Ranges Batholiths von Südkalifornien wurde während der Kreidezeit unter vorwiegend plastischer Deformation bei amphibolitfaziellen Bedingungen mylonitisiert (Erskine & Wenk, 1985). Die fortschreitende Deformation resultierte in einer Vorzugsorientierung der Biotit- und Quarz-Kristalle, der Feldspat blieb relativ unregelt. Die 8 untersuchten Mylonit-Proben<sup>6</sup> stammen vom Palm Canyon (Nähe Palm Springs, Californien). Da die Deformation weitgehend isochem ablief, haben alle Proben in etwa dieselbe mineralogische Zusammensetzung mit 28% Quarz, 15-25% Mikroklin, 25% Plagioklas, 8-10% Biotit und besitzen alle dieselbe Dichte. Die Proben zeichnen die fortschreitende Mylonitisierung vom Granit (Proben PC89, PC88) über Mylonit (Proben PC82, PC96, PC87) zum Phyllonit (Proben PC95, PC90, PC92) nach, kenntlich an der Abnahme der Korngröße und der Zunahme der Scherspannung.

Wegen der sehr komplexen Diffraktogramme (Beispiel von der Probe PC89, undeformierter Granit, in Abb. 6.9,  $\lambda = 1.202 \text{ \AA}$ ) mit zahlreichen überlappten Peaks aufgrund der niedrigen Symmetrie der einzelnen Phasen wurden lediglich die Polfiguren des Biotit-Basalreflexes 001, und die Quarz-Polfiguren  $10\bar{1}0$  und  $01\bar{1}1$  aufgenommen (s. auch Tab. 6.6; Biotit - Raumgruppe  $C \frac{2}{m}$ ). Der Biotit-Reflex 001 ist nicht von anderen Reflexen überlappt. Die Biotit-Polfiguren (als Beispiele sind in Abb. 6.10 die Polfiguren der Proben PC89, PC82 und PC92 abgebildet) zeigen besonders deutlich die zunehmende Regelung des Biotits mit zunehmender Deformation. In der granitischen Probe ist der Biotit noch relativ diffus und schwach geregelt, zeigt aber im Mylonit und noch stärker im Phyllonit eine starke Einregelung der (001)-Flächen parallel zur Scherebene. In den  $10\bar{1}0$ -Quarz-Polfiguren ist der zunehmende Mylonitierungsgrad nicht so augenfällig abzulesen. Die Polfiguren der Proben PC82 und PC96 (Mylonite) verdeutlichen jedoch die Regelung der  $(10\bar{1}0)$ -Flächen senkrecht zur Lineation (Abb. 6.11).

Der Reflex  $01\bar{1}1$  ist der für Neutronen stärkste Reflex des Quarzes. Er wird allerdings von zahlreichen, ebenfalls starken Kalifeldspat- und Plagioklas-Reflexen überlappt (s. Abb. 6.9 bei  $2\Theta = 20.71^\circ$ ). In der Abb. 6.12 ist ein Ausschnitt des Diffraktogramms der Abb. 6.9 dargestellt. Eine rechnerische Entfaltung des Peakclusters in 12 Einzelreflexe ist wegen der begrenzten Diffraktometerauflösung nicht sinnvoll. So konnten hier nur 3 Peaks in das Cluster angepaßt werden. Die  $01\bar{1}1$ -Polfigur wurde am  $2\Theta$ -Wert der exakten Quarz-Reflexlage, nicht am Peakmaximum, aufgenommen. Sie stellt eine Überlagerung der Polfiguren Quarz  $01\bar{1}1$ , Kalifeldspat 220 und Plagioklas  $\bar{1}12$  dar.

---

<sup>6</sup> Die Mylonit-Proben wurden von H.R. Wenk, Department of Geology and Geophysics, University of California Berkeley, zur Verfügung gestellt.

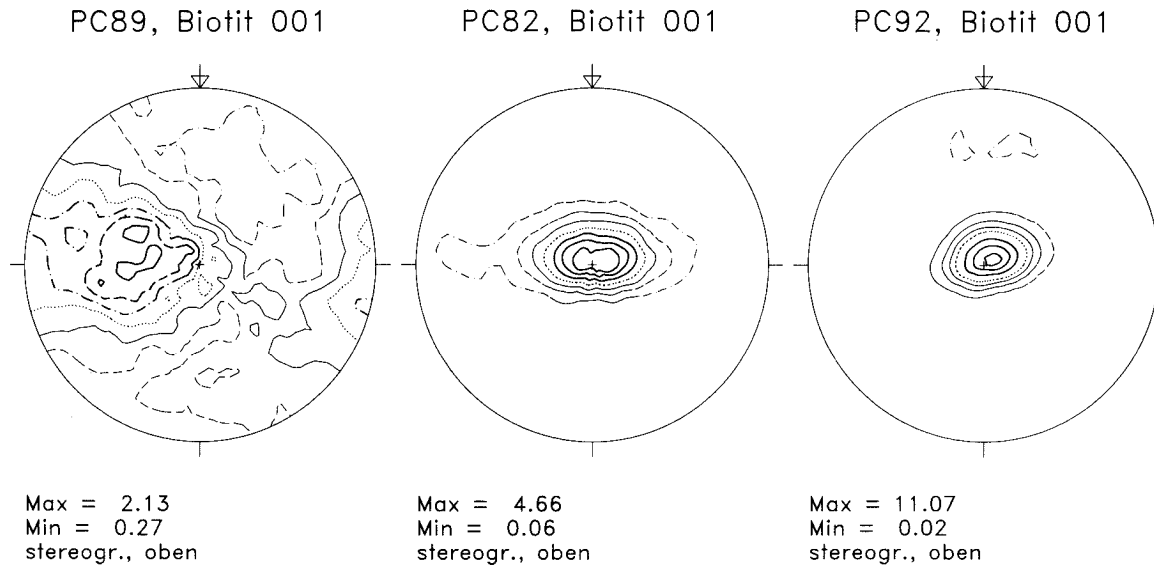


**Abb. 6.10:** Biotit-Polfiguren 001 der Mylonite vom Palm Canyon; *links:* Probe PC89, undeformierter Granit, *Mitte:* Probe PC82, Mylonit, *rechts:* Probe PC92, Phyllonit

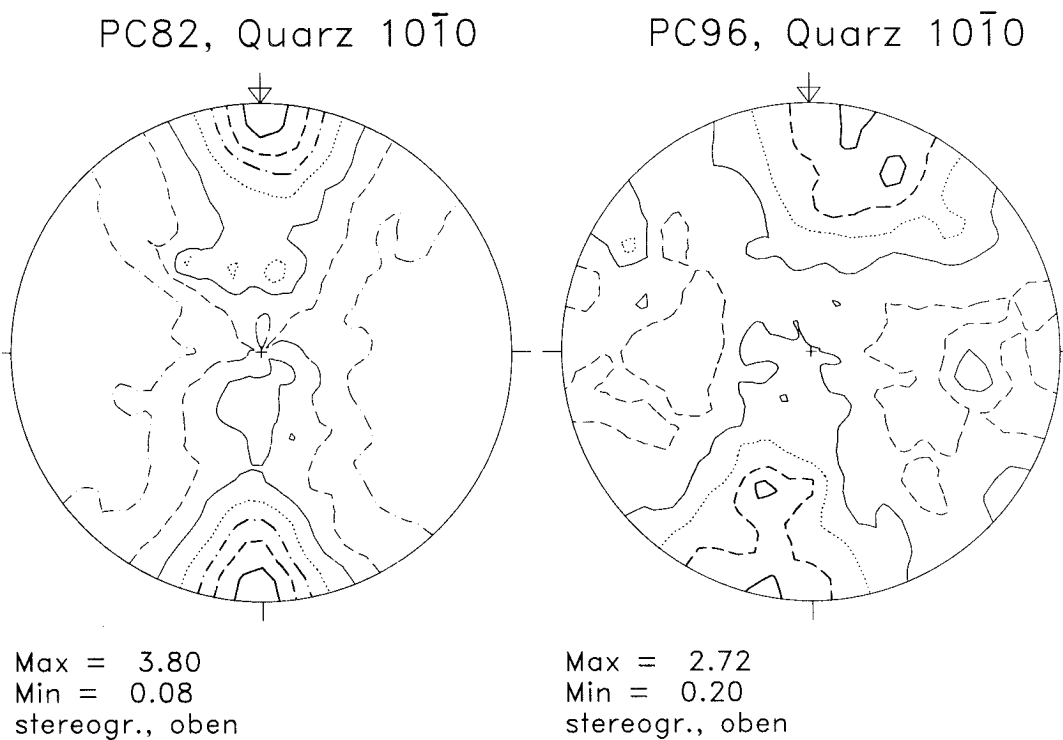


**Abb. 6.11:** Quarz-Polfiguren  $10\bar{1}0$  der Mylonite vom Palm Canyon; *links:* Probe PC82, Mylonit, *rechts:* Probe PC96, Mylonit

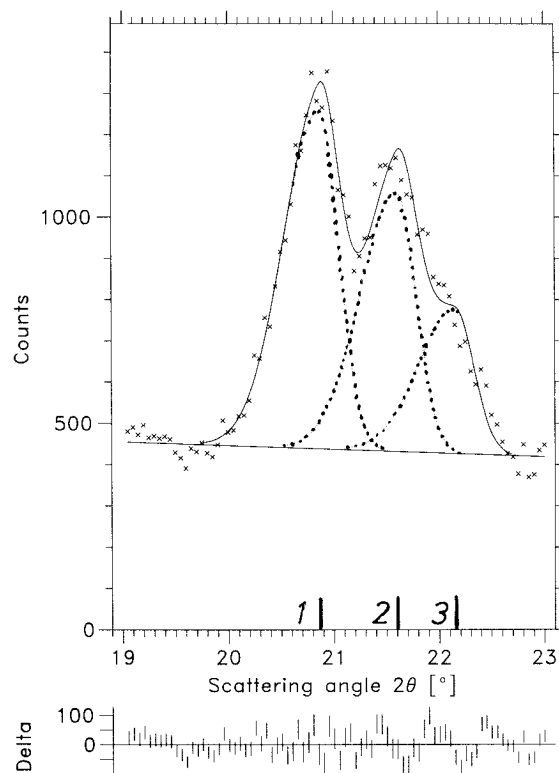


**Abb. 6.12:** Ausschnitt des Diffraktogramms der Probe PC89 mit Profilfit von 3 Peaks in das Cluster; Qz = Quarz, Kf = Kalifeldspat, Plg = Plagioklas, Bt = Biotit;  
 Peak 1: Überlagerung von Qz  $10\bar{1}1/01\bar{1}1$ , Kf 220, Kf  $\bar{2}02$ , Plg  $\bar{1}12$ , Bt 003, Bt 022  
 Peak 2: Überlagerung von Kf 040, Kf 002, Plg  $\bar{2}20$ , Plg 040, Plg  $\bar{2}02$   
 Peak 3: Überlagerung von Plg 002, Bt 112

Zusätzlich wird die Polfigur von dem schwachen Biotit-Basalreflex 003 überprägt, was besonders bei den Polfiguren der Proben mit starker Biotit-Textur gut zum Ausdruck kommt (s. Abb. 6.13). Die „ $01\bar{1}1$ -Quarz“-Polfigur macht deutlich, welche Schwierigkeiten die geowissenschaftliche Texturanalyse zu überwinden hat. Viele der wichtigen gesteinsbildenden Minerale - wie hier die Feldspäte - haben eine niedrige Kristallsymmetrie und liefern daher ein reflexreiches Spektrum. Ein einzelnes Zählrohr als Detektor ist für Polfiguraufnahmen solcher Proben ungeeignet. Sinnvoll ist hier der Einsatz eines ortsauflösenden Detektors mit anschließender Profilanalyse der einzelnen Diffraktogramme.

An denselben Proben haben Kern, Takeshita, Wenk, Pannetier, Höfler & Will (1988) in Abhängigkeit von Druck und Temperatur Kompressions- (P-) und Scherwellengeschwindigkeiten (S-Wellen) gemessen. Sie beobachten dabei eine Zunahme der Geschwindigkeitsanisotropie der P- und S-Wellen vom Granit zum Phyllonit. Aus einer quantitativen Analyse auf der Basis der gemessenen Texturen und der elastischen Eigenschaften der vorherrschenden Minerale wird geschlossen, daß die

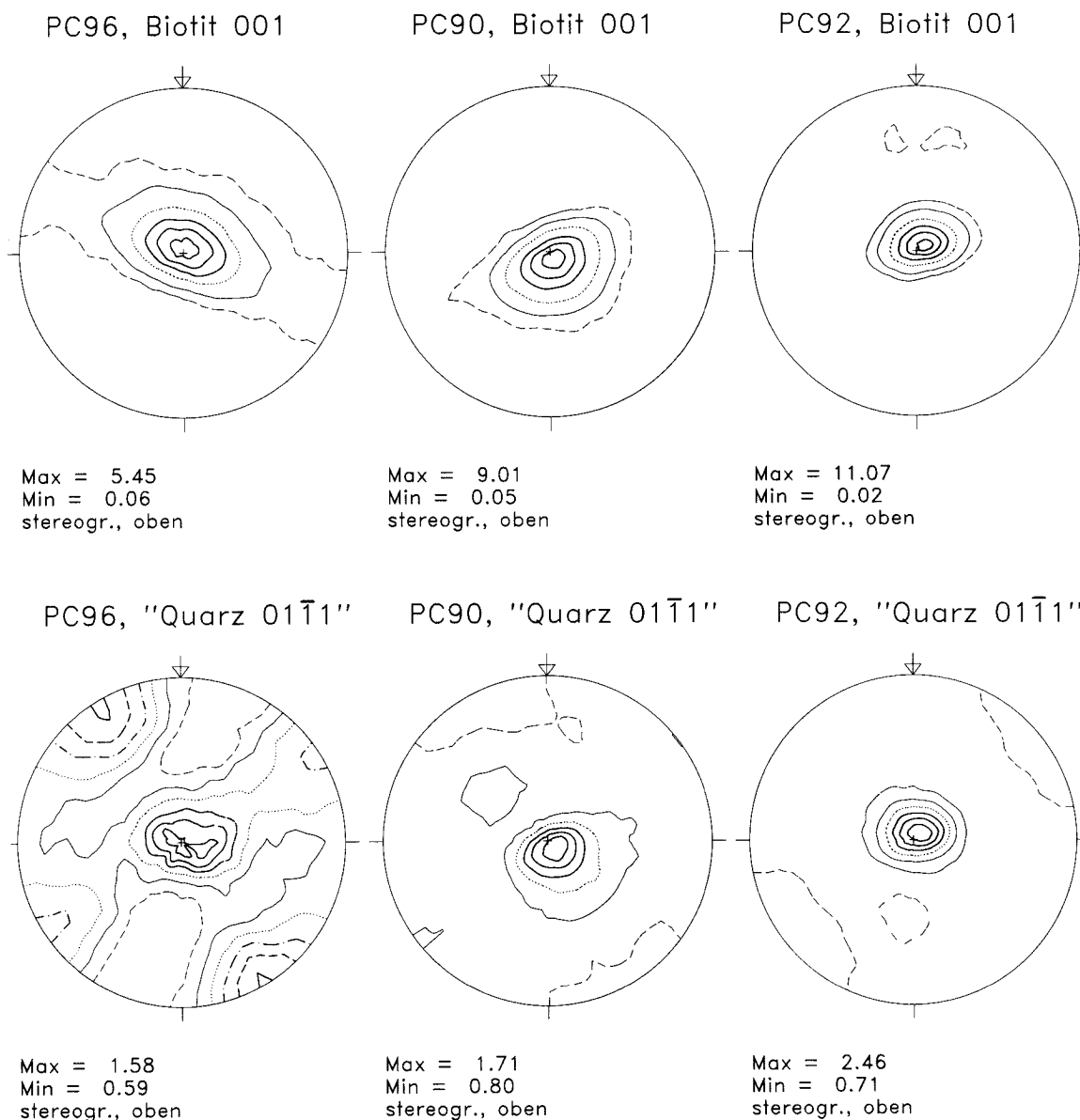


**Abb. 6.13:** Vergleich von Biotit-Polfiguren 001 mit "Quarz-Polfiguren 01 $\bar{1}1$ "

*obere Reihe:* Biotit-Polfiguren 001; *untere Reihe:* "Quarz-Polfiguren 01 $\bar{1}1$ "; die „Quarz-Polfiguren 01 $\bar{1}1$ “ sind stark vom Biotit-Reflex 003 beeinflusst.

*jeweils links:* Probe PC96, Mylonit, *Mitte:* Probe PC90, Phyllonit, *rechts:* Probe PC92, Phyllonit

Geschwindigkeitsanisotropie sowie die akustische Doppelbrechung im wesentlichen auf die Biotit- und Quarz-Textur zurückzuführen sind. Diese Erkenntnis kann einen wichtigen Beitrag zur Interpretation seismischer Tiefenprofile liefern, da hiermit experimentell nachgewiesen werden konnte, daß tektonisierte Horizonte - wie z. B. Mylonitzonen - als seismische Reflektoren in Frage kommen (Kern, 1988).

## 6.4 Metalle

| Probe                     | Form und Größe                            | Korngröße | Substanz     | hkl Polfigur | 2 $\Theta$ | $I_{\max}/I_{\text{ugrd.}}$ |
|---------------------------|-------------------------------------------|-----------|--------------|--------------|------------|-----------------------------|
| Stahl A                   | Quader,<br>16 × 16 ×<br>8 mm <sup>3</sup> | 0.01mm    | $\alpha$ -Fe | 110          | 34.55°     | 37                          |
|                           |                                           |           |              | 200          | 49.60°     | 12                          |
|                           |                                           |           |              | 211          | 61.80°     | 20                          |
|                           |                                           |           |              | 310          | 82.90°     | 9                           |
| Stahl ST                  | Quader,<br>17 × 16 ×<br>8 mm <sup>3</sup> | 0.01mm    | $\alpha$ -Fe | 110          | 34.55°     | 30                          |
|                           |                                           |           |              | 200          | 49.60°     | 11                          |
|                           |                                           |           |              | 211          | 61.70°     | 18                          |
|                           |                                           |           |              | 310          | 82.90°     | 8                           |
| Stahl SCH                 | Quader,<br>20 × 16 ×<br>8 mm <sup>3</sup> | 0.01mm    | $\alpha$ -Fe | 110          | 34.6°      | 55                          |
|                           |                                           |           |              | 200          | 49.6°      | 16                          |
|                           |                                           |           |              | 211          | 61.7°      | 23                          |
|                           |                                           |           |              | 310          | 82.9°      | 10                          |
| Titan, 40%<br>kaltgewalzt | Würfel,<br>Kanten-<br>länge<br>10mm       | fein      | Ti           | $10\bar{1}0$ | 29.15°     | 2.3                         |
|                           |                                           |           |              | 0002         | 31.90°     | 2.4                         |
|                           |                                           |           |              | $10\bar{1}1$ | 33.30°     | 2.5                         |
|                           |                                           |           |              | $11\bar{2}0$ | 51.70°     | 1.7                         |
| Titan, 50%<br>kaltgewalzt | Würfel,<br>Kanten-<br>länge<br>10mm       | fein      | Ti           | $10\bar{1}0$ | 29.2°      | 2.6                         |
|                           |                                           |           |              | 0002         | 31.9°      | 2.4                         |
|                           |                                           |           |              | $10\bar{1}1$ | 33.3°      | 2.9                         |
|                           |                                           |           |              | $11\bar{2}0$ | 51.7°      | 1.7                         |
| Titan, 80%<br>kaltgewalzt | Würfel,<br>Kanten-<br>länge<br>10mm       | fein      | Ti           | $10\bar{1}0$ | 29.2°      | 2.3                         |
|                           |                                           |           |              | 0002         | 31.9°      | 2.3                         |
|                           |                                           |           |              | $10\bar{1}1$ | 33.3°      | 2.3                         |
|                           |                                           |           |              | $11\bar{2}0$ | 51.7°      | 1.6                         |

**Tab. 6.7:** Liste der gemessenen Polfiguren an Metallen

### 6.4.1 Walzprofilierter Stahlbleche

Aus einem walzprofilierten Stahlband wurden drei Proben<sup>7</sup> aus unterschiedlichen Bearbeitungsbereichen entnommen (Abb. 6.14). Die Probe A stammt aus der Streifenmitte eines Warmbands, das in gebeiztem Zustand mit ca. 2% kalter Nachwalzung mit einer Korngröße von 0.01 mm vorlag. Nach der Umformung der Randbereiche wurde aus dem Steg des Stahlbandes die Probe ST genommen. Die Probe SCH schließlich kommt aus dem Bereich des freien Schenkels des U-Profils. Da das

<sup>7</sup> Die Stahlproben wurden von W. Reimers, Fachgebiet Qualitätskontrolle, Abteilung Maschinenbau der Universität Dortmund, zur Verfügung gestellt.

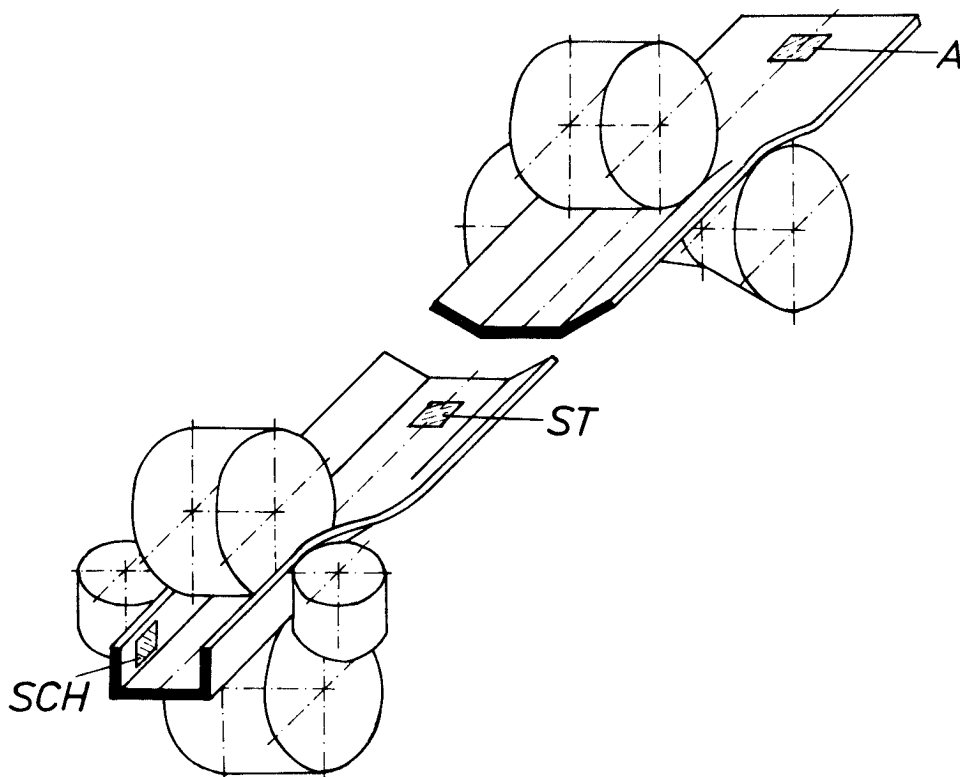


**Abb. 6.14:** Probenentnahmestellen A, ST und SCH aus einem walzprofilierten Stahlband

Stahlband nicht stark deformiert wurde, wurde vermutet, daß die Probenbleche keine Textur aufweisen.

Alle drei Proben bestehen aus zwei übereinandergeliebten Blechen jeweils mit einer Fläche von  $15 \times 15 \text{ mm}^2$  und einer Dicke von je 4 mm. Von jeder Probe wurden die in der Tab. 6.7 aufgeführten Polfiguren des  $\alpha$ -Eisens (kubisch-innenzentriert, Raumgruppe  $\text{Im}\bar{3}\text{m}$ ) aufgenommen. Die Polfiguren der Proben A und ST sind nahezu identisch und haben nur leicht erhöhte Poldichten gegenüber der Normalverteilung bis zu 1.3 mrd. Eine schwache Vorzugsorientierung ist insbesondere in den Polfiguren 110 zu erkennen (Abb. 6.15 links und Mitte). Dagegen zeigen die Polfiguren der Probe SCH eine ausgeprägte Textur (Abb. 6.15 rechts), die einer schwachen Walztextur des Eisens entspricht (Wassermann & Grewen, 1962, S. 204). Die angedeutete Vorzugsorientierung in den Proben A und ST sind möglicherweise auf die nicht-sphärische Probenform zurückzuführen. Aufgrund der unterschiedlichen Weglängen des Strahls innerhalb der Probe können Absorptions- und Extinktionseffekte auftreten, die die Form des Diffraktionspeaks verändern (Elf, 1989). Die Formveränderung äußert sich in Verschiebung der Peakmaxima zu asymmetrischen Peaks bis hin zu Peakaufspaltungen, so daß Intensitätsmessungen für Polfiguren bei festem  $2\Theta$  mit einem

Einzelzählrohr mit Fehlern behaftet sein können, die sich in erster Linie auf schwache Vorzugsorientierungen auswirken könnten (vgl. auch Will, Höfler & Schäfer, 1988; Schäfer, Höfler & Will, 1988).

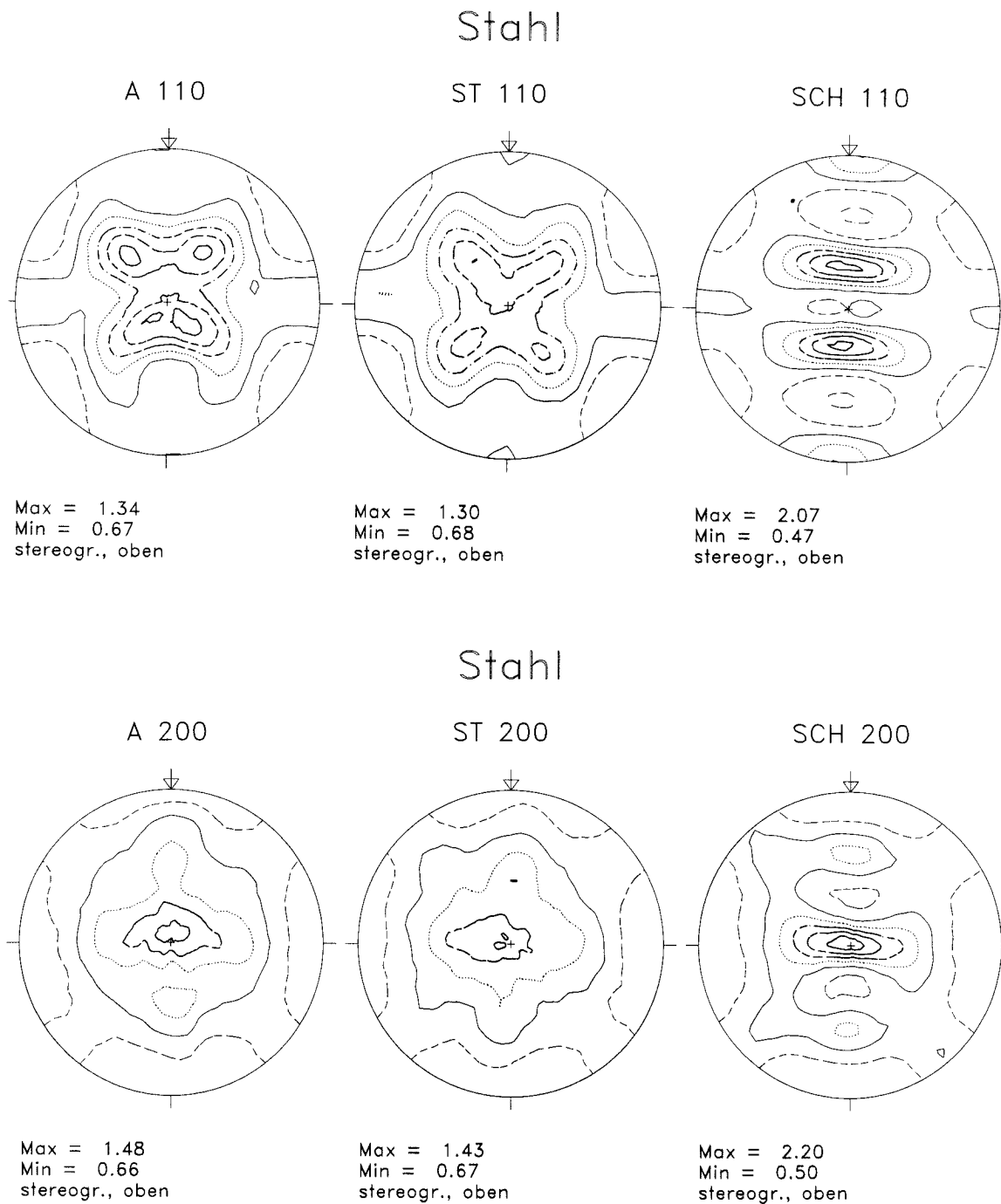


**Abb. 6.15:** Polfiguren 110 und 200 der walzprofilierten Stahlbleche;  
links: Probe A, Mitte: Probe ST, rechts: Probe SCH

### 6.4.2 Kaltgewalzte Titanbleche

Die Proben gehören zu einer Untersuchungsreihe unterschiedlich stark gewalzter Titanbleche (0% - 80% kaltgewalzt), die röntgenographisch von Lee & Bunge (1984) auf ihre Textur hin untersucht wurden. Da in der Röntgenbeugung durch die Defokussierung bei hohen Kippwinkeln  $\alpha$  Überlappungen der Reflexe 0002 und  $10\bar{1}1$  auftreten, sollte mit Hilfe der Neutronenbeugung an drei ausgewählten Proben<sup>8</sup> (40%- , 50%- und 80%-kaltgewalzt) überprüft werden, ob eine Korrektur für die beiden Röntgenpolfiguren eingeführt werden muß. Um eine annähernd sphärische Probenform zu erhalten, wurden jeweils zehn 1 mm dicke Blechstücke von  $10 \times 10 \text{ mm}^2$  Fläche mit Araldit zu einem Probenwürfel unter Beachtung der Parallelität der Walzrichtung zusammengeklebt. Gemessen wurden an allen Proben die bei hexagonalen Metallen (Titan, Raumgruppe  $P \frac{6_3}{m}$  mc) in den meisten Fällen betrachteten Polfiguren  $10\bar{1}0$ , 0002,  $10\bar{1}1$  und  $11\bar{2}0$  (Tab. 6.7). Alle Proben haben eine starke Regelung der  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ -Richtungen parallel zur Walzrichtung (Abb. 6.16). Die  $\{0002\}$ -Basisflächenpole (Abb. 6.17) bilden drei Poldichtemaxima. Die Basisflächen liegen einerseits bevorzugt in der Blechebene, andere aus der Blechebene verkippt in Richtung auf die Querrichtung. Der unterschiedliche Walzgrad macht sich besonders in den 0002-Polfiguren bemerkbar. Durch stärkere Deformation wird das mittlere Poldichtemaximum erniedrigt (vgl. auch Will, Höfler & Schäfer, 1986; Will, Höfler & Schäfer, 1988; Schäfer, Höfler & Will, 1988).

Mit der Reihenentwicklungsmethode unter Berücksichtigung von Nullbereichen wurden aus diesen Polfiguren die Orientierungsverteilungsfunktionen der Proben (Abb. 6.18, Abb. 6.19) berechnet<sup>9</sup>. Wassermann und Grewen (1962, S. 212ff.) beschreiben die Titanwalztextur durch die Ideallage  $(0001) \pm x^\circ \text{ BN-QR } [10\bar{1}0]$ , wobei mit  $x^\circ$  die Verkipfung der Basisflächenpole aus der Blechnormalen BN in die Querrichtung QR angegeben wird. Diese Ideallage mit  $x=40^\circ$  bildet als starke Texturkomponente in den ODFs ein Maximum an der Stelle  $\varphi_1 = 0^\circ$ ,  $\Phi = 40^\circ$ ,  $\varphi_2 = 0^\circ$ . Die Ideallage  $\{0001\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$  ohne Verkipfung aus der Blechnormalen liegt bei  $\varphi_1 = 0^\circ$ ,  $\Phi = 0^\circ$ ,  $\varphi_2 = 0^\circ$ .

Lee & Bunge (1984) haben an der Serie unterschiedlich stark gewalzter Titanbleche noch weitere Texturkomponenten in aus Röntgenpolfiguren berechneten ODFs entdeckt. Für niedrige Walzgrade bis 40% tritt auch eine  $\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ -Komponente

---

<sup>8</sup> Die Proben wurden von H.J. Bunge, Institut für Metallkunde und Metallphysik, Technische Universität Clausthal, zur Verfügung gestellt.

<sup>9</sup> Die ODF-Berechnungen wurden von M. Dahms, Institut für Metallkunde und Metallphysik der Technischen Universität Clausthal, Außenstelle im GKSS-Forschungszentrum Geesthacht, durchgeführt.

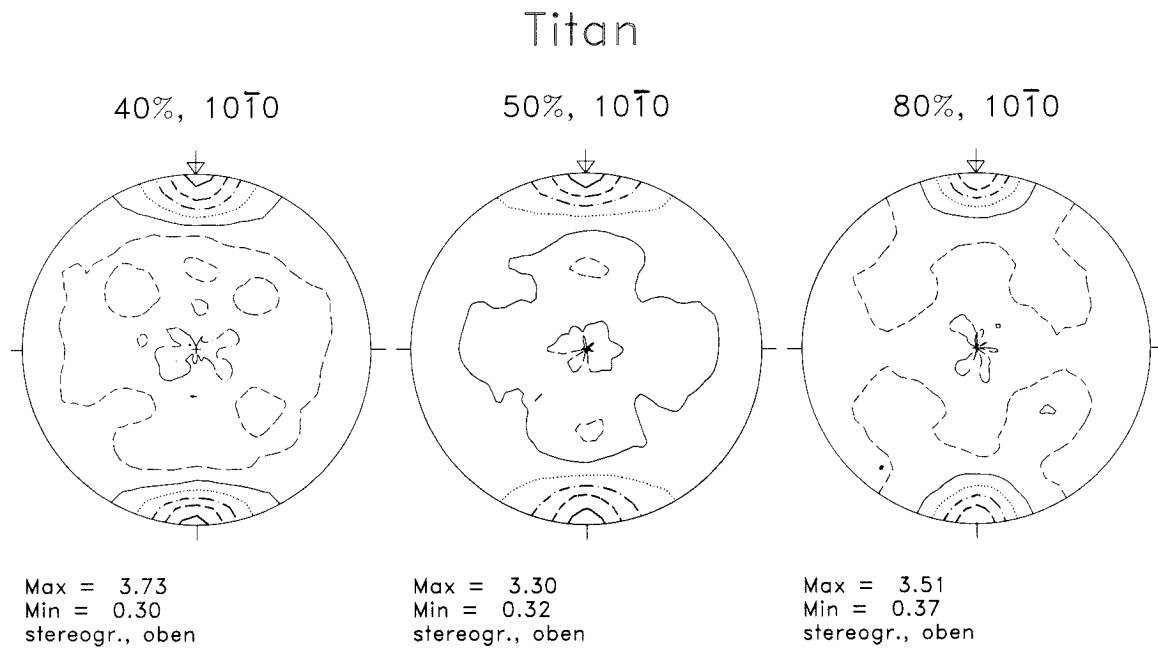


**Abb. 6.16:** Polfiguren  $10\bar{1}0$  der kaltgewalzten Titanbleche; *links:* 40%-, *Mitte:* 50%-, *rechts:* 80%-kaltgewalzt

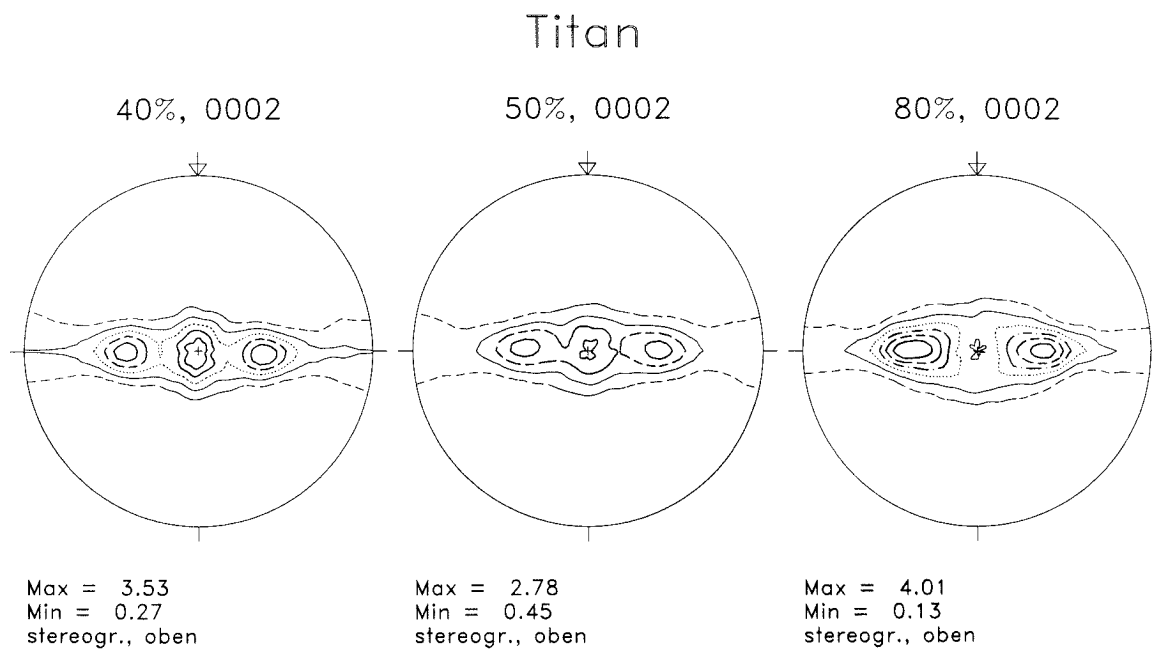


**Abb. 6.17:** Polfiguren 0002 der kaltgewalzten Titanbleche; *links:* 40%-, *Mitte:* 50%-, *rechts:* 80%-kaltgewalzt

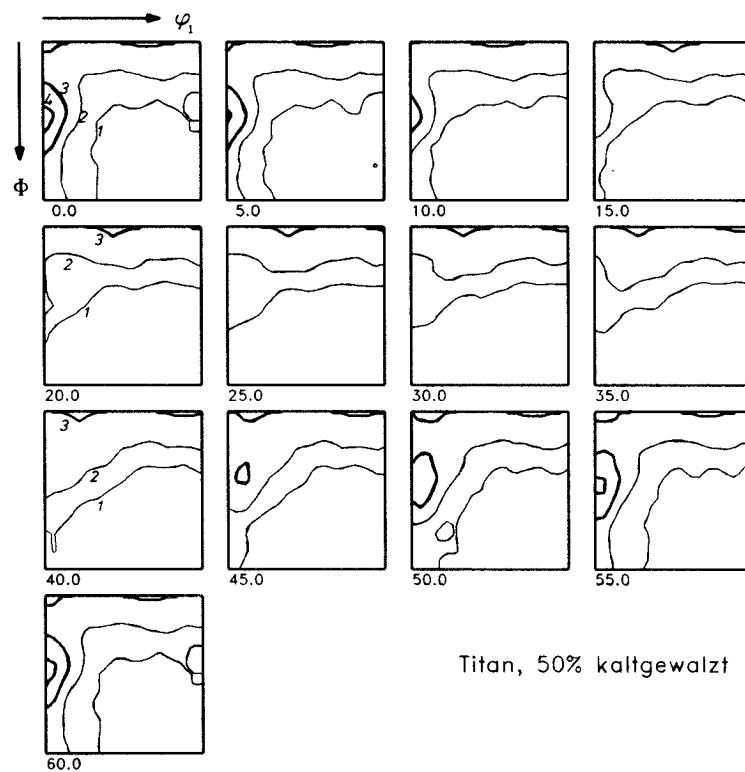
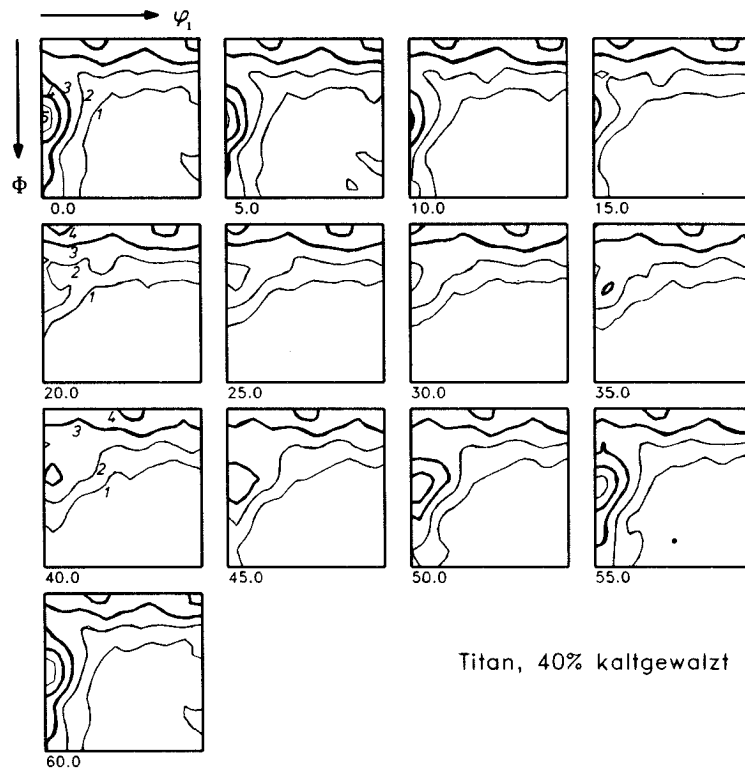


**Abb. 6.18:** Orientierungsverteilungsfunktionen der Titanbleche;  
oben: 40%-, unten: 50%-kaltgewalzt, Niveaulinien 1, 2, 3, 4 und 5 mrd.

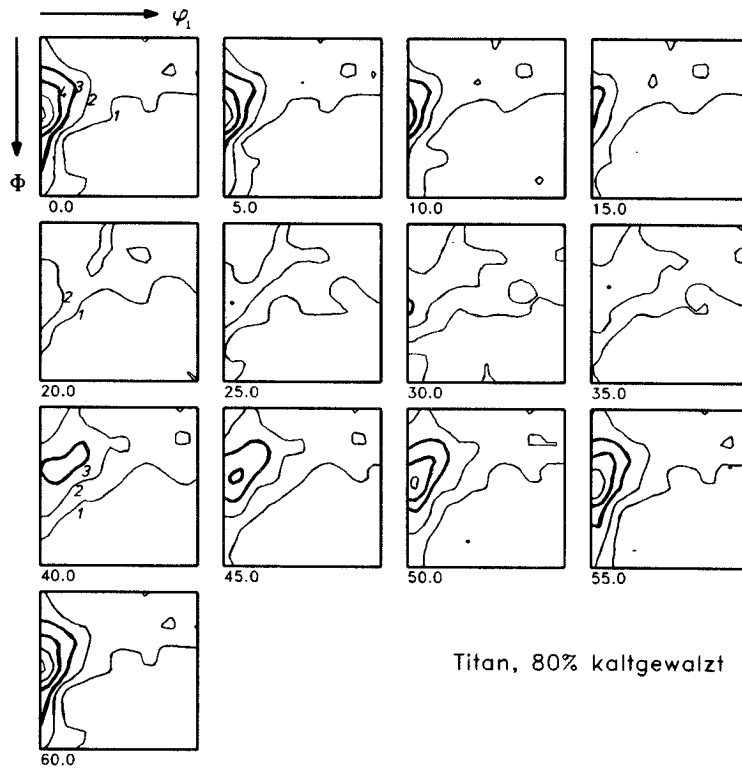


**Abb. 6.19:** Orientierungsverteilungsfunktion des 80%-kaltgewalzten Titanblechs; Niveaulinien 1, 2, 3, 4, 5 und 6 mrd.

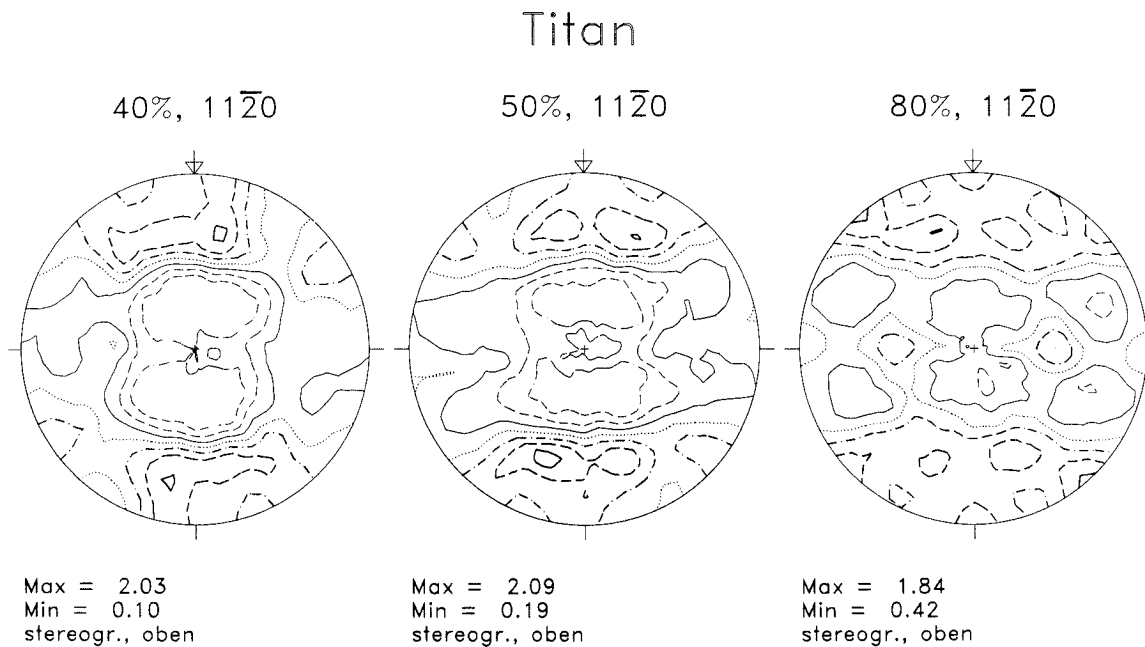


**Abb. 6.20:** Polfiguren  $11\bar{2}0$  der kaltgewalzten Titanbleche; *links:* 40%-, *Mitte:* 50%-, *rechts:* 80%-kaltgewalzt

auf, die sie auf spezielle Verzwillingungen zurückführen (Abb. 6.18 oben, Maximum bei  $\varphi_1 = 0^\circ$ ,  $\Phi = 0^\circ$ ,  $\varphi_2 = 30^\circ$ ). In den  $11\bar{2}0$ -Polfiguren kommt diese Komponente nur andeutungsweise Ausdruck (Abb. 6.20). Bei stärkerer Verformung wird durch Gleitdeformation die  $\{0001\} \langle 10\bar{1}0 \rangle \pm 40^\circ$  TD-Lage wieder stärker betont (transversal direction TD = Querrichtung).

Im Vergleich zu den ODFs von Lee & Bunge (1984) täuschen die auf den neutronographischen Polfiguren basierenden ODFs eine schwächere Walztextur vor. Dies wird auf den hohen Untergrund, vermutlich aufgrund der Aralditklebung (inkohärente Streuung von Wasserstoff-Atomen), zurückgeführt, der die Polfigurmessungen beeinträchtigte.

## 6.5 Magnetisches TbAg bei tiefen Temperaturen

Spezielle Fragestellungen in der Texturanalyse erfordern oftmals den Einsatz zusätzlicher Geräte zur Veränderung der physikalischen Bedingungen wie Temperatur, Druck und Magnetfeld während der Polfigurmessungen. Wegen des hohen Durchdringungsvermögens der Neutronen durch Materie bereiten Polfigurmessungen mit Neutronendiffraktion unter Verwendung von Öfen, Kryostaten etc. weniger Schwierigkeiten als mit Röntgenbeugung. Im folgenden werden Polfiguraufnahmen an TbAg vorgestellt, die bei tiefen Temperaturen durchgeführt wurden. Die Polfigurmessungen erfolgten mit einer speziell für den Diffraktometerbetrieb bei tiefen Temperaturen konstruierten Eulerwiege. Eine detaillierte Beschreibung des Geräts geben Elf, Will, Chatzipetros & Dujka (1984), Chatzipetros, Dujka, Elf & Will (1987) und Elf (1989).

TbAg<sup>10</sup> ist eine bei Raumtemperatur kubische Phase vom CsCl-Typ (Raumgruppe  $Pm\bar{3}m$ ). Das Tb-Untergitter ordnet unterhalb  $T_N = 100$  K antiferromagnetisch (Cable, Koehler & Wollan, 1964). In magnetisch verdünnten Proben  $Tb_xY_{1-x}Ag$  tritt eine inkommensurable Magnetstrukturkomponente auf, die auch bei manchen TbAg-Proben vorkommt, sichtbar z. B. am Auftreten von Satellitreflexen zum  $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 1$ -Reflex (Abb. 6.21) (MIN-Report XVI/1, 1986; Maletta & Schäfer, 1986). Die Auswertung der Neutronenbeugungsmessungen zur Strukturuntersuchung von Proben des Systems  $Tb_xY_{1-x}Ag$  wurden durch Textureffekte erschwert, da nur kompakte Bulkproben vorlagen, die nicht zerkleinert werden durften. Es erschien daher sinnvoll, eine solche Probe auf ihre Texturierung hin zu untersuchen.

Polfiguren wurden von den in Tab. 6.8 aufgeführten TbAg-Reflexen bei 77 K und bei Raumtemperatur aufgenommen. Die Polfiguren 110 bei Raum- und Tieftemperatur

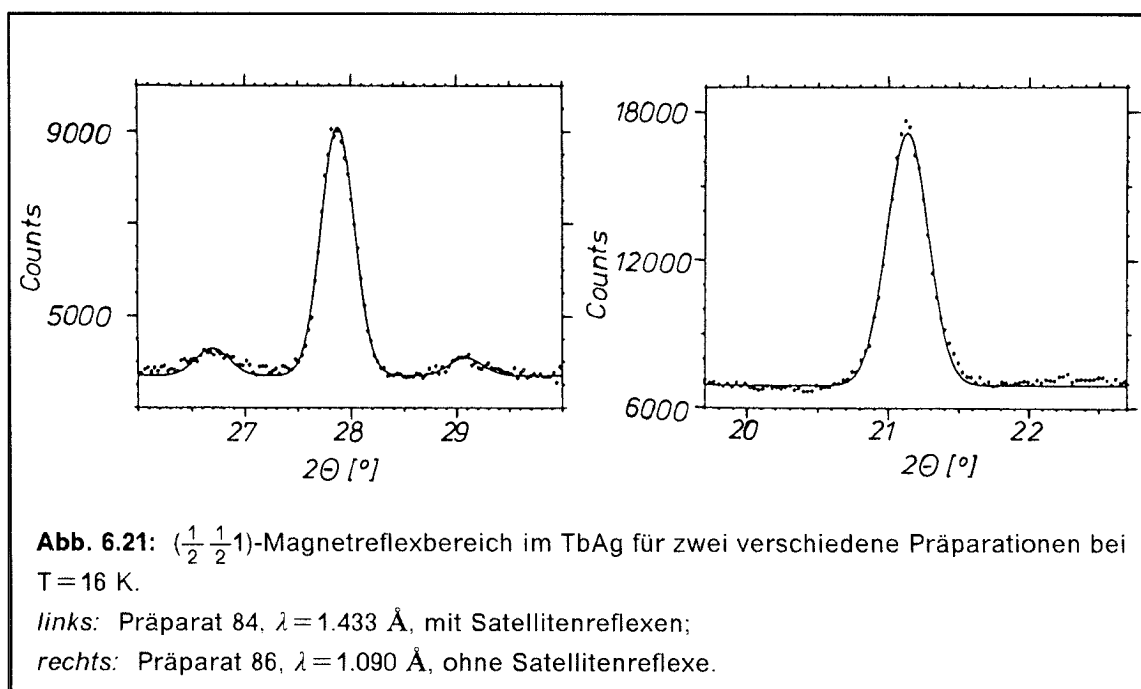
---

<sup>10</sup> Die Probe wurde von H. Maletta, Institut für Festkörperforschung in der KFA Jülich, zur Verfügung gestellt.

| Probe | Form und Größe                       | Korngröße | Temperatur | hkl Polfigur                  | 2 $\Theta$ | I <sub>max</sub> /I <sub>ugrd.</sub> |
|-------|--------------------------------------|-----------|------------|-------------------------------|------------|--------------------------------------|
| TbAg  | Zylinder,<br>30mm<br>hoch,<br>Ø 10mm | mittel    | 77 K       | $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 0$   | 13.60°     | 37.5                                 |
|       |                                      |           | 77 K       | $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 1 -$ | 22.57°     | 1.6                                  |
|       |                                      |           | 77 K       | $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 1$   | 23.55°     | 7.0                                  |
|       |                                      |           | 77 K       | $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 1 +$ | 24.57°     | 1.5                                  |
|       |                                      |           | 77 K       | 110                           | 27.31°     | 19.5                                 |
|       |                                      |           | 300 K      | 110                           | 27.25°     | 18.0                                 |

**Tab. 6.8:** Liste der gemessenen Polfiguren am TbAg

sind identisch (Abb. 6.22). Die Polfigur  $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 0$  (Abb. 6.22 rechts) zeigt wie die 110-Polfigur eine leichte Vorzugsorientierung der (110)-Flächen parallel zur Längsachse der Probe. Die  $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 1$ -Polfigur sowie die Polfiguren der möglichen Satelliten gleichen sich ebenfalls (Abb. 6.23). Die (111)-Flächen liegen bevorzugt parallel zur Probenachse, wenn auch weniger ausgeprägt als die (110)-Flächen. Die Polfiguren  $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 1 -$  und  $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 1 +$  differieren nur geringfügig von der Polfigur  $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 1$ . Etwaige Unterschiede sind auf ein ungünstigeres Peak-Untergrundverhältnis zurückzuführen. Sie sind als Polfiguren der Flanken des  $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 1$ -Reflexes zu interpretieren. Aus ihnen läßt sich nicht das Auftreten von  $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 1$ -Satelliten für bestimmte Probenorientierungen entnehmen. Das Diffraktogramm für die Strukturanalyse wurde an einer festen Orientierung der Probe aufgenommen, die einem Punkt auf dem Rand der Polfigur ent-



## TbAg

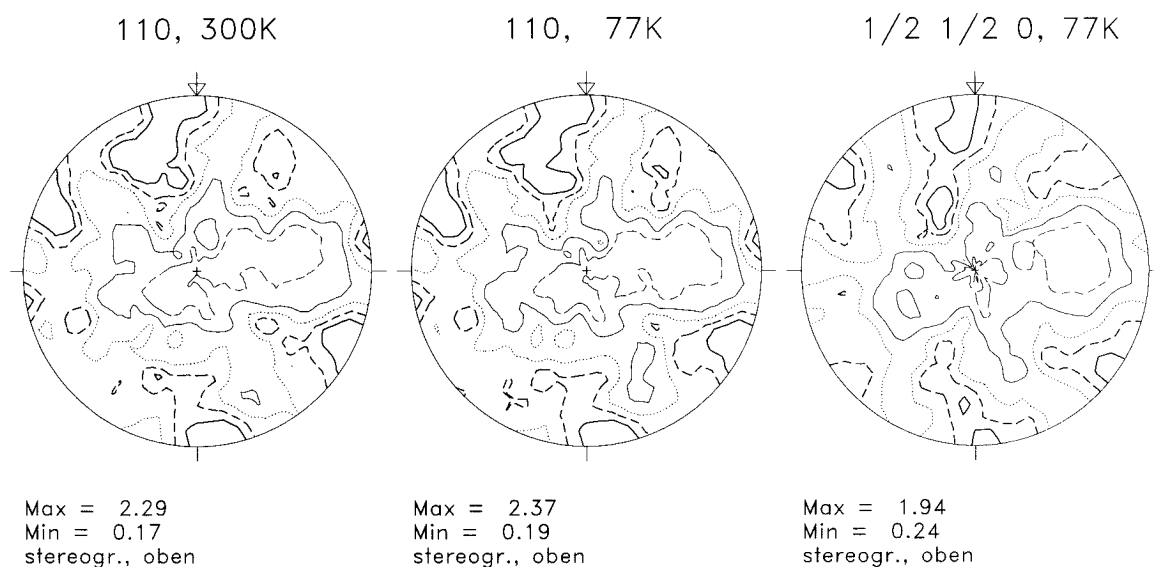


**Abb. 6.22:** Polfiguren des TbAg

*links:* 110 bei Raumtemperatur, *Mitte:* 110 bei 77 K, *rechts:*  $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 0$  bei 77 K

## TbAg

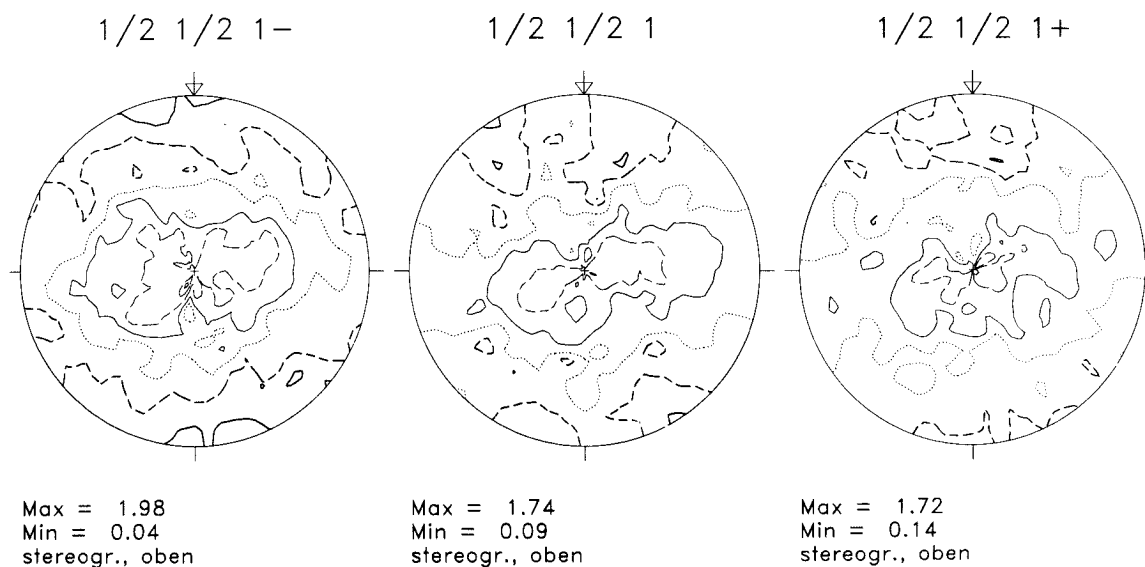


**Abb. 6.23:** Polfiguren des TbAg

*links:*  $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 1-$  (linker möglicher  $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 1$ -Satellit), *Mitte:*  $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 1$ , *rechts:*  $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 1+$  (rechter möglicher  $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 1$ -Satellit), alle bei 77 K

spricht. Da der Rand der Polfiguren  $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 1 + / \frac{1}{2} \frac{1}{2} 1 -$  überall mit Poldichten  $\geq 1$  mrd (also Normalverteilung oder sogar höhere Poldichte) belegt ist, hätten bei Vorhandensein einer inkommensurablen Magnetstrukturkomponente Satelliten im Diffraktogramm auftreten müssen. Vermutlich spielen Präparationsbedingungen, Vorschichte und möglicherweise sogar Zeitabhängigkeiten eine Rolle für die magnetische Ordnung in diesem System. Bei dieser speziellen TbAg-Probe tritt nur der erwartete Phasenübergang zur antiferromagnetischen Fernordnung auf.



## 7.0 Mikrostrukturen von Eisennickelmeteoriten

Mit Mikrostrukturen umschreibt man klein- und kleinsträumige Strukturen wie Verzwillingungen, Versetzungen und Fehlstellen innerhalb eines Kristalls (s. Kapitel 3.1) sowie auch Verwachsungsbeziehungen zwischen Körnern mehrphasiger Substanzen (Bever, 1973). Polfigurmessungen sind ein geeignetes Mittel zur Untersuchung von Mikrostrukturen, insbesondere zur Bestimmung von Verzwillingung und Verwachsungsbeziehungen. Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Polfigurmeßtechnik mit Neutronen zur Mikrostrukturanalyse von Eisennickelmeteoriten angewendet (vgl. auch Höfler, Will & Hamm, 1988; Höfler, Schäfer & Will, 1989).

Als Meteorite bezeichnet man kosmische Materiebruchstücke, die aus dem Weltraum zur Erde gelangten (Murawski, 1977, S. 144). Sie sind die einzigen, unmittelbar zugänglichen extraterrestischen Körper. Ihr Ursprung wird im Asteroidengürtel zwischen Mars und Jupiter vermutet; einige stammen wahrscheinlich vom Mars selbst (Schultz, 1988), wenige kommen vom Mond (Koeberl, 1988). Die Meteoritenkunde liefert Erkenntnisse über die Entwicklung des Sonnensystems. Man unterscheidet Stein- und Eisennickelmeteorite. Steinmeteorite haben hinsichtlich Chemismus, mineralogischer Zusammensetzung und magmatischer Differentiation eine große Ähnlichkeit mit irdischen Gesteinen (Diabase, Dunite, Pyroxenite, Material des oberen Erdmantels). Für den Erdkern wird ein Chemismus vermutet, wie er bei Eisenmeteoriten typisch ist. Daher ist die Erforschung der Meteorite auch von geowissenschaftlichem Interesse (Brinkmann, 1967).

Eisennickelmeteorite bestehen überwiegend aus gediegenem Eisennickel mit geringen Anteilen an Fe,Ni-Phosphiden, -Carbiden, -Sulfiden und -Silikaten. In der Tab. 7.1 sind die vier wichtigsten Minerale (Taenit, Kamacit, Plessit und Rhabdit) und die im folgenden ständig verwendeten makrostrukturellen Bezeichnungen (Hexaedrit, Oktaedrit, Widmanstättensche Figuren) definiert. Eisennickelmeteorite werden nach dem Chemismus (Ni-, Ga-, Ge-, Ir-Gehalt) oder nach der Makrostruktur der Fe,Ni-Phasen klassifiziert. Unter Makrostruktur wird in der Metallkunde die mit bloßem Auge oder mit geringer Vergrößerung sichtbare Form und Anordnung von Körnern und Rissen (hier Verwachsung von Taenit und Kamacit) und ihre Größenverhältnisse zueinander verstanden (Bever, 1973).

Von drei verschiedenen Eisennickelmeteoriten wurden Polfiguren zur Mikrostrukturbestimmung aufgenommen. Zwei der Meteorite sind aufgrund ihrer Makrostruktur den Hexaedriten, eine den Oktaedriten zuzuordnen.

| Begriff                    | Definition                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             |
|----------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Taenit                     | Mineralname des kubisch-flächenzentrierten $\gamma$ -Fe,Ni mit 20 - 37 Gew.-% Ni (Raumgruppe $Fm\bar{3}m$ )                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            |
| Kamacit                    | Mineralname des kubisch-innenzentrierten $\alpha$ -Fe,Ni mit 5 - 7 Gew.-% Ni (Raumgruppe $Im\bar{3}m$ )                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                |
| Plessit                    | feinkörniges Gemisch aus Kamacit und Taenit                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            |
| Rhabdit                    | idiomorphe Kristalle des tetragonalen Minerals Schreibersit $(Fe,Ni)_3P$ (Raumgruppe $I\bar{4}$ ) mit prismatischem Habitus.                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           |
| Hexaedrit                  | Eisennickelmeteorite, die aus bis zu dm-großen Kamacit-Einkristallen (5.35 - 5.75 Gew.-% Ni) bestehen. Die Kristalle sind häufig durchsetzt mit Zwillingslamellen nach $\{211\}$ , den sog. Neumannschen Linien, die präatmosphärisch bei kosmischen Kollisionen entstanden sind. Der Name „Hexaedrit“ leitet sich aus der Spaltbarkeit nach dem Würfel (Hexaeder) her. Nach der chemischen Klassifikation gehören alle Hexaedrite in die Gruppe IIA. (Buchwald, 1975, Bd. I, S. 68ff., S. 87, S. 90). |
| Oktaedrit                  | Eisennickelmeteorite, in denen Kamacit-Lamellen (5.5 - 7.5 Gew.-% Ni) oktaedrisch in einem ursprünglich homogenen $\gamma$ -Fe,Ni-Einkristall angeordnet sind. Die Lamellen sind eingefasst von Taenit-Tapeten. Die Zwickel zwischen den Lamellen werden mit Plessit ausgefüllt. Die Einteilung der Oktaedrite kann nach der Kamacit-Lamellenbreite erfolgen in feinste bis gröbste Oktaedrite (Buchwald, 1975, Bd. I, S. 68f.).                                                                       |
| Widmanstättenische Figuren | Lamellare Strukturen aus Kamacit und Taenit, wie sie bei Oktaedriten auftreten. Sie entstehen durch diffusionskontrollierte Keimbildungs- und Wachstumsprozesse bei extrem langsamer Abkühlung (Buchwald, 1975, Bd. I, S. 115ff.). Narayan & Goldstein (1985) geben für die Gruppe IVA Abkühlungsgeschwindigkeiten von $1100 - 50000^\circ C/10^6$ Jahre bzw. $750 - 6000^\circ C/10^6$ Jahre (unter Berücksichtigung von unterkühlten Phasen) an.                                                     |

**Tab. 7.1:** Definitionen der vier wichtigsten Minerale und einiger makrostruktureller Bezeichnungen

## 7.1 Polfiguraufnahmen an Hexaedriten

### 7.1.1 Probenbeschreibung

Beide hexaedritischen Proben wurden aus dem Museum des Mineralogischen Instituts der Universität Bonn entliehen.

**a)** Die erste Probe stammt von dem Meteoritenschauer Coahuila/Mexiko (erstmal 1855 erwähnt), von dem mehr als 2000 kg Material gefunden wurden. Der Coahuila-

| Probe                  | Form und Größe                      | Korngröße   | Substanz | hkl Polfigur | 2 $\Theta$ | I <sub>max</sub> /I <sub>ugrd.</sub> |
|------------------------|-------------------------------------|-------------|----------|--------------|------------|--------------------------------------|
| Meteorit Coahuila      | Quader, 20 × 14 × 8 mm <sup>3</sup> | Einkristall | Kamacit  | 110          | 37.2°      | 11595                                |
|                        |                                     |             | Kamacit  | 200          | 53.6°      | 3353                                 |
|                        |                                     |             | Kamacit  | 211          | 67.2°      | 4301                                 |
|                        |                                     |             | Rhabdit  | 301          | 30.0°      | 8.5                                  |
|                        |                                     |             | Rhabdit  | 141          | 38.3°      | 24.0                                 |
|                        |                                     |             | Rhabdit  | 222          | 41.6°      | 6.8                                  |
|                        |                                     |             | Rhabdit  | 004          | 70.3°      | 9.3                                  |
| Meteorit Walker County | Bruchstück, Ø 15mm                  | Einkristall | Kamacit  | 110          | 37.2°      | 4007                                 |
|                        |                                     |             |          | 200          | 53.6°      | 2973                                 |
|                        |                                     |             |          | 211          | 67.1°      | 2393                                 |
| Meteorit Gibeon        | Würfel, Kantenlänge 10mm            | Einkristall | Kamacit  | 110          | 37.2°      | 1126                                 |
|                        |                                     |             | Kamacit  | 200          | 53.4°      | 478                                  |
|                        |                                     |             | Kamacit  | 211          | 67.0°      | 407                                  |
|                        |                                     |             | Kamacit  | 220          | 78.9°      | 344                                  |
|                        |                                     |             | Taenit   | 200          | 42.4°      | 87                                   |
|                        |                                     |             | Taenit   | 220          | 61.2°      | 55                                   |
|                        |                                     |             | Taenit   | 222          | 77.2°      | 44                                   |

**Tab. 7.2:** Liste der gemessenen Polfiguren an Meteoriten

Meteorit hat ein Durchschnittsgehalt von 5.59 Gew.-% Ni und 0.28 Gew.-% P. Die Kamacit-Einkristalle erreichen eine Größe bis zu 50 cm. (Buchwald, 1975, Bd. II, S. 480ff.). Die vorliegende Probe (Museumsinventar-Nr. 29-2) hat die Form eines Quaders mit Kantenlängen von 20 mm × 14 mm × 8 mm und wiegt 18 g. Unter dem Mikroskop sind deutlich Neumannsche Linien zu erkennen. Auffällig sind außerdem die zahlreichen prismatischen Rhabdite.

**b)** Die zweite Hexaedrit-Probe stammt aus dem Fund Walker County/Alabama (USA) einer 1832 entdeckten, 75 kg schweren Masse. Sie enthält durchschnittlich 5.46 Gew.-% Ni und 0.28 Gew.-% P. Die Kamacit-Kristalle werden größer als 250 mm. (Buchwald, 1975, Bd. III, S. 1277ff.). Bei der hier untersuchten Probe (Nr. 59-1) handelt es sich um ein unregelmäßig geformtes, gezacktes Bruchstück von 6.3 g. Eine Seite ist poliert, andere Oberflächen sind stark oxidiert. Der größte Durchmesser der Probe beträgt 15 mm.

### 7.1.2 Interpretation der Kamacit-Polfiguren

Polfiguren wurden von den in der Tab. 7.2 aufgelisteten Kamacit-Reflexen aufgenommen. Alle Polfiguren sind gekennzeichnet durch scharfe, engbegrenzte Poldichtemaxima mit niedrigem Untergrund, wie man es für Einkristalle erwartet (Abb. 7.1

## Coahuila

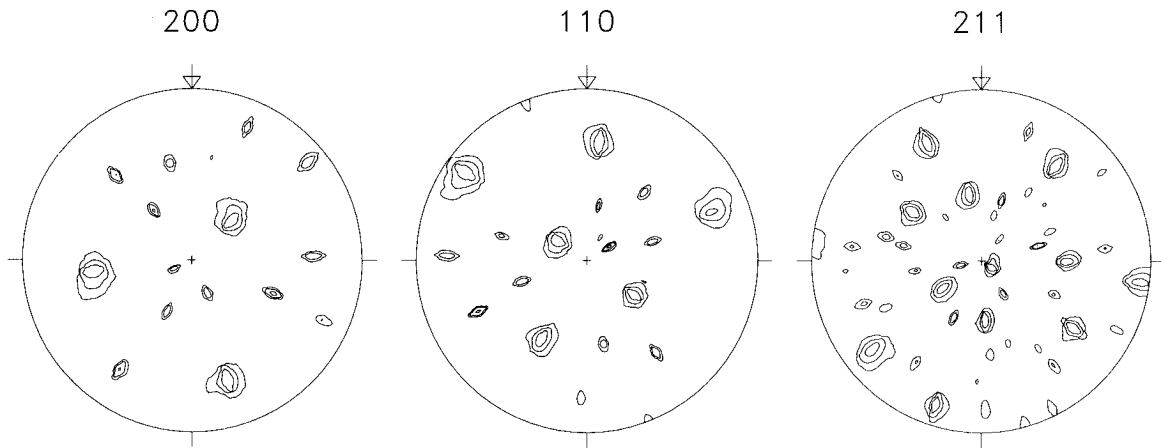


**Abb. 7.1:** Polfiguren des Hexaedriten Coahuila

*links: 200, Mitte: 110, rechts: 211. Niveaulinien bei 0.5, 2 und 15 mrd.*

## Walker County

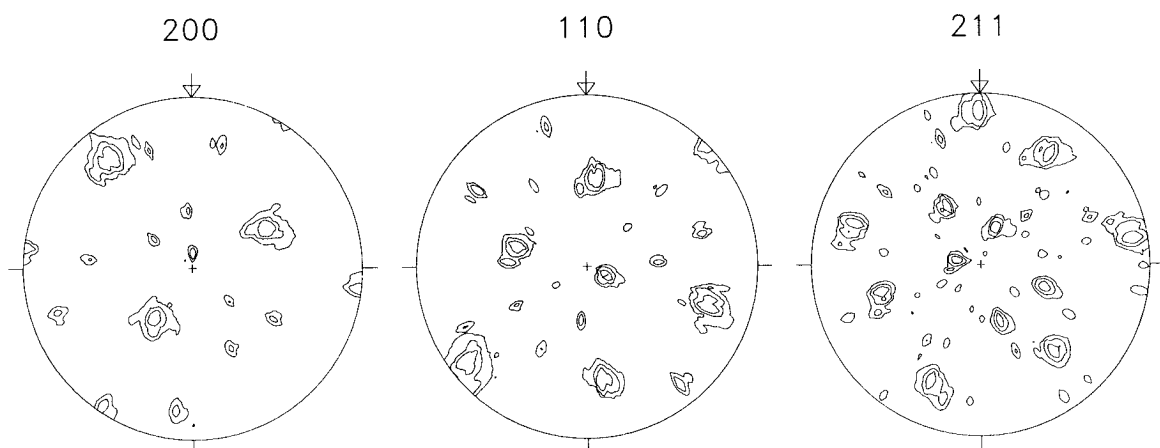
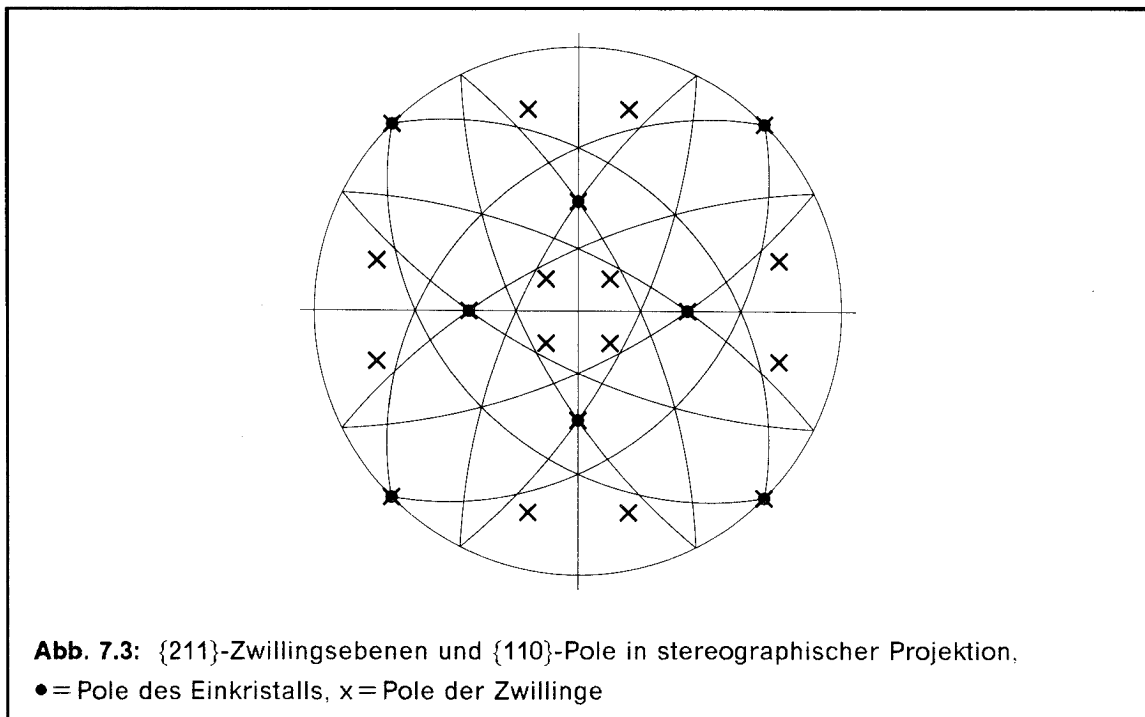


**Abb. 7.2:** Polfiguren des Hexaedriten Walker County

*links: 200, Mitte: 110, rechts: 211. Niveaulinien bei 0.5, 2 und 15 mrd.*



und 7.2). Die Maxima können nach ihrer Intensität in starke und schwache eingeteilt werden. Maxima mit hoher Intensität - und dadurch größerer Ausdehnung in der Polfigur - lassen sich den Polen des Kamacit-Einkristalls zuordnen. Da die Polfigur nur die Projektion der oberen Hälfte der Probe ist, treten in der 200-Polfigur drei starke Maxima (Würfel), in der 110-Polfigur sechs (Rhombendodekaeder) und in der 211-Polfigur zwölf Maxima (Ikositetraeder) auf. Maxima mit geringer Intensität werden durch die {211}-Zwillinge hervorgerufen. Jede Fläche der Form {211} wirkt als Zwillingsspiegelebene für den Einkristall. In der Abb. 7.3 sind alle auftretenden Zwillings Ebenen in stereographischer Projektion dargestellt und als Beispiel die {110}-Pole des Einkristalls sowie der resultierenden Zwillinge eingetragen. Durch Rotation in die Orientierung der Kamacit-Einkristalle lassen sich die berechneten Zwillingspollagen mit den schwachen Maxima gut zur Übereinstimmung bringen (s. Abb. 7.4 und 7.5).

Innerhalb der Polfiguren wurden die integrierten Intensitäten aller Einkristallpoldichtemaxima und aller Zwillingsmaxima bestimmt und miteinander verglichen. Daraus konnte für die Zwillinge ein Volumenanteil von 8% in der Coahuila-Probe und 6% in der Walker County-Probe errechnet werden. Alle 24 möglichen Zwillingsspiegelebenen tragen gleichhäufig zu der Verzwillingung bei, d.h. es liegt keine Variatenselektion vor. In der Literatur sind bisher keine Vergleichswerte für den Volumenanteil der Neumannschen Linien zu finden. Eine grobe Abschätzung des Zwillingsvolumens anhand einer Mikrophotographie des Hexaedriten Scottsville ergab einen Anteil von 10% (Hamm, 1988).

## Coahuila

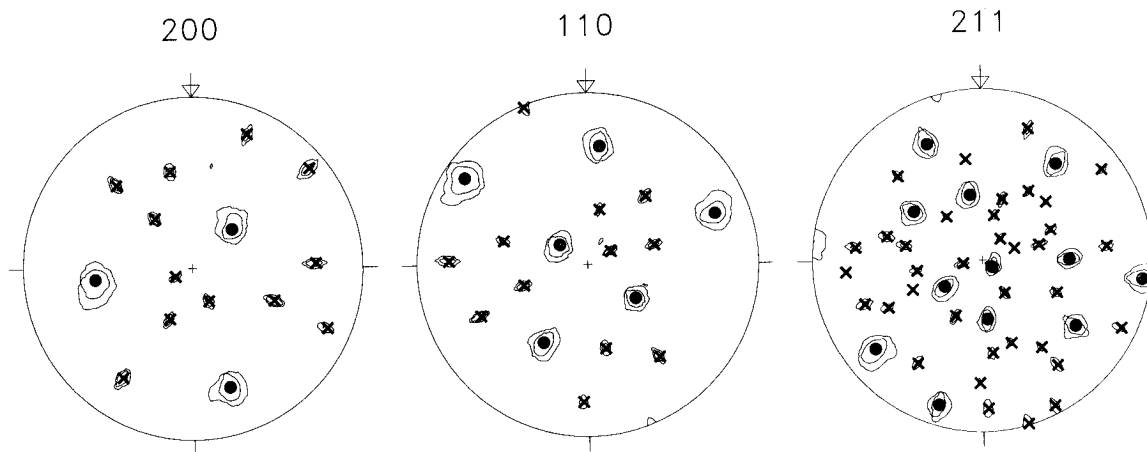


**Abb. 7.4:** Polfiguren des Hexaedriten Coahuila mit berechneten Pollagen  
*links: 200, Mitte: 110, rechts: 211.* Niveaulinien bei 0.5, 2 und 15 mrd.  
 •=Einkristall, x=Zwillinge

## Walker County

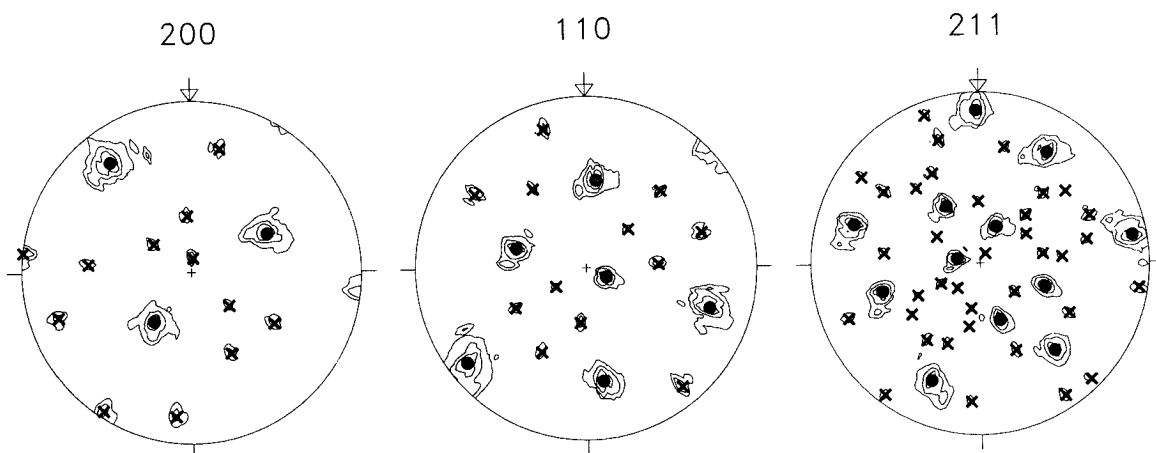


**Abb. 7.5:** Polfiguren des Hexaedriten Walker County mit berechneten Pollagen  
*links: 200, Mitte: 110, rechts: 211.* Niveaulinien bei 0.5, 2 und 15 mrd.  
 •=Einkristall, x=Zwillinge

Die Form der Poldichtemaxima der Coahuila-Probe unterscheidet sich von denen des Walker County-Bruchstücks. In den Coahuila-Polfiguren sind die Peaks rund bis länglich, in den Walker County-Polfiguren haben sie ein unregelmäßigeres Aussehen und sind z. T. aufgespalten in mehrere nebeneinanderliegende Maxima. Der Kamacit-Einkristall der letzteren Probe scheint in mehrere Teile mit leicht unterschiedlicher Orientierung zerbrochen zu sein, was mit dem äußeren Erscheinungsbild gut in Einklang zu bringen ist. Die Coahuila-Probe ist im Vergleich zum Walker County-Hexaedriten ein wesentlich besserer Einkristall.

### 7.1.3 Interpretation der Rhabdit-Polfiguren

Der Coahuila-Meteorit ist bekannt für das Auftreten zahlreicher plattiger und prismatischer Rhabdite. Auch an der hier untersuchten Probe waren unter dem Mikroskop prismatische Rhabdite aufzufinden. Trotz des geringen Rhabdit-Gehalts - aus dem Durchschnittsgehalt von 0.28 Gew.-% P läßt sich ein Volumenanteil von 1.8 % Rhabdit berechnen - wurde versucht, Polfiguren des Rhabdits zu messen, um die Orientierung der Prismen in Bezug auf den Kamacit-Einkristall zu bestimmen. Nach Bøggild (1927) verwachsen die prismatischen Rhabdite mit ihrer Prismenfläche parallel zu den Kamacit-Flächen  $\{210\}$  und mit ihrer c-Achse parallel zu den Kamacit-Würfelachsen, so daß sechs Rhabdit-Varianten auftreten (Abb. 7.6). Von Heide, Herschkowitsch & Preuß (1932) wird diese Kamacit-Rhabdit-Verwachsung bestätigt und mit  $\{110\}_{Rh} \parallel \{210\}_{Kam}$  und  $\langle 001 \rangle_{Rh} \parallel \langle 001 \rangle_{Kam}$  angegeben.

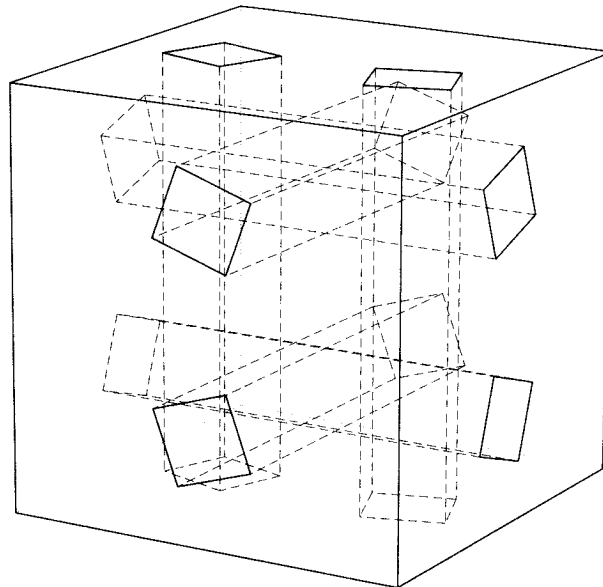


**Abb. 7.6:** Die 6 Rhabdit-Varianten im Kamacit-Einkristall nach Bøggild (1927) für prismatische Rhabdite

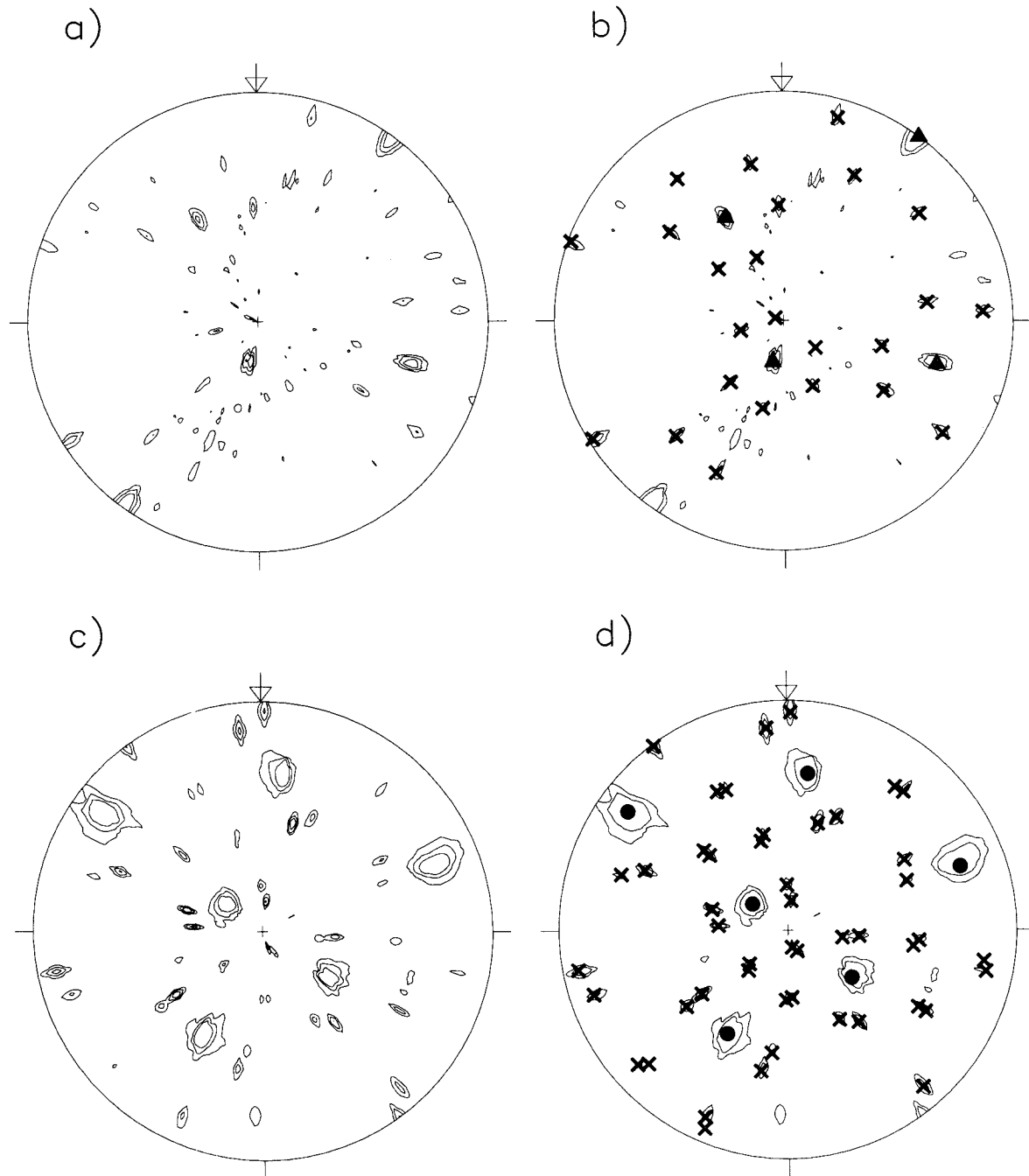


**Abb. 7.7:** Polfiguren des Rhabdits im Coahuila-Meteorit

a) Polfigur 301, b) Polfigur 301 mit berechneten Lagen nach Heide et al. (1932),

x = Rhabdit 301, ▲ = Kamacit 222 von  $\lambda/2$ ,

c) Polfigur 141, d) Polfigur 141 mit berechneten Lagen, x = Rhabdit 141,

● = Kamacit 110.

Niveaulinien bei 1.5, 4 und 10 mrd.

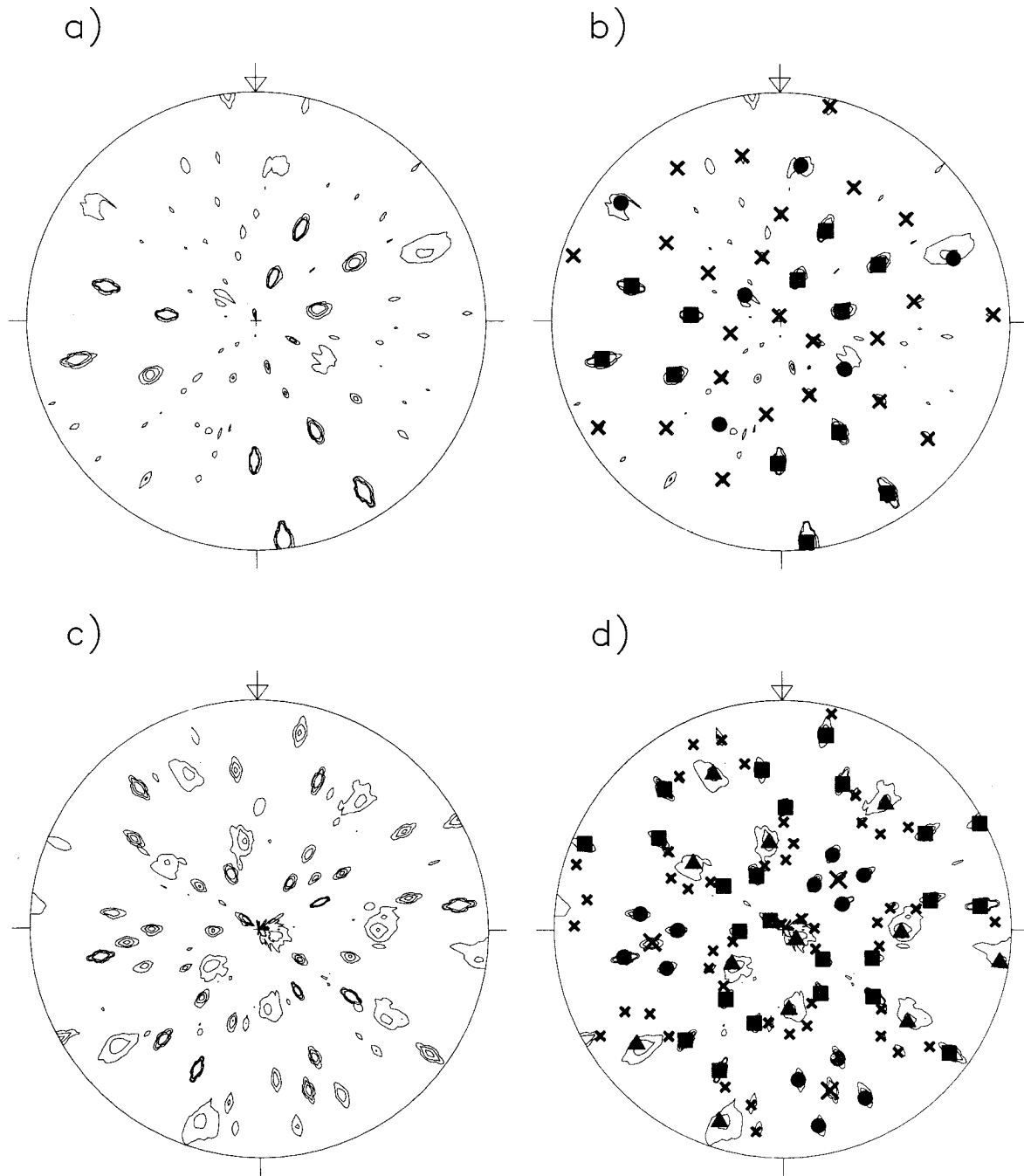


**Abb. 7.8:** Polfiguren des Rhabdits im Coahuila-Meteorit

a) Polfigur 222, b) Polfigur 222 mit berechneten Lagen nach Heide et al. (1932),

x = Rhabdit 222, • = Kamacit 110, ■ = Kamacit 310 von  $\lambda/2$ ,

c) Polfigur 004, d) Polfigur 004 mit berechneten Lagen, X = Rhabdit 004,

x = Rhabdit 561/651, ▲ = Kamacit 211, • = Kamacit 510 von  $\lambda/2$ , ■ = Kamacit 431 von  $\lambda/2$ .

Niveaulinien bei 1.5, 4 und 10 mrd.

| Rhabdit-Polfigur |  | überlappende Kamacit-Reflexe |                |                         |                |             |                         |                |            |                         |                |     |                         | überlappende Rhabdit-Reflexe |                         |                |                |
|------------------|--|------------------------------|----------------|-------------------------|----------------|-------------|-------------------------|----------------|------------|-------------------------|----------------|-----|-------------------------|------------------------------|-------------------------|----------------|----------------|
|                  |  | $\lambda$                    |                |                         |                |             |                         | $\lambda/2$    |            |                         |                |     |                         | $\lambda/3$                  |                         |                |                |
|                  |  | $2\Theta_{\text{obs}}$       | hkl            | $2\Theta_{\text{calc}}$ | $\Delta\Theta$ | hkl         | $2\Theta_{\text{calc}}$ | $\Delta\Theta$ | hkl        | $2\Theta_{\text{calc}}$ | $\Delta\Theta$ | hkl | $2\Theta_{\text{calc}}$ | $\Delta\Theta$               | $2\Theta_{\text{calc}}$ | $\Delta\Theta$ | hkl            |
|                  |  | 30.0°                        |                |                         |                |             |                         |                |            |                         |                |     |                         |                              |                         |                |                |
|                  |  |                              | <b>301</b>     |                         |                |             |                         |                |            |                         |                |     |                         |                              |                         |                |                |
|                  |  | 38.3°                        | <b>141/411</b> | 37.01°                  | 1.29°          | <b>110*</b> |                         |                |            |                         |                |     |                         |                              |                         |                |                |
|                  |  | 41.6°                        | <b>222</b>     | 37.01°                  | 4.59°          | <b>110</b>  | 41.57°                  | 0.03°          | <b>310</b> | 41.08°                  | 0.52°          | 322 | 42.26°                  | -0.66°                       | 150/510                 |                |                |
|                  |  | 70.3°                        | <b>004</b>     | 66.69°                  | 3.61°          | <b>211</b>  | 69.8°                   | 0.5°           | <b>510</b> | 69.8°                   | 0.5°           |     |                         | 0.71°                        | 69.59°                  | 0.71°          | <b>561/651</b> |
|                  |  |                              |                |                         |                |             | 69.8°                   | 0.5°           | <b>431</b> |                         |                |     |                         | -0.09°                       | 70.39°                  | -0.09°         | 523/253**      |
|                  |  |                              |                |                         |                |             |                         |                |            |                         |                |     |                         | -0.2°                        | 70.5°                   | -0.2°          | 172/712**      |
|                  |  |                              |                |                         |                |             |                         |                |            |                         |                |     |                         | -0.2°                        | 70.5°                   | -0.2°          | 552**          |

**Tab. 7.3:** Gemessene Rhabditpolfiguren und überlappende Reflexe - Vergleich der  $2\Theta$ -Werte:

fettgedruckte hkl sind die Hauptkomponenten in den Polfiguren,  $\Delta\Theta = 2\Theta_{\text{obs}} - 2\Theta_{\text{calc}}$ ,

\* mit Zwillingen, \*\* werden von Kamacit 211 überlagert.

Polfiguren wurden von den in Tabelle 7.2 aufgeführten Rhabdit-Reflexen aufgenommen (Abb. 7.7 und Abb. 7.8, jeweils links). Die Polfiguren zeigen zahlreiche Maxima unterschiedlicher Intensität. In allen Polfiguren sind Maxima vorhanden, die vom Kamacit-Einkristall herrühren. Dabei treten sogar Kamacit-Reflexe der 2. und 3. Ordnung in Erscheinung. Den Rhabditen zugehörige Maxima sind besonders deutlich in der Polfigur des stärksten Rhabdit-Reflexes 141/411 zu sehen. Dieser Reflex wird nur vom Kamacit-Reflex 110 überlagert (Kamacit-Maxima sind in der Polfigur erkennbar an den starken Intensitäten und der größeren Ausdehnung). Jeweils im rechten Teil der Abb. 7.7 und Abb. 7.8 sind die berechneten Rhabdit-Pollagen für die von Heide, Herschkowitsch & Preuß (1932) angegebene Orientierungsbeziehung eingezeichnet. Alle berechneten Lagen stimmen sehr gut mit den Maxima in den Polfiguren überein, so daß die Polfigurmessungen die mit optischen Methoden bestimmte Verwachsung bestätigt. Mit Hilfe der genannten Beziehung, die auch als  $\{100\}_{Rh} \parallel \{310\}_{Kam}$  und  $\langle 001 \rangle_{Rh} \parallel \langle 001 \rangle_{Kam}$  beschrieben werden kann, lassen sich auch in den Polfiguren der schwächeren Rhabdit-Reflexe (z. B. 301 und 222) die Maxima leicht zuordnen. In der Tab. 7.3 sind alle Rhabdit- und Kamacit-Reflexe aufgeführt, die zu den jeweiligen Rhabdit-Polfiguren beitragen. Insbesondere sind die starken Kamacit-Reflexe der 1. Ordnung noch in Polfiguren wiederzufinden, deren  $2\Theta$ -Werte bis zu  $5^\circ$  von den Kamacit-Reflexlagen entfernt liegen.

## 7.2 Polfiguraufnahmen am Oktaedrit

### 7.2.1 Probenbeschreibung

Die untersuchte Probe stammt von dem Meteoritenschauer Gibeon/Namibia, dem Schauer mit der größten räumlichen Ausdehnung, von dem seit 1838 Massen von ca. 21000 kg gefunden wurden. Gibeon ist ein feiner Oktaedrit mit einer Kamacit-Lamellenbreite von  $0.3 \pm 0.05$  mm. Er gehört mit einem Ni-Gehalt von 7.93 Gew.-% und 0.04 Gew.-% P in die chemische Gruppe IVA. Die Kamacit-Lamellen zeigen Neumannsche Linien (Buchwald, 1975, Bd. III, S. 584-593).

Die würfelige Probe mit der Kantenlänge von 1 cm wurde aus einer polierten Platte (Museumsinventarnummer 69-3, Mineralogisches Museum der Universität Bonn) herausgesägt. Die Platte ist bei Buchwald (1975, S. 584-593) als Masse Nr. 17a<sup>11</sup> beschrieben. Zusätzlich zu den regulären Widmanstätten'schen Figuren sind Kamacit-

<sup>11</sup> Buchwalds Nr. 17 ist in 2 Massen aufzuteilen (Buchwald, 1983):

17a) 404 kg Tessera-Oktaedrit, in Scheiben gesägt und verteilt (Rinne, 1910),

17b) 407 kg, angeblich 1914 in Kiew gewesen, nun verschollen? (Tschirvinski, 1922)

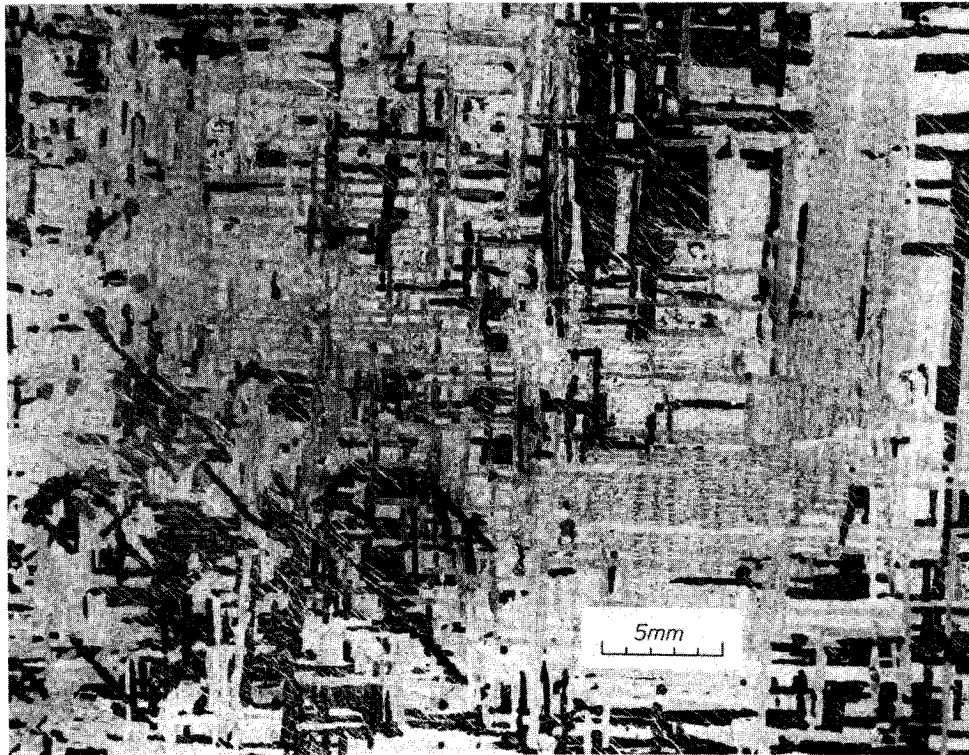


**Abb. 7.9:** Polierte und geätzte Platte des Meteoriten Gibeon. Die Platte ist nahezu parallel zu einer Würfelfläche des Taenits geschnitten, so daß die oktaedrischen Lamellen etwa senkrecht aufeinander stehen. Einige „tesserale“ Lamellen kreuzen den  $\gamma$ -Fe,Ni-Kristall diagonal.

Lamellen auch parallel zu der Würfelfläche der  $\gamma$ -Phase (sog. „tesserale“ Lamellen) vorhanden (Abb. 7.9).

### **7.2.2 Interpretation der Polfiguren über die Orientierungsbeziehung Kamacit - Taenit**

Von der Probe Gibeon wurden die Polfiguren der in Tab. 7.2 aufgelisteten Taenit- und Kamacit-Reflexe aufgenommen. Die Taenit-Polfiguren (Abb. 7.10) weisen mehrere starke, engbegrenzte Poldichtemaxima auf und haben einen vergleichsweise hohen Untergrund, der bei den normierten Polfiguren etwa 1 mrd beträgt. Die Maxima lassen sich den Flächenpolen eines Taenit-Einkristalls zuordnen. Daraus kann geschlossen werden, daß die zahlreichen Taenit-Tapeten insgesamt die Orientierung des ursprünglichen  $\gamma$ -Kristalls beibehalten. Der hohe Untergrund ist wahrscheinlich auf Intensitätsbeiträge des feinkörnigen Taenits in den Plessit-Zwickeln zurückzuführen.

# Gibeon Taenit

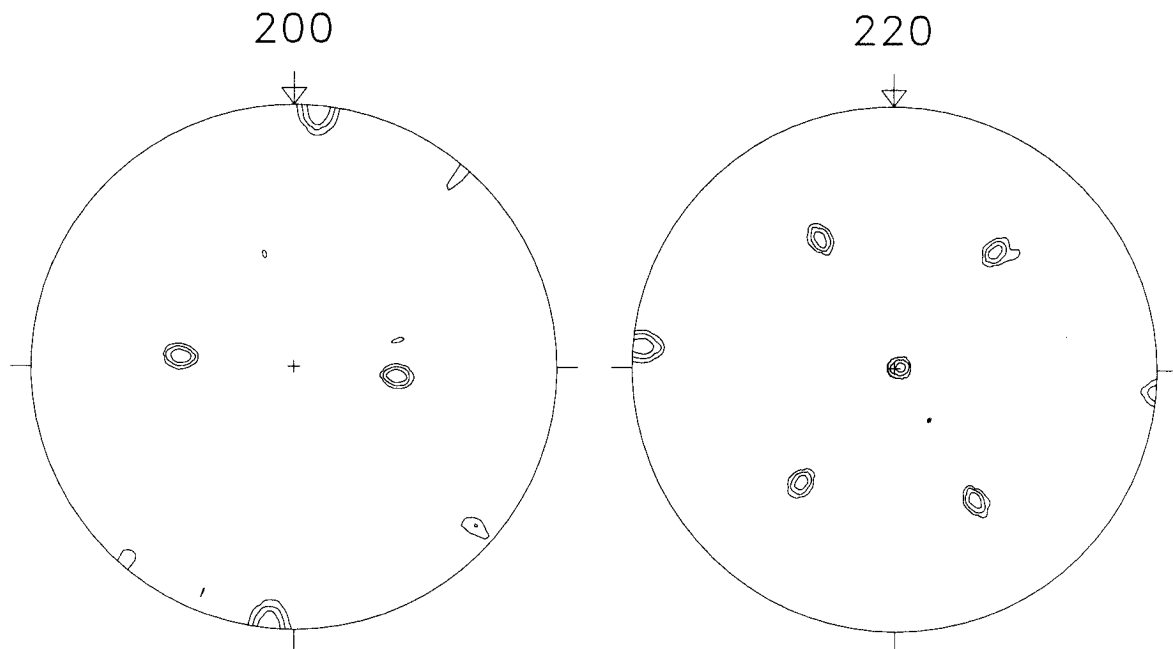


**Abb. 7.10:** Taenit-Polfiguren des Meteoriten Gibeon

*links: 200, rechts: 220. Niveaulinien bei 3, 7 und 20 mrd.*

# Gibeon Kamacit

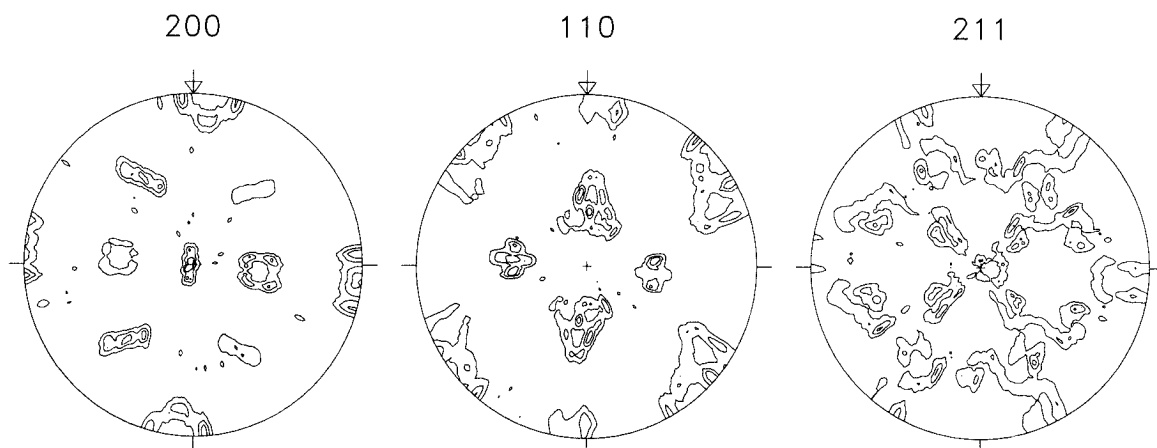


**Abb. 7.11:** Kamacit-Polfiguren des Meteoriten Gibeon

*links: 200, Mitte: 110, rechts: 211. Niveaulinien bei 1, 7 und 20 mrd.*

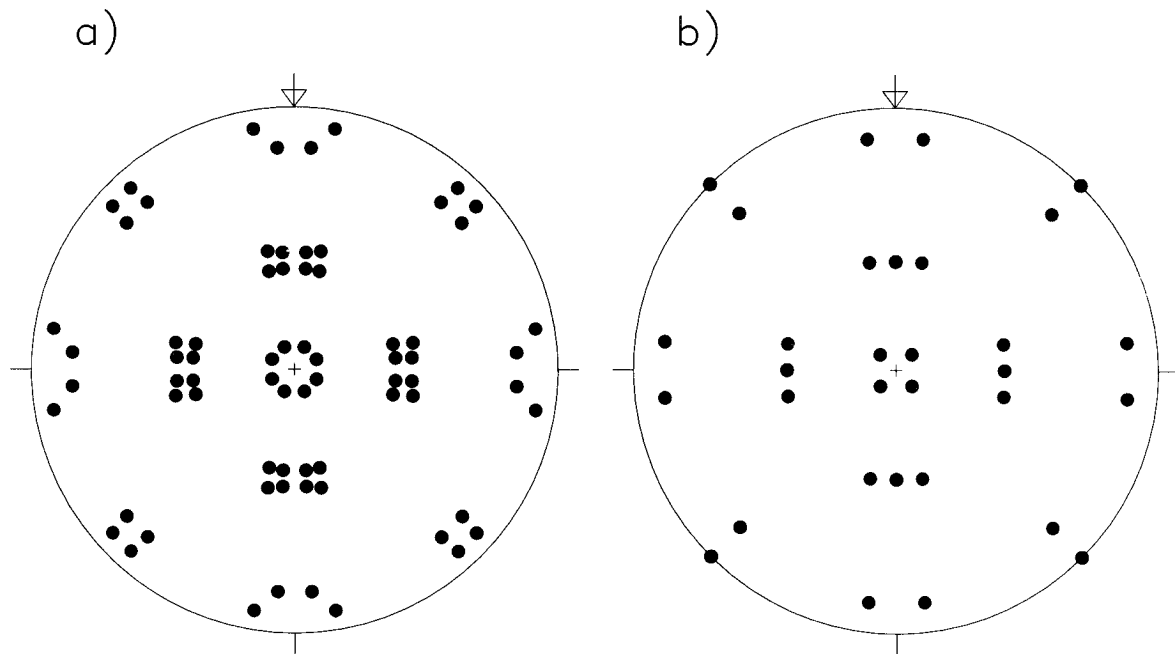


**Abb. 7.12:** Berechnete  $\{100\}$ -Pollagen in Standardaufstellung  
a) Kurdjumow-Sachs-, b) Nishiyama-Wassermann-Verwachsung

Bei den Kamazit-Polfiguren (Abb. 7.11) sind die Poldichtemaxima in Gruppen und Bändern angeordnet. Der Untergrund in den Polfiguren ist sehr niedrig. Zur Interpretation der Kamazit-Polfiguren muß man sich vergegenwärtigen, daß der Kamazit durch eine diffusive Phasenumwandlung aus einem  $\gamma$ -Fe,Ni-Einkristall entstanden ist. Für eine martensitische Transformation in Stählen formulieren Kurdjumow & Sachs (1930) die folgende  $\alpha$ - $\gamma$ -Orientierung:

$$\begin{aligned} \{110\}_{\alpha} &\parallel \{111\}_{\gamma} \\ <\bar{1}11>_{\alpha} &\parallel <\bar{1}10>_{\gamma} . \end{aligned}$$

Einige Jahre später wird von Nishiyama (1934) und Wassermann (1935) eine zweite mögliche Orientierungsbeziehung beschrieben:

$$\begin{aligned} \{110\}_{\alpha} &\parallel \{111\}_{\gamma} \\ <001>_{\alpha} &\parallel <\bar{1}10>_{\gamma} . \end{aligned}$$

Nishiyama (1934) gibt die Verwachsungsrichtung mit  $<211>_{\alpha} \parallel <\bar{1}10>_{\gamma}$  an, was mit der oben genannten Beziehung identisch ist. Der Hauptunterschied zwischen der Nishiyama-Wassermann- (= NW) und der Kurdjumow-Sachs-Verwachsung (= KS) ist die Anzahl der Orientierungsmöglichkeiten der  $\alpha$ -Phase: NW bietet 12 Varianten an, bei KS tritt dagegen die doppelte Anzahl an Varianten auf. Beide Verwachsungsbeziehungen liegen sehr dicht beieinander. Die resultierenden Flächenpole der

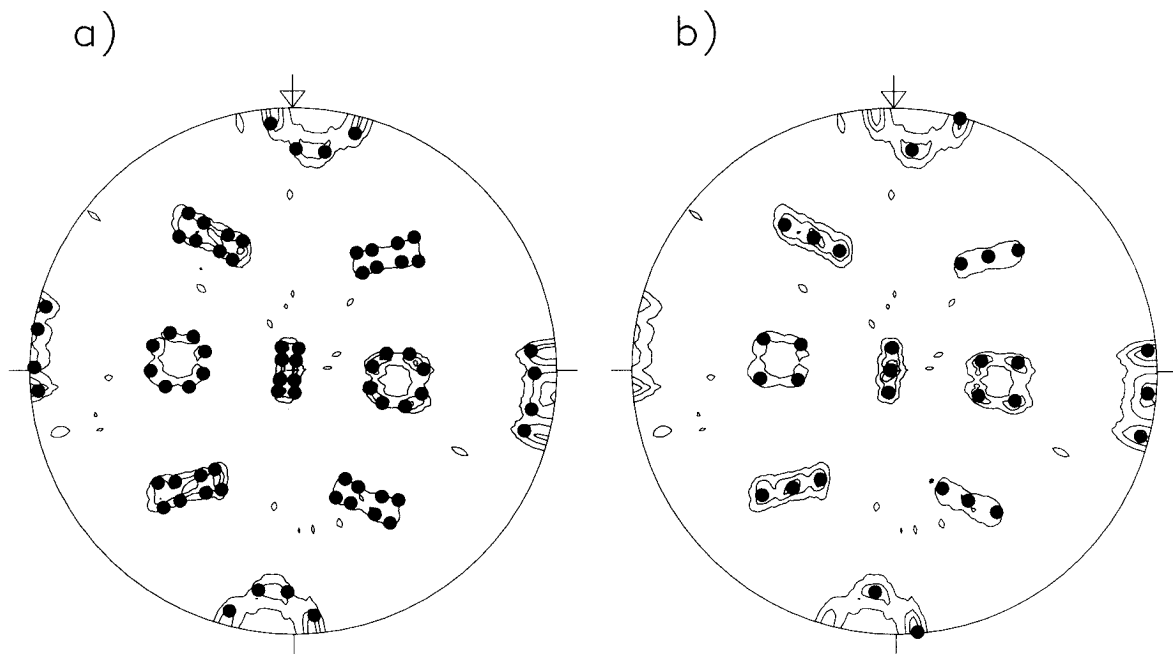


**Abb. 7.13:** Kamacit-Polfigur 200 mit berechneten  $\{100\}$ -Pollagen

a) Kurdjumow-Sachs-, b) Nishiyama-Wassermann-Verwachsung. Niveaulinien bei 1, 7 und 20 mrd.

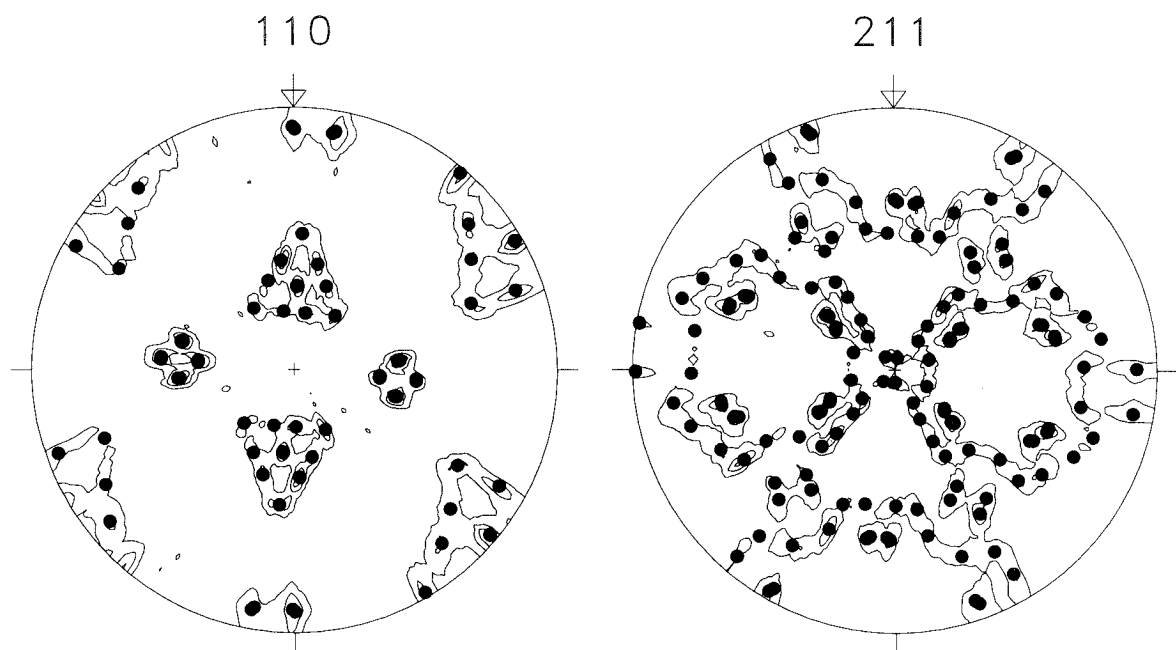


**Abb. 7.14:** Kamacit-Polfiguren 110 und 211 mit berechneten NW-Pollagen. Niveaulinien bei 1, 7 und 20 mrd.

$\alpha$ -Phase differieren nur um wenige Grad, wie der Vergleich in Abb. 7.12 zeigt. Werden die berechneten  $\{100\}$ -Pole beider Orientierungsbeziehungen in die Probenorientierung des Gibeon- $\gamma$ -Einkristalls gedreht, die sich aus der Taenit-Polfigur 200 bestimmen läßt, stellt sich heraus, daß die Poldichtemaxima sehr viel besser durch die NW-Pole angepaßt werden als durch die KS-Pole, die zum Teil außerhalb der Maxima liegen (Abb. 7.13). Die Maxima in den Polfiguren 110 und 211 lassen sich gleichfalls durch das NW-Modell beschreiben (Abb. 7.14).

Alle Poldichtemaxima der Gibeon-Polfiguren können durch Pole der NW-Orientierungsbeziehung angepaßt werden. Zusätzliche Peaks, die von der  $\{211\}$ -Verzwilligung des Kamacits herrühren, treten nicht auf, obwohl unter dem Mikroskop Neumannsche Linien zu sehen sind. Der Intensitätsbeitrag der Zwillinge ist allerdings eher klein; außerdem werden sie durch andere Maxima überlagert. Die noch nicht gut verstandenen „tesseralen“ Lamellen hinterlassen ebenfalls keine Spuren in den Polfiguren. Dies stimmt sehr gut mit Beobachtungen von Hey (1942) (lichtmikroskopisch), Young (1940) und Frost (1967) (Röntgen-Laueaufnahmen) überein, die den „tesseralen“ Lamellen dieselbe Orientierung wie den oktaedrischen zuschreiben.

Die Orientierungsbeziehung zwischen Kamacit und Taenit ist seit der Entdeckung der Widmanstättenschen Figuren 1808 Gegenstand der Forschung sowohl in der Meteoritenkunde als auch in der Metallkunde. Bereits vor Kurdjumow & Sachs (1930) fand Young (1926) die KS-Verwachsung aufgrund von röntgenographischen Untersuchungen an meteoritischen Proben. Nachfolgende meteoritenkundliche Literatur bestätigen seinen Befund durch optische Methoden (Bøggild, 1927) oder ebenfalls mit röntgenographischen Verfahren (Mehl & Derge, 1937; Derge & Kommel, 1937; Young, 1940). Seither ist die Kurdjumow-Sachs-Verwachsung in den Lehrbüchern über Meteoritenkunde (Buchwald, 1975, S. 116; Wasson, 1974, S. 54) fest verankert, obwohl Young (1926) bereits eine NW-Orientierung nicht ausschließt. Bøggilds Meßdaten (1927) haben einen so großen Streubereich, daß auch sie ebensogut für eine NW-Verwachsung sprechen können. Young (1940) stellt sogar heraus, daß beide Orientierungsbeziehungen nicht exakt stimmen können, da die Netzebenen  $(110)_\alpha$  und  $(111)_\gamma$  ein wenig voneinander abweichen.

In der neueren Literatur wird anhand elektronenmikroskopischer Untersuchungen an IIIC, D und IVB-Meteoriten die NW-Orientierung für die Hauptkamacit-Lamellen und die Taenit-Tapeten gefunden (Lin, Goldstein & Williams, 1979; Novotny, Goldstein & Williams, 1982). Im Plessit treten beide Verwachsungsmöglichkeiten auf. Hasan & Axon (1985) bestätigen mit elektronenmikroskopischen Messungen an einer Probe des Gibeonschauers Youngs Vermutung (1940), daß weder die KS- noch die NW-Beziehung vollkommen erfüllt wird; der Misfit beträgt 1.5 bzw.  $1^\circ$ . Jedoch ist die Orientierung der primären Kamacit-Lamellen zu den Taenit-Tapeten der NW-Verwachsung sehr nahe; im Plessit tritt eine KS-ähnliche Verwachsung auf. Hasan &

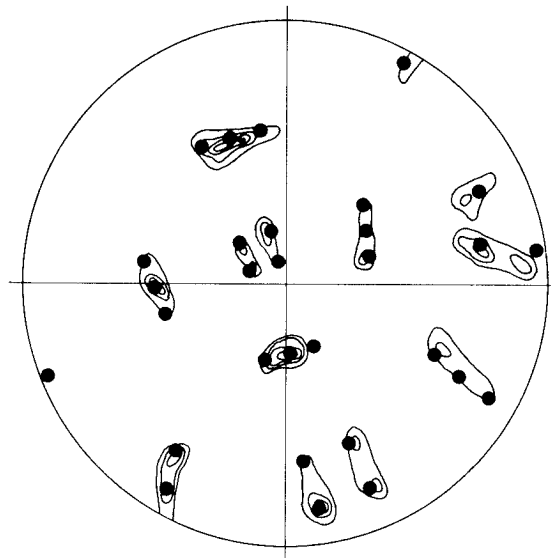


**Abb. 7.15:** Kamacit-Polfigur 200 aus Kulka & Oles (1985) mit berechneten  $\{100\}$ -Pollagen der Nishiyama-Wassermann-Verwachsung. Niveaulinien bei 10, 20, 100 und 300 counts.

Axon (1985) führen die unterschiedlichen Orientierungen auf die Keimbildungstemperatur des Kamacits zurück. Die NW-Beziehung ist einer höheren Temperatur zuzuordnen, wogegen die KS-Beziehung bei relativ niedrigen Temperaturen bevorzugt wird. Axon (1986) gibt eine kurze Zusammenfassung über die Verwachsungsbeziehungen in den Widmanstättenschen Figuren.

Die gemessenen Polfiguren des Gibeon-Meteoriten spiegeln die Ergebnisse von Hasan & Axon (1985) wider, soweit es die primären Kamacit-Lamellen und die Taenit-Tapeten betrifft. Über die exakte Übereinstimmung mit der NW-Verwachsung kann keine Aussage getroffen werden. Durch die Schrittweite von  $1^\circ$  in  $\varphi$  ist eine Überprüfung des von Hasan & Axon (1985) genannten Misfits nicht möglich.

Die bisher einzige Arbeit, in der Polfiguraufnahmen mit Neutronenbeugung an einem Eisennickelmeteoriten IIIC beschrieben werden, stammt von Kulka & Oles (1985). Ihre Taenit-Polfigur 200 ist - abgesehen von der unterschiedlichen Orientierung der Proben - identisch mit der hier beschriebenen. Daraus wird für die Taenit-Tapeten geschlossen, daß sie die Orientierung des ehemaligen  $\gamma$ -Einkristalls beibehalten. Ebenso ist deren Kamacit-Polfigur durch Maximagruppen und -bänder gekennzeichnet, die allerdings einen etwas diffusen Eindruck hinterlassen, vielleicht aufgrund einer größeren Schrittweite in  $\chi$  und  $\varphi$  bei der Messung. Kulka & Oles (1985) geben keine der beiden Orientierungsbeziehungen an. Zwar wird die Orientierung der Netzebenen  $(110)_\alpha$  auf  $(111)_\gamma$  erwähnt, jedoch bleibt eine Betrachtung der Verwachsungsrichtung

der  $\alpha$ -Phase aus. So wird fälschlich angenommen, daß es nur vier Verwachsungsmöglichkeiten des  $\alpha$ -Kristalls mit dem  $\gamma$ -Kristall gibt - vermutlich wegen der ungenauen Angabe in Wasson (1974, S. 54). Anhand der Rocking-Kurve (in diesem Fall ein  $\varphi$ -Scan) eines Peakclusters schließen Kulka & Oles (1985) gar, daß die Kamacit-Kristalle als Folge des Aufpralls auf die Erde in mehrere Stücke, die eine enge Orientierung zueinander behalten, zerbrochen sein müssen. Sehr viel einfacher läßt sich ihre Kamacit-Polfigur mit der NW-Verwachsung interpretieren, wie es in Abb. 7.15 durch Einzeichnen der NW-Pole getan wurde.

### 7.2.3 Variantenselektion

In den Kamacit-Polfiguren tritt ein weiteres Phänomen in Erscheinung, das besonders auffällig in der Polfigur 200 zu sehen ist. Einige der Maximagruppen haben eine wesentlich niedrigere Intensität als ihre symmetrieäquivalenten Gruppen. Dies betrifft bei  $\chi \sim 45^\circ$  die beiden 3er-Gruppen im NE und SE sowie die 4er-Gruppe im W der Polfigur (s. Abb. 7.11 links).

In der NW-Beziehung sind 12 Varianten der  $\alpha$ - $\gamma$ -Verwachsung möglich. Wenn eine  $(110)_\alpha$ -Fläche parallel zu  $(111)_\gamma$  verwächst, gibt es drei Möglichkeiten, die  $[001]_\alpha$ -Richtung zu orientieren: parallel zu  $[\bar{1}\bar{1}0]_\gamma$ ,  $[0\bar{1}1]_\gamma$  oder  $[\bar{1}01]_\gamma$  (Abb. 7.16). Die übrigen neun Varianten entstehen durch  $(110)_\alpha$ -Flächen, die parallel zu  $(\bar{1}\bar{1}1)_\gamma$ ,  $(1\bar{1}\bar{1})_\gamma$  und  $(\bar{1}1\bar{1})_\gamma$  verwachsen, jeweils mit den drei Möglichkeiten der  $[001]_\alpha$ -Orientierung. Alle 12 Varianten sind symmetrieäquivalent und sollten mit derselben Häufigkeit auftreten. Die Kamacit-Polfiguren des Gibeon-Meteoriten zeigen aber eine starke Bevorzugung von acht Varianten. Die vier selteneren Varianten lassen sich in der hier gewählten Aufstellung mit  $[001]_\alpha$ -Richtungen parallel zu  $[\bar{1}\bar{1}0]_\gamma$ ,  $[\bar{1}\bar{1}0]_\gamma$ ,  $[\bar{1}\bar{1}0]_\gamma$  und  $[110]_\gamma$  beschreiben. Der Unterschied der verschiedenen Varianten wird in Abb. 7.17 deutlich, in der die berechneten NW-Pollagen mit unterschiedlichen Symbolen in die Kamacit-Polfiguren eingetragen wurden. Aus Gründen der Übersichtlichkeit sind in Abb. 7.17 nur die Polfiguren 200 und 110 dargestellt. Vergleicht man die integrierten Intensitäten der beiden Variantengruppen miteinander, stellt sich heraus, daß das Volumen der häufig auftretenden Varianten 4 bis 5 mal größer ist als das der seltenen.

In der Metallurgie ist die Bevorzugung bestimmter Orientierungen als Variantenselektion bekannt. Gewöhnlich tritt sie nicht auf, wenn das Ausgangsmaterial vergleichsweise spannungsfrei ist und die Transformation nicht zu signifikanten Gitterspannungen führt (Davies & Bateman, 1981). Trotz der diffusionskontrollierten Umwandlung vom  $\gamma$ -Fe,Ni zum Kamacit mit langsamen Abkühlungsgeschwindigkeiten muß es zu Spannungen während des Kamacit-Wachstums gekommen sein. Dafür spricht das Auftreten von Polykristallinität und Spinellverzwillingung des ursprüng-

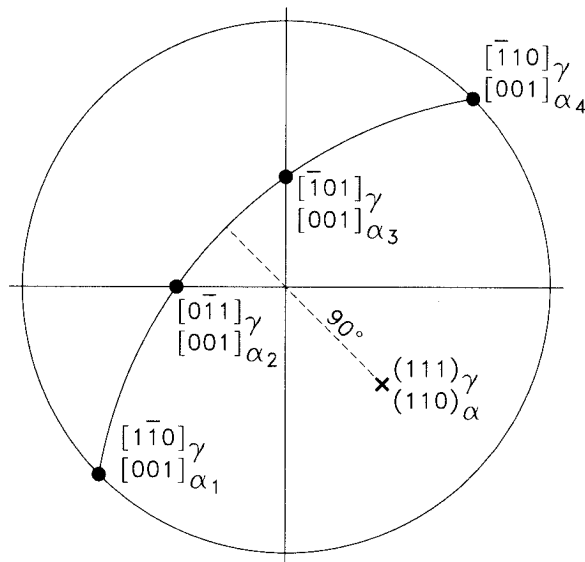


**Abb. 7.16:** Stereographische Projektion dreier Varianten der NW-Verwachsung. Eine  $(110)_\alpha$ -Fläche verwachsen auf  $(111)_\gamma$  mit den 3 möglichen Varianten, die  $[001]_\alpha$ -Richtung zu orientieren: parallel zu  $[1\bar{1}0]_\gamma$  ( $= \alpha_1$ ),  $[0\bar{1}1]_\gamma$  ( $= \alpha_2$ ) und  $[\bar{1}01]_\gamma$  ( $= \alpha_3$ ).  $\alpha_4$  ist invers zu  $\alpha_1$  und deshalb keine neue Variante.

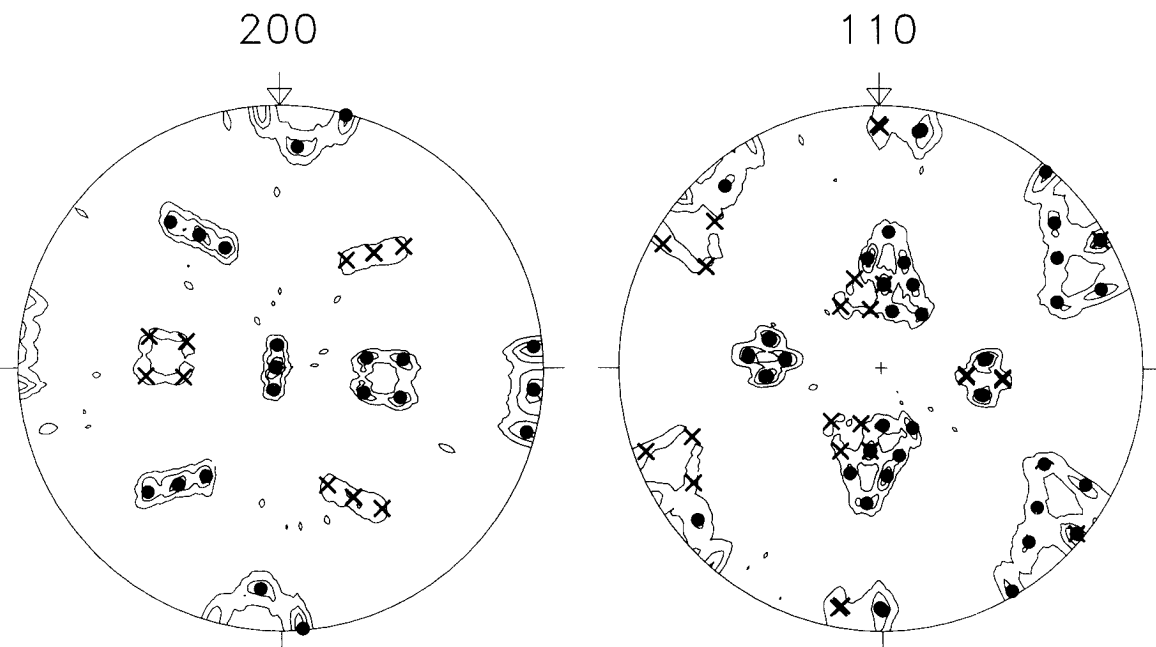


**Abb. 7.17:** Kamacit-Polfiguren 200 und 110 mit berechneten NW-Pollagen und Varianten-selektion

• = häufige Varianten, x = seltene Varianten. Niveaulinien bei 1, 7 und 20 mrd.

lichen Taenits in manchen Gibeon-Proben, was von Axon & Faulkner (1967) und Aladag & Gordon (1969) als Rekristallisation und getemperte Zwillinge aufgrund von Warmverformung vor der Kamacit-Keimbildung interpretiert wird. Auch die nicht-oktaedrischen („tesseralen“) Lamellen könnten ein Indiz auf Verspannungen in dem ursprünglichen  $\gamma$ -Kristall sein. Da sie älter sind als die Widmanstättenschen Figuren, nehmen Axon & Faulkner (1967) an, daß sie durch plastische Verformung auf nicht-oktaedrischen Gleitebenen der  $\gamma$ -Phase gerade oberhalb der Keimbildungstemperatur des Kamacits entstanden sind. Die hier beobachtete Variantenselektion in den Kamaciten der Widmanstättenschen Figuren sind ein Hinweis darauf, daß eine solche Verformung auch noch weit in tiefere Temperaturbereiche hinabreicht. Bisher ist in der meteoritenkundlichen Literatur darüber noch nichts berichtet worden.

## 8.0 Literaturverzeichnis

**Akselrod, L.A.; Gordeev, G.P; Lazebnick, J.M. & Lebedev, V.I. (1979)**

A method of measuring magnetic texture with polarized neutrons  
Nuclear Instrum. and Methods 164, 521-524

**Aladag, E. & Gordon, R.B. (1969)**

Structure of the parent taenite of the Gibeon meteorite  
Geochim. Cosmochim. Acta 33, 750-752

**Axon, H.J. (1986)**

A note on Widmanstätten crystallography  
Meteoritics 21, 191-192

**Axon, H.J. & Faulkner, D. (1967)**

Hot-working effects in the parent  $\gamma$ -phase of iron meteorites  
Geochim. Cosmochim. Acta 31, 1539-1542

**Bacon, G.E. (1975)**

Neutron Diffraction  
Oxford; Clarendon Press, 3. Auflage, S. 1-258

**Betzl, M. & Tobisch, J. (1973)**

Methodische Untersuchungen und gerätetechnische Entwicklungen zur Anwendung der Neutronenbeugung bei der quantitativen Texturanalyse  
Dissertation, Technische Universität Dresden

**Bever, M.B. (1973)**

Introduction to Metallographic Principles  
in: Metals Handbook Vol. 8 (Metallography, Structures and Phase Diagrams),  
143-146  
Metals Park - Ohio; American Society for Metals, 8th. Edition

**Bloss, F.D. (1971)**

Crystallography and Crystal Chemistry, S. 70ff.  
New York; Holt, Rinehart and Winston

**Bøggild, O.B. (1927)**

The meteoric iron from Savik near Cape York, North Greenland  
Meddelelser om Grønland 74, 11-30

**Braitsch, O. (1956)**

Quantitative Auswertung einfacher Gefügediagramme  
Heidelberger Beiträge zur Mineralogie und Petrographie 5, 210-226

**Braun, G. & Murawski, H. (1969)**

Textur  
in: Deutsches Handwörterbuch der Tektonik  
Hannover, 3. Lieferung, 1971

**Brinkmann, R. (1967)**

Abriß der Geologie, Bd. I: Allgemeine Geologie, S. 219f.  
Stuttgart, Enke

**Brockhouse, B.N. (1953)**

The initial magnetization of nickel under tension  
Canad. J. of Physics 31, 339-355

**Brokmeier, H.-G.; Bunge, H.J.; Brehler, B.; Wagner, R. & Wille, P. (1987)**

Texturmessungen am FRG-1, Arbeitsberichte 1985  
GKSS-Report GKSS 87/E/42

**Buchwald, V.F. (1975)**

Iron Meteorites  
Berkeley - Los Angeles - London; University of California Press

**Buchwald, V.F. (1983)**

Zuordnung des Meteorits Gibeon Nr. 17  
Private Mitteilung

**Bunge, H.J. (1965)**

Zur Darstellung allgemeiner Texturen  
Z. Metallkde. 56, 872-874

**Bunge, H.J. (1982a)**

Texture Analysis in Materials Science - Mathematical Methods  
London; Butterworths

**Bunge, H.J. (1982b)**

Experimental Techniques  
in: Quantitative Texture Analysis (ed. H.J. Bunge, C. Esling), 85-128  
Oberursel; DGM Informationsgesellschaft Verlag

**Bunge, H.J. (1984)**

Neuere Entwicklungen auf dem Texturgebiet  
Z. Metallkde. 75, 97-112

**Bunge, H.J. & Puch, K.H. (1984)**

Principles of Texture Goniometer Measurements  
Z. Metallkde. 75, 124-132

**Bunge, H.J. & Tobisch, J. (1968)**

Bestimmung der Walztextur des Kupfers mit Hilfe der Neutronenbeugung  
Z. Metallkde. 59, 471-475

**Bunge, H.J.; Wenk, H.R. & Pannetier, J. (1982)**

Neutron Diffraction Texture Analysis using a  $2\theta$ -Position Sensitive Detector  
Textures and Microstructures 5, 153-170

**Cable, J.W.; Koehler, W.C. & Wollan, E.O. (1964)**

Magnetic Order in Rare-Earth Intermetallic Compounds  
Phys. Rev. 136, A240-A242

**Chatzipetros, J.; Dujka, B.; Elf, F. & Will, G. (1987)**

Low-Temperature Goniometer for X-Ray and Neutron Diffractometry  
United States Patent P 4,644,761

**Dachs, H. (1978)**

Principles of Neutron Diffraction  
in: Neutron Diffraction (Topics in Current Physics; Vol. 6, ed. H. Dachs) 1-40  
Berlin - Springer Verlag

**Davies, G.J. & Bateman, R.M. (1981)**

The Influence of Variant Selection in the Inheritance of Texture during Phase Transformations  
in: Proceedings of The Sixth International Conference on Textures of Materials (ICOTOM 6) (publ. The Iron and Steel Institute of Japan), Tokyo, Vol. I, 132-148

**deBarr, A.E. & MacGillavry, C.H. (1983)**

Determination of the Texture of Polycrystalline Materials  
in: International Tables for X-Ray Crystallography, Vol. III, 289-317  
Dordrecht - Boston - London; D. Reidel

**Decker, B.F.; Asp, E.T. & Harker, D. (1948)**

Preferred Orientation Determination Using a Geiger Counter X-Ray Diffraction  
Goniometer  
J. Appl. Phys. 19, 388-392

**Deer, W.A.; Howie, R.A. & Zussman, J. (1975)**

An Introduction to the Rock-Forming Minerals, S. 108  
London; Longman

**Derge, G. & Kommel, A.R. (1937)**

The structures of meteoric irons  
Amer. J. Sci. 34, 203-214

**Elf, F. (1986)**

Programmpaket SCA  
private Mitteilung

**Elf, F. (1989)**

Bau einer neuartigen Tieftemperatur-Eulerwiege und deren Einsatz in der Neutronendiffraktometrie  
Dissertation, Universität Bonn

**Elf, F.; Will, G. Chatzipetros, J. & Dujka, B. (1984)**

Full-circle Eulerian cradle for low temperature neutron investigation  
Revue Phys. Appl. 19, 793-794

**Erskine, B.G. & Wenk, H.-R. (1985)**

Evidence for late Cretaceous crustal thinning in the Santa Rosa mylonite zone, southern California  
Geology 13, 274-277

**Feldmann, K. (1986)**

Application of Neutron Time-of-Flight Diffraction to Texture Studies  
in: Experimental Techniques of Texture Analysis (ed. H.J. Bunge), 253-263  
Oberursel; DGM Informationsgesellschaft Verlag

**Frost, M.J. (1967)**

Oriented lamellae in the Gibeon meteorite  
Min. Magazine 36, 607-612

**Hamm, H.M. (1988)**

Abschätzung des Volumenanteils der {211}-Zwillinge an einer Mikrophotographie  
des Meteorits Scottsville  
Private Mitteilung

**Hasan, F. & Axon, H.J. (1985)**

A transmission electron microscopic study of the Bethany iron meteorite  
J. Material Science 20, 590-596

**Haussühl, S. (1977)**

Kristallgeometrie  
Weinheim; Verlag Chemie, Verlag Physik, Taschentext 64

**Heide, F.; Herschkowitsch, E. & Preuß, E. (1932)**

Ein neuer Hexaedrit von Cerros del Buen Huerto, Chile  
Chemie der Erde 7, 483-502

**Hennig, K.; Mücklich, A. & Wieser, E. (1981)**

Magnetische Textur: Atlas magnetischer Blech- und Faserpolfiguren für Neutronenbeugung und Mößbauereffekt  
Zentral. Kernforsch. Rossendorf, Dresden; ZfK-Report 462, 1-14

**Hennig, K.; Wieser, E.; Betzl, M.; Feldmann, K. & Mücklich, A. (1981)**

Magnetic Texture (Magnetic Pole Figures)  
in: Proceedings of The Sixth International Conference on Textures of Materials (ICOTOM 6) (publ. The Iron and Steel Institute of Japan), Tokyo, Vol. II, 967-974

**Hey, M. (1942)**

The determination of the orientation of section planes of meteoritic irons  
Min. Magazine 26, 141-166

**Höfler, S.; Schäfer, W. & Will, G. (1986)**

Texture measurements at the neutron diffractometer in Jülich  
in: Experimental Techniques of Texture Analysis (ed. H.J. Bunge), 241-251  
Oberursel; DGM Informationsgesellschaft Verlag

**Höfler, S.; Schäfer, W. & Will, G. (1989)**

Neutron diffraction pole figure measurements for the microstructure analysis of meteorites  
Physica B 156 & 157, 675-677

**Höfler, S. & Will, G. (1985)**

Spezielle Einsatzmöglichkeiten der Neutronendiffraktometrie für die Texturanalyse

Z. Krist. 170, 76-77

**Höfler, S.; Will, G. & Hamm, H.M. (1988)**

Neutron diffraction pole figure measurements on iron meteorites

Earth and Planetary Science Letters 90, 1-10

**Hönigsmidt, J. & Will, G. (1977)**

Feldinduzierte Domänenstrukturen in Hämatit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

J. Magn. Magn. Mat. 4, 220-230

**Hrouda, F. (1982)**

Magnetic anisotropy of rocks and its application in geology and geophysics

Geological Surveys 5, 37-82

**International Tables for X-Ray Crystallography (1983)**

Vol. III

Dordrecht - Boston - London; D. Reidel

**Jansen, E. (1986)**

Subroutine COUNT

private Mitteilung

**Jansen, E.; Schäfer, W. & Will, G. (1986)**

Application of profile analysis methods in texture measurements using position-sensitive detectors

in: Experimental Techniques of Texture Analysis (ed. H.J. Bunge), 229-240

Oberursel; DGM Informationsgesellschaft Verlag

**JCPDS-Kartei (1983)**

Kartei-Karte 33-664 (Hämatit)

Joint Committee of Powder Diffraction Standards

**Juul Jensen, D. (1986)**

Fast Texture Measurement by Neutron Diffraction using a linear Position Sensitive Detector

in: Experimental Techniques of Texture Analysis (ed. H.J. Bunge), 217-228

Oberursel; DGM Informationsgesellschaft Verlag

**Juul Jensen, D. & Kjems, J.K. (1983)**

Apparatus for Dynamical Texture Measurements by Neutron Diffraction Using a Position Sensitive Detector  
Textures and Microstructures 5, 239-251

**Kern, H. (1988)**

Texturforschung in den Geowissenschaften  
Die Geowissenschaften 6 (9), 257-264

**Kern, H.; Takeshita, T.; Wenk, H.R.; Pannetier, J.; Höfler, S. & Will, G. (1988)**

Anisotropie in Myloniten: Zusammenhang zwischen Gefüge und elastischen Eigenschaften  
Fortsch. Mineral. 66, Beiheft 1, 75

**Kern, H. & Wenk, H.R. (1985)**

Anisotropy in Rocks and the Geological Significance  
in: Preferred Orientation in Deformed Metals and Rocks: An Introduction to Modern Texture Analysis (ed. H.R. Wenk), 537-555  
Orlando - London; Academic Press

**Kleinstück, K. & Tobisch, J. (1968)**

Die Methode der Texturuntersuchung mittels Neutronenbeugung und ihre besonderen Anwendungsvorteile  
Kristall und Technik 3, 455-466

**Kleinstück, K.; Tobisch, J.; Betzl, M.; Mücklich, A.; Schläfer, D. & Schläfer, U. (1976)**

Texturuntersuchungen von Metallen mittels Neutronenbeugung  
Kristall und Technik 11, 409-429

**Koeberl, C. (1988)**

Antarktische Meteorite  
Die Geowissenschaften 6 (4), 106-114

**Kulka, J. & Oles, A. (1985)**

Neutron diffraction study of Mungindi iron nickel meteorite  
Meteoritics 20, 513-521

**Kurdjumow, G. & Sachs, G. (1930)**

Über den Mechanismus der Stahlhärtung  
Z. Physik 64, 325-343

**Lee, H.P. & Bunge, H.J. (1984)**

Application of the zero-range method in the calculation of the complete ODF of cold-rolled titanium sheet  
in: Titanium: Sci. Technol., Proc. 5th Int. Conf. Titanium 3 (pub. 1985) (ed. G. Luetjering, U. Zwicker, W. Bunk), 1721-1728  
Oberursel; Dtsch. Ges. Metallkd.

**Lin, L.S.; Goldstein, J.I. & Williams, D.B. (1979)**

Analytical electron microscopy study of the plessite structure in four IIICD iron meteorites  
Geochim. Cosmochim. Acta 43, 725-737

**Lücke, K. (1984)**

Zur quantitativen Beschreibung des Gefüges  
Z. Metallkde. 75, 948-956

**Maletta, H. & Schäfer, W. (1986)**

Änderungen der antiferromagnetischen Ordnung von TbAg durch Verdünnung in  $Tb_xY_{1-x}Ag$   
Verhandlungen der DPG 5, 1202

**Matthies, S. & Vinel, G.W. (1982a)**

On the Reproduction of the Orientation Distribution Function of Texturized Samples from Reduced Pole Figures Using the Conception of a Conditional Ghost Correction  
Phys. Stat. Solidi B 112, K111-K114

**Matthies, S. & Vinel, G.W. (1982b)**

An Example Demonstrating a New Reproduction Method of the ODF of Texturized Samples from Reduced Pole Figures  
Phys. Stat. Solidi B 112, K115-K120

**Matthies, S.; Wenk, H.-R. & Vinel, G.W. (1988)**

Some Basic Concepts of Texture Analysis and Comparison of Three Methods to Calculate Orientation Distributions from Pole Figures  
J. Appl. Cryst. 21, 285-304

**Mecking, H.; Schmidt, D. & Braun, G. (1986)**

Experiences with the X-Ray Texture Goniometer ATEMA-C  
in: Experimental Techniques of Texture Analysis (ed. H.J. Bunge), 73-89  
Oberursel; DGM Informationsgesellschaft Verlag

**Mehl, R.F. & Derge, G. (1937)**

Studies upon the Widmanstätten Structure, VIII - The gamma-alpha Transformation in Iron-nickel Alloys

Trans. Amer. Inst. Min. Engrs. 125, 482-500

**Merz, P.; Höfler, S.; Schäfer, W. & Will, G. (1988)**

Ortsauflösende Meßtechnik für Texturanalyse mit Neutronen am Bonner Diffraktometer

Fortschr. Miner. 66, Beiheft 1, 105

**MIN X, (1980)**

Feinstrukturanalyse mit thermischen Neutronen X, Jahresbericht 1980

Mineralogisches Institut der Universität Bonn, Außenstelle für Neutronenbeugung in der KFA Jülich

**MIN XII, (1982)**

Feinstrukturanalyse mit thermischen Neutronen XII und Entwicklung eines ortsaufauflösenden Szintillationsdetektors, Jahresbericht 1982

Mineralogisches Institut der Universität Bonn, Außenstelle für Neutronenbeugung in der KFA Jülich

**MIN XV/1, (1985)**

Jahresbericht 1985 der Arbeitsgruppe Neutronenbeugung in Jülich

Mineralogisches Institut der Universität Bonn, Außenstelle für Neutronenbeugung in der KFA Jülich

**MIN XVI/1, (1986)**

Jahresbericht 1986 der Arbeitsgruppen Neutronenbeugung in Jülich und Röntgenbeugung mit Synchrotronstrahlung

Mineralogisches Institut der Universität Bonn, Außenstelle für Neutronenbeugung in der KFA Jülich

**Morris, P.R. (1982)**

als persönliche Mitteilung zitiert von Bunge (1982b) und Welch (1986)

**Murawski, H. (1977)**

Geologisches Wörterbuch

Stuttgart, Enke

**Narayan, C. & Goldstein, J.I. (1985)**

A major revision of iron meteorite cooling rates - An experimental study of the growth of the Widmanstätten pattern

Geochim. Cosmochim. Acta 49, 397-410

**Nauer-Gerhardt, C.U. & Bunge, H.J. (1986)**

Orientation Determination by Optical Methods

in: Experimental Techniques of Texture Analysis (ed. H.J. Bunge), 125-142

Oberursel; DGM Informationsgesellschaft Verlag

**Nishiyama, Z. (1934)**

X-Ray Investigation of the Mechanism of the Transformation from Face-centred Cubic Lattice to Body-Centred Cubic

Science Rep. Tohoku Imp. Univ. Tokio 23, 637-664

**Novotny, P.M.; Goldstein, J.I. & Williams, D.B. (1982)**

Analytical electron microscope study of eight ataxites

Geochim. Cosmochim. Acta 46, 2461-2469

**Prask, H.J. & Choi, C.S. (1986)**

Texture: Nondestructive Characterization

in: Encyclopedia of Material Science and Engineering (ed. M.B. Bever), Vol. 7, 4895-4897

Oxford; Pergamon Press

**Puch, K.H.; Klein, H. & Bunge, H.J. (1984)**

A New Computer Operated Texture Goniometer

Z. Metallkde. 75, 133-139

**Quade, H. & Walde, R. (1982)**

Texturuntersuchungen an hämatitischen Reicherzen

Arch. Eisenhüttenwesen 53, 85-89

**Rinne, F. (1910)**

Ein Meteoreisen mit Oktaeder- und Würfelbau (Tessera-Oktaedrit)

N. Jb. Min. Geol. Paläont. 1, 115-117

**Ramdohr, P. (1945)**

Durchbewegte Erze von Routivare, Nordschweden

Geol. Foeren. Stockholm Foerhandl. 67, 367-388

**Ruer, D. & Baro, R. (1977)**

Méthode Vectorielle d' Analyse de la Texture des Matériaux Polycristallins de Réseau Cubique

J. Appl. Cryst. 10, 458-464

**Schaeben, H. (1988)**

Entropy Optimization in Texture Goniometry  
Phys. Stat. Sol. B 148, 63-72

**Schaeben, H.; Vadon, A. & Wenk, H.R. (1985)**

Vector Method  
in: Preferred Orientation in Deformed Metals and Rocks: An Introduction to Modern Texture Analysis (ed. H.R. Wenk), 123-137  
Orlando - London; Academic Press

**Schäfer, W.; Höfler, S. & Will, G. (1988)**

Applications of Neutron Diffraction Pole Figure Measurements on Polycrystalline and Monocrystalline Metallic Samples. Examples from the Four-Circle Neutron Diffractometer in Jülich  
Textures and Microstructures 8 & 9, 457-466

**Schäfer, W.; Jansen, E.; Elf, F. & Will, G. (1984)**

A New Linear Position-Sensitive Scintillation Detector for Neutron Powder Diffractometry  
J. Appl. Cryst. 17, 159-166

**Schultz, L. (1988)**

Meteorite vom Planeten Mars  
Die Geowissenschaften 6 (2), 53-58

**Schulz, L.G. (1949)**

A direct method for determining preferred orientation of a flat reflection sample using a Geiger counter X-Ray spectrometer  
J. Appl. Phys. 20, 1030-1033

**Schwarzer, R.A. (1982)**

Bestimmung von Polfiguren und Texturanalyse mit dem Transmissions-Elektronenmikroskop  
Z. Metallkde. 73, 495-498

**Schwarzer, R.A. & Weiland, H. (1986)**

Electron Diffraction Polefigure Measurements  
in: Experimental Techniques of Texture Analysis (ed. H.J. Bunge), 287-300  
Oberursel; DGM Informationsgesellschaft Verlag

**Sears, V.F. (1986)**

Neutron scattering lengths and cross sections

in: Neutron Scattering (Methods of Experimental Physics, Vol. 25, Part A; ed. K. Sköld, P.L. Price) 521-550

Orlando; Academic Press

**Shimizu, M.; Katayama, M. & Kitagawa, H. (1986)**

Inverse Pole Figure Measurements in Steels by Energy-Dispersive X-ray Diffraction

in: Experimental Techniques of Texture Analysis (ed. H.J. Bunge), 107-114

Oberursel; DGM Informationsgesellschaft Verlag

**Siemes, H. & Hennig-Michaels, C. (1985)**

Ore Minerals

in: Preferred Orientation in Deformed Metals and Rocks: An Introduction to Modern Texture Analysis (ed. H.R. Wenk), 335-360

Orlando - London; Academic Press

**Stott, D.E. & Hutchinson, W.B. (1973)**

Application of neutron diffraction to the study of texture and magnetic properties in grain oriented silicon-iron

in: Proceedings of The Third European Colloquium on Texture, Pont-à-Mousson, 427-438

**Szpunar, J. (1981)**

Geometry of texture measurements for dispersive methods

Texture of Cryst. Solids 4, 171-181

**Szpunar, J.A. (1984)**

Review - Texture studies using neutron diffraction

J. of Materials Science 19, 3467-3476

**Szpunar, J.; Oles, A.; Buras, B.; Sosnowska, I. & Pietras, E. (1968)**

Neutron diffraction studies on the texture of coarse-grained metal sheets

Nukleonika (Translation) No. 11-12, 10-17

**Tobisch, J. & Bunge, H.J. (1972)**

The spherical sample method in neutron diffraction texture determination

Texture 1, 125-127

**Tschirvinski, P.N. (1922)**

Von der Passivität des Meteoreisens

Z. Krist. 57, 643-646

**Wassermann, G. (1935)**

Über den Mechanismus der  $\alpha$ - $\gamma$ -Umwandlung des Eisens  
Mitt. K.-Wilh.-Inst. Eisenforschung 17, 149-155

**Wassermann, G. & Grewen, J. (1962)**

Texturen metallischer Werkstoffe  
Berlin - Göttingen - Heidelberg; Springer

**Wasson, J.T. (1974)**

Meteorites - Classification and Properties  
Berlin - Heidelberg - New York; Springer

**Weiland, H. & Schwarzer, R. (1986)**

Online Texture Determination by Kikuchi or Channeling Patterns  
in: Experimental Techniques of Texture Analysis (ed. H.J. Bunge), 301-314  
Oberursel; DGM Informationsgesellschaft Verlag

**Weiss, L.E. & Wenk, H.R. (1985)**

An Introduction  
in: Preferred Orientation in Deformed Metals and Rocks: An Introduction to Modern Texture Analysis (ed. H.R. Wenk), 1-10  
Orlando - London; Academic Press

**Welch, P.I. (1986)**

Neutron Diffraction Texture Analysis  
in: Experimental Techniques of Texture Analysis (ed. H.J. Bunge), 183-207  
Oberursel; DGM Informationsgesellschaft Verlag

**Wenk, H.R. (1978)**

Preferred orientation in minerals, review and outlook  
in: Proceedings of The Fifth International Conference on Textures of Materials (ICOTOM 5) (ed. G. Gottstein & K. Lücke), Aachen, Vol. II, 47-83

**Wenk, H.R. (1982)**

Programm OLMETZ  
private Mitteilung

**Wenk, H.R. (1985a)**

Measurement of Pole Figures  
in: Preferred Orientation in Deformed Metals and Rocks: An Introduction to Modern Texture Analysis (ed. H.R. Wenk), 11-47  
Orlando - London; Academic Press

**Wenk, H.R. (1985b)**

Carbonates

in: Preferred Orientation in Deformed Metals and Rocks: An Introduction to Modern Texture Analysis (ed. H.R. Wenk), 361-384

Orlando - London; Academic Press

**Wenk, H.R. (1986)**

Einladung zur Teilnahme am Neutronenstandardprojekt

private Mitteilung

**Wenk, H.R.; Bunge, H.J.; Jansen E. & Pannetier, J. (1986)**

Preferred orientation of plagioclase - Neutron diffraction and U-stage data

Tectonophysics 126, 271-284

**Wenk, H.R.; Bunge, H.J.; Kallend, J.S.; Lücke, K.; Matthies, S.; Pospiech, J. & Van Houtte, P. (1987)**

Orientation Distributions: Representation and Determination

in: Proceedings of The Eighth International Conference on Textures of Materials (ICOTOM 8), Santa Fe, im Druck

**Wenk, H.R.; Kern, H.; Pannetier, J.; Höfler, S.; Schäfer, W.; Will, G. & Brokmeier, H.-G. (1987)**

Neutron Diffraction Texture Analysis: Standard Project (Preliminary Results)

in: Proceedings of The Eighth International Conference on Textures of Materials (ICOTOM 8), Santa Fe, im Druck

**Wenk, H.R.; Kern, H.; Schäfer, W. & Will, G. (1984)**

Comparison of neutron and X-ray diffraction in texture analysis of deformed carbonate rocks

J. Struct. Geology 6, 687-692

**Wenk, H.R.; Takeshita, T.; Tomé, C.; Kern, H.; Höfler, S.; Will, G. & Matthies, S. (1987)**

Texture Development in Calcite Polycrystals: Theory and Experiment

in: Proceedings of The Eighth International Conference on Textures of Materials (ICOTOM 8), Santa Fe, im Druck

**Will, G. (1969a)**

Kristallstrukturanalyse und Neutronenbeugung I

Angew. Chem. 81, 307-320

**Will, G. (1969b)**

Kristallstrukturanalyse und Neutronenbeugung II

Angew. Chem. 81, 984-995

**Will, G.; Höfler, S & Schäfer, W. (1986)**

Application of neutron diffraction in texture analysis  
Physica 136B, 473-476

**Will, G.; Höfler, S & Schäfer, W. (1988)**

Texture analysis by neutron diffraction  
Materials Science Forum 27/28, 457-464

**Will, G.; Jansen, E. & Schäfer, W. (1980)**

POWLS-60 - Programm for Refinement of Powder Diffraction Data  
KFA-Report Jül-1867

**Young, J. (1926)**

The Crystal Structure of Meteoric Iron as determined by X-Ray Analysis  
Proc. Roy. Soc. A112, 630-641

**Young, J. (1940)**

Crystallographic studies of meteoric iron  
Philos. Trans. Roy. Soc. London A238, 393-421



## **Danksagung**

Die vorliegende Arbeit entstand in der Außenstelle des Mineralogischen Instituts der Universität Bonn in der Kernforschungsanlage Jülich GmbH.

Dem Institutsdirektor, Herrn Prof. Dr. G. Will, danke ich herzlich für die Anregung des interessanten Themas und für viele wertvolle Diskussionen.

Herrn Prof. Dr. H. Zimmermann danke ich für die Übernahme des Korreferats.

Mein besonders herzlicher Dank gilt dem Leiter der Außenstelle in Jülich, Herrn Dr. W. Schäfer, für seine stete Bereitschaft und Geduld, mir mit wertvollen Anregungen und Diskussionen sowie mit Rat und Tat zur Seite zu stehen.

Herrn R. Skowronek danke ich herzlich für seine tatkräftige Hilfe bei technischen Problemen am Diffraktometer.

Ein herzliches Dankeschön geht an die Herren F. Elf und E. Jansen für ihre stets freundliche Hilfestellung in unterschiedlichen Bereichen, besonders bei Software-Problemen und bei dem Tieftemperaturexperiment.

Allen Mitarbeitern der Außenstelle sei für ihre kollegiale Hilfsbereitschaft und moralische Unterstützung gedankt.

Außerdem möchte ich Herrn Dr. H.-M. Hamm meinen Dank für die wertvollen Hinweise im Bereich der Meteoritenkunde aussprechen.

Dem Bundesminister für Forschung und Technologie (BMFT) danke ich für die Bereitstellung der finanziellen Mittel für das unter der Nummer 03-WI1BON geförderte Projekt.

Schließlich sei allen in den Fußnoten dieser Arbeit namentlich erwähnten Personen für die Überlassung der Proben gedankt.

