

Duktile Gesteinsdeformation durch zeitabhängige Katakklase

Eine experimentelle Untersuchung an einem
elastisch/sprödem Gesteinsanalogmaterial

Dissertation

zur Erlangen des Grades

"Doktor der Naturwissenschaften"

am **Fachbereich Geowissenschaften**

der

Johannes Gutenberg-Universität in Mainz

von

Mohsine Zahid

geboren in Casablanca

Mainz, 2001

1

Jahr der Prüfung: 2001

Erklärung

Ich versichere hiermit die vorliegende Arbeit selbstständig und nur unter der Verwendung der angegebenen Quellen und Hilfsmittel verfaßt zu haben.

Mainz, 2001

(إقرأ باسم ربك الذي خلق،
خلق الإنسان من علق،
إقرأ وربك الأكرم الذي علم بالقلم،
علم الإنسان ما لم يعلم.) العلق: 1_ ٥

Zusammenfassung

In Gesteinen, die bei schwach- bis mittelgradiger Metamorphose deformiert wurden, sind Mikrostrukturen, wie z.B. undulöse Auslöschung, Subkörner und kristallographische Regelungen, typisch. Sie werden i.a. als das Resultat eines kristallplastischen Deformationsprozesses interpretiert. Das häufige Auftreten dieser Strukturen führte zu der Annahme, daß kristallplastische Deformationsprozesse zu den dominierenden duktilen Deformationsmechanismen während der Erdkrustendeformation gehören.

Bei genauerer Betrachtung der Deformationsmikrostrukturen zeigt sich aber, daß zeitabhängige, "langsame" Kataklyse, die von Lösungs-, Transportprozessen in Lösung und Ausfällungsprozessen kontrolliert wird, bei der Deformation auch wichtig sein kann.

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit Experimenten, bei denen die zeitabhängige kataklastische Deformation polykristalliner, kompaktierter Aggregatproben des sehr gut löslichen, elastisch/spröden Salzes Natriumchlorat (NaClO_3) untersucht wurde. Dieses Salz wurde als Analogmaterial gesteinsbildender Minerale wie Quarz und Feldspat ausgewählt. Es wurde nun untersucht, ob und in welcher Weise spröde Deformationsmechanismen in Anwesenheit von Wasser scheinbar kristallplastische Mikrostrukturen hervorrufen können.

Um den Einfluß der Fluide auf die Deformation und die damit verbundene Entwicklung von Mikrostrukturen zu verstehen, wurden verschiedene Experimente durchgeführt. Die Randbedingungen (Druck, Temperatur und Verformungsrate) wurden so gewählt, dass Drucklösung und Ausfällung leicht stattfinden konnten.

Die Bildung von kataklastischen Mikrostrukturen während der triaxialen Deformation der Proben war eines der wichtigsten Ergebnisse. Dünnschliffbeobachtungen zeigten, daß sich die Kataklysite inter- und intragranular bildeten und waren parallel und senkrecht zur Hauptverkürzungsrichtung bzw. zur Hauptspannung gerichtet. Die Körner wurden fragmentiert. Die Bruchfragmente entstanden durch Vernetzung von Rissen.

Die in situ-Versuche (unter dem Mikroskop) erlaubte die kontinuierliche optische Beobachtung der Bildung und Entwicklung der Mikrostrukturen während der verschiedenen in situ-Versuche.

Bei dem in situ-Deformationsversuch wurde eine kompaktierte, polykristalline NaClO_3 -Probe in reiner Scherung in Anwesenheit einer NaClO_3 -gesättigten Lösung deformiert. Der Verformungsbetrag in diesem Versuch war nicht hoch (3%). Die mikroskopischen Aufnahmen zeigen, daß sich auf den Oberflächen aller Körner der Probe Lösungsrillen bildeten. Sie folgten immer kristallographischen Orientierungen der Körner und richteten sich immer senkrecht zur lokalen kompressiven Spannung aus. Die Lösungsrillen entwickelten sich zeitabhängig und unter Spannung zu Rissen.

Um ein besseres Verständnis des Verhaltens einer Korngrenze und der Bildung von Bruchfragmenten bei der Deformation zu erlangen, wurden Indentationsversuche unterm Mikroskop (in situ) durchgeführt, mit dem Ziel Ostapenko's (1968) Drucklösungsmodell zu studieren. Dabei wurde das Verhalten der Kontaktfläche zweier gegeneinander gespannter NaClO_3 -Kristalle in

Anwesenheit einer gesättigten Lösung studiert. Die von Ostapenko (1968) schon vorhergesagte kataklastische Deformation der Kontaktfläche beider Kristalle und die Entstehung von Fragmenten durch zeitabhängige und zeitunabhängige Prozesse waren die wichtigsten Ergebnisse dieser Versuchsreihe.

Aus den Versuchen ergibt sich nun die Folgerung, daß scheinbar kristallplastisch erzeugte Mikrostrukturen wie Subkörner auch durch spröde zeitunabhängige Risse und subkritische (langsame) Kataklastik entstehen können. Diese Erkenntnisse sind wichtig für das rheologische Verhalten der Erdkruste und somit auch für Modellierungen der Erdkrustendeformation. Ihre Betrachtung und Übertragung auf die Deformationsstrukturen der natürlich deformierten kontinentalen, oberkrustalen Gesteine der Erde würde die Interpretation der Mikrostrukturen in diesen Bereichen stark ändern. Dies hätte eine wesentliche Änderung auf den Verlauf der Gesteinsfestigkeitskurven in den Spannungsprofilen der Erdoberkruste zur Folge.

Inhaltverzeichnis

Kapitel 1. Einleitung

1.1	Allgemeine Einleitung	1
1.2	Kataklase versus Versetzungskriechen	2
1.3	Kataklase und Drucklösungsmodelle	3
1.4	Kurze theoretische Einführung	5
1.4.1	Zeitunabhängige Ribildung	6
1.4.2	Zeitabhangige Ribildung (Stresskorrosion)	6
1.4.3	Drucklosungs- und Ausfallungsprozesse	9
1.5	Zielsetzung	11

Kapitel 2. Versuchsmaterial

2.1	Einleitung	13
2.2	Nasse NaClO ₃ -Aggregate als Gesteinsanalogsystem	13
2.3	Physikalische Eigenschaften des NaClO ₃	14
2.4	Vorbereitung des Natriumchlorats fur die verschiedenen Versuche	15

Kapitel 3. Triaxial-Versuche

3.1	Einleitung	17
3.2	Anfangsmaterial	18
3.3	Deformationsgerat und Versuchsdurchfuhrung	20
3.4	Resultate	22
3.4.1	Mechanische Daten	22
3.4.1.1	Effekt des Wassergehaltes	25
3.4.1.2	Effekt der Verformungsrate	26
3.4.1.3	Effekt des Manteldrucks	27
3.4.1.4	Effekt der Korngroe	28
3.4.1.5	Effekt einer Entlastung	29
3.4.2	Mikrostrukturen	31
3.5	Diskussion	44
3.6	Zusammenfassung und Folgerungen	47

Kapitel 4. In-situ Deformationsversuche

4.1	Einleitung	49
4.2	Probenvorbereitung	50
4.3	Gerate und Methode	52
4.4	Resultate	54
4.5	Zusammenfassung und Diskussion	65

4.6 Folgerungen	66
Kapitel 5. Indentationsversuche	
5.1 Einleitung	69
5.2 Versuchsmethode	69
5.3 Resultate	71
5.3.1 Mechanische Daten	71
5.3.2 Mikroskopische Beobachtungen	74
5.3.2.1 Versuch IndSC1	74
5.3.2.2 Versuch IndSC3	78
5.3.2.3 Versuch IndSC4	80
5.3.2.4 Versuch IndSC5	82
5.3.2.5 Versuch IndSC6	86
5. 4 Zusammenfassung und Diskussion	94
5.5 Folgerungen	96
Kapitel 6. Diskussion und Folgerungen	99
Anhang	105
Literaturverzeichnis	107

Kapitel 1

Einleitung

1.1 Allgemeine Einleitung

Das Verständnis von Kataklyse und Drucklösung als Deformationsprozesse ist für verschiedene geologische Anwendungen wichtig, beispielsweise (i) für die Endlagerung von Atommüll (Spiers et al. 1986, Spiers et al. 1989, Spiers & Brzesowsky 1993) und die Speicherung von Öl und Gas in alten Salzlagerstätten (Urai 1983), (ii) für die Bestimmung und Analyse der Porosität von Trägerschichten in der Erdölexploration und für die Grundwasserbeschaffenheit (Heydari 2000, Ngwenya et al. 2000) bei der , (iii) für die Verformungsanalyse bei der Entwicklung großräumiger geologischer Strukturen bei niedriggradigen Deformationsmechanismen (Harrison & Onasch 2000) (z.B. zeigt die Verformungsanalyse der Faltung der Tuscorora Sandsteine des westlichen Randes des Appalachen-Vorlandes, USA, daß Drucklösung einen Beitrag von bis zu 25% bei der Bildung dieser Falten hat) und (iv) für die Erklärung von Massenverlust bei großräumigen duktilen Deformationen (Ring & Brandon 1999, Ring et al. 2001) (z.B. beträgt der Beitrag der Drucklösung während der tektonischen Entwicklung der Glarus-Überschiebung in den Alpen, Schweiz und des "Franciscan"-Subduktionskomplexes, USA bis zu 36%).

In Gesteinen, die bei niedrig- bis mittelgradigen Bedingungen deformiert wurden, treten Mikrostrukturen, wie undulöse Auslöschung, Subkörner und kristallographische Regelung ("*c-axis fabrics*") (Abb. 1.1a) häufig auf. Sie werden als starker Hinweis für kristallplastische Deformation gedeutet. Es wird angenommen, daß Versetzungskriechen der wichtigste Deformationsprozeß bei der Bildung dieser Strukturen ist. Basierend auf diesen Erkenntnissen werden Festigkeitsprofile der Erde modelliert. Ein vereinfachtes Modell des Festigkeitsprofils der Lithosphäre basiert auf dem plastischen Verhalten von Quarz und Olivin (Abb. 1.1b) (Brace & Kohlstedt 1980, Stüwe 2000). Während man Annimmt, daß Olivin als Hauptbestandteil des oberen Mantels das rheologische Verhalten der unteren Lithosphäre dominiert, modelliert man das Verhalten der Erdkruste mit Hilfe des rheologischen Verhaltens von Quarz. Dies ist insofern nur eine Annahme, weil Quarz nicht der Hauptbestandteil der Erdkruste ist. Allerdings liefert Quarz Daten die eine Abschätzung der Festigkeit der krustalen Gesteine erlauben (Brace & Kohlstedt 1980).

Bei genauerer Betrachtung der Deformationsmikrostrukturen zeigt sich, daß Drucklösung ein sehr wichtiger Prozeß bei ihrer Bildung ist (Passchier & Trouw 1996) aber in den bisher modellierten Festigkeitsprofile der Lithosphäre wird dieser Mechanismus generell nicht berücksichtigt. Ein Grund dafür ist, daß man den Drucklösungsmechanismus bisher nur schlecht versteht und bis jetzt keine zuverlässigen Modelle vorliegen (Spiers & Takeshita 1995, den Brok 1998, Farver & Yund 2000). Es wird immer klarer, daß zeitabhängige "langsame" Kataklyse, die von Lösungs-, Transportprozessen in Lösung und Ausfällungsprozessen kontrolliert wird, bei der Deformation wichtig ist.

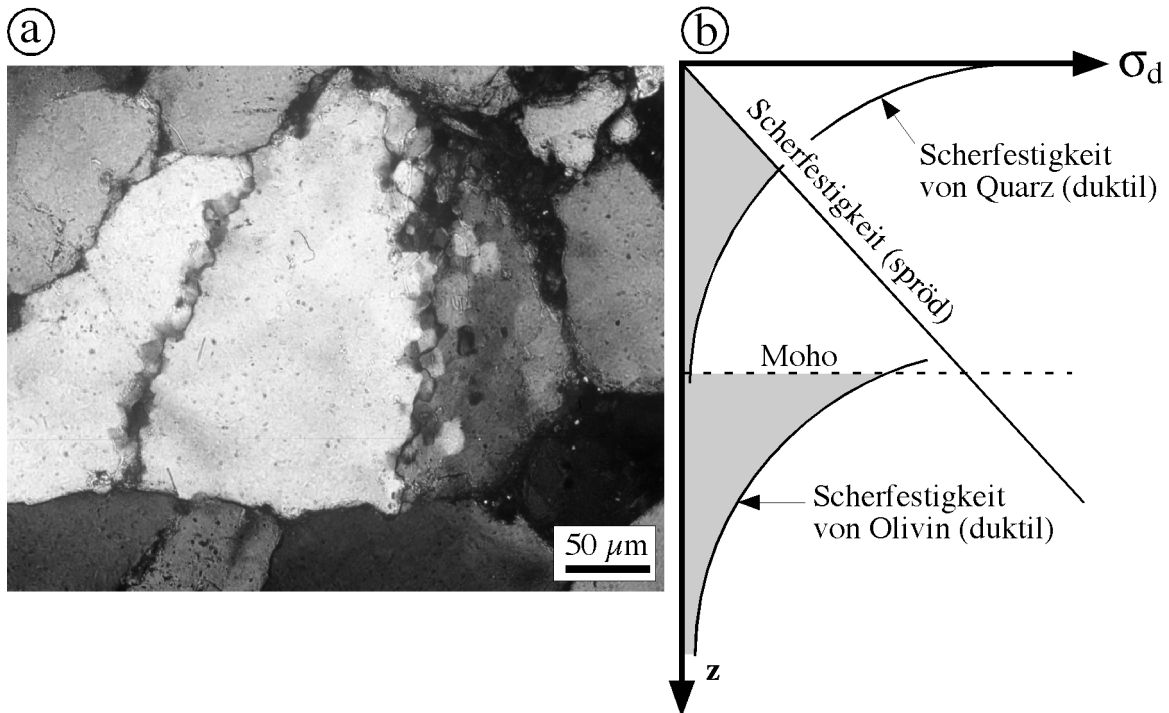


Abbildung 1.1: (a) Mikroskopische Aufnahme unter gekreuzten Nicols eines bei schwach metamorphen oder nicht metamorphen Bedingungen deformierten Quarzarenites aus Jordanien (Probenmaterial von U. Baaske). Im mittleren Korn sind Deformationsstrukturen wie undeulöse Auslöschung und Subkörner zu sehen. (b) vereinfachte schematische Darstellung eines Brace-Goetze-Lithosphären-Festigkeitsprofils; dargestellt ist die Gesteinsfestigkeit als Funktion der Tiefe z ; Festigkeit bei Sprödbrechung (gerade Linie) und duktiler Verformung (gekrümmte Kurven) für Materialkonstanten von Quarz und Olivin (nach Brace & Kohlstedt, 1980, modifiziert von Stüwe, 2000).

1.2 Kataklastik versus Versetzungskriechen

Früher interpretierte man Strukturen wie undeulöse Auslöschung und Subkörner als Ergebnis einer kataklastischen Deformation. Dieser Prozeß war als "kataklastische Zerquetschung", "innere Zertrümmerung" oder "Kataklaststruktur" bekannt (Böhm 1882, Weinschenk 1902, Griggs & Bell 1938, Riley 1947).

Seitdem in der Metallurgie aber ähnliche Mikrostrukturen in Metallen als das Ergebnis von Versetzungskriechen erklärt wurden (60er Jahre), diskutiert man auch in der Geologie die Bildung und Entwicklung von undeulöser Auslöschung und Subkörnern als Folge eines kristallplastischen Verhaltens (Voll 1960). Somit ist die Kataklastik-Theorie als Erklärung für die Ausbildung dieser Strukturen in den Hintergrund getreten.

Die Theorie des "Versetzungskriechens" wurde durch die Anwesenheit von Versetzungen und Versetzungsgittern in natürlich deformierten Quarzen gestärkt, deren strukturelles Aussehen stark kristallplastisch deformierten Metallen ähnelte (McLaren & Hobbs 1972).

Im Gegensatz zu der Theorie, daß undulöse Auslöschung und Subkörner das Ergebnis von Versetzungskriechen als Deformationsmechanismus sind, wurden in den 90er Jahren Argumente geliefert, die wiederum bestätigten, daß die Entstehung und Entwicklung dieser Strukturen doch auch auf die kataklastische Deformation zurückgeführt werden. Beobachtungen in natürlich deformierten Gesteinen mit Mineralen wie Amphibol (Nyman et al. 1992) und Quarz (van Daalen et al. 1999) und in experimentell deformierten Quarzen (den Brok 1992) zeigen, daß undulöse Auslöschung und Subkörner auch durch kataklastische Deformation verursacht werden können. Deformationsversuche mit Analogmaterialien bestätigten diese Beobachtungen. Einkristalle und polykristallinen Proben von Natriumchlorat (ein gut lösliches elastisch/sprödes Salz) konnten duktil deformiert werden (den Brok et al. 1998, Zahid 1998, den Brok et al. 1999a, den Brok et al. 1999b).

1.3 Kataklastose und Drucklösungsmodelle

Kataklastische Deformation wurde als wichtiger Prozeß an Korngrenzen bei Drucklösungs- und Ausfällungsprozessen vorgestellt. Dabei liegen der Drucklösung die fünf folgenden Modelle zugrunde: (i) Diffusion entlang dünner Flüssigkeitsfilme (*thin fluid film model*) (Weyl 1959, Rutter 1976), (ii) dynamisches Insel-Kanal-Modell (*dynamic island channel model*) (Raj 1982), (iii) statisches Insel-Kanal-Modell (*Static island channel model*) (Tada & Siever 1986), (iv) Mikrorisse (*microcraks model*) (Gratz 1991, den Brok 1998) und (v) Kataklastose-Modell (Ostapenko 1968). Auf diese Modelle wird später genauer eingegangen (s. 1.4.3)

Die Versuche von Morel (2000) und den Brok & Morel (2001), in denen das Verhalten von Kaliumalaun-Kristalloberflächen unter Spannung in Kontakt mit einer leicht untersättigten Kaliumalaun-Lösung studiert wurde, zeigten, daß sich in den Oberflächen Lösungsrillen bildeten, angetrieben von der elastischen Verformungsenergie. Die Lösungsrillen bildeten sich auf den Flächen, die parallel zur kompressiven Spannung waren und entwickelten sich im Laufe der Zeit unter Spannung zu Rissen weiter (Morel 2000, den Brok & Morel 2001). Die Vernetzung und Vertiefung dieser Risse verursachte eine kataklastische Deformation der Oberfläche des Kristalls (Abb 1.2a) (Morel 2000). Vergleichbare Strukturen wurden bei der Deformation von Quarz-Einkristallen beobachtet (Abb. 1.2b) (den Brok 1992). In diesen Versuchen fand die kataklastische Deformation jedoch auf der Fläche statt, die senkrecht zur Hauptspannungsrichtung war. Die Entwicklung von Lösungsrillen zu Rissen, die zur Fragmentierung der Oberflächen führt, ist also mit den Modellen (iv) und (v) vereinbar.

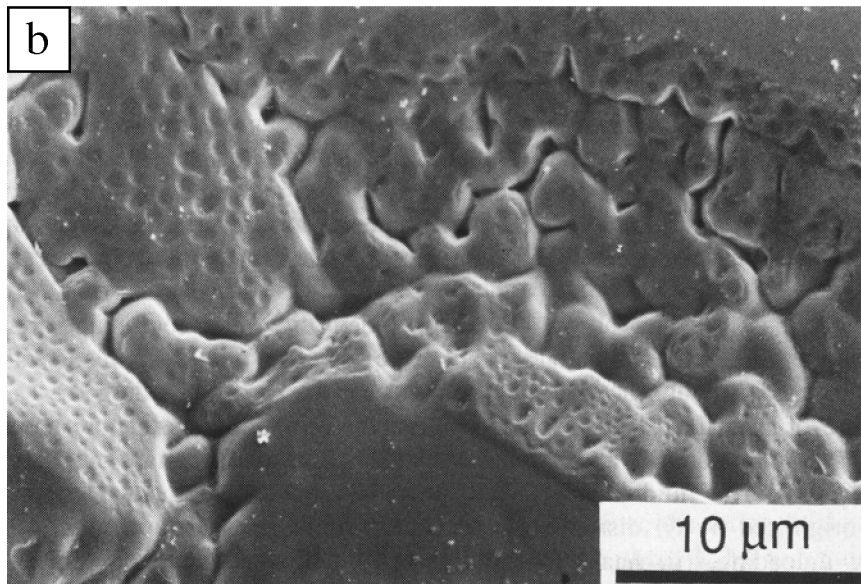
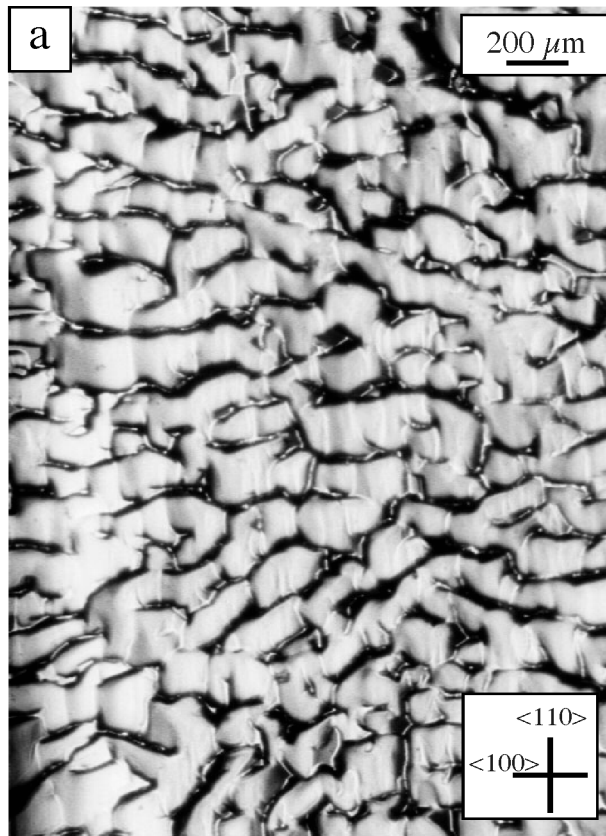


Abbildung 1.2: (a) Mikroskopische Aufnahme einer kataklastisch deformierten Oberfläche eines Kaliumalaun-Kristalls. Der Kristall wurde in Anwesenheit einer leicht untersättigten Kaliumalaun-Lösung bei konstanter Temperatur elastisch uniaxial in vertikaler Richtung gespannt (die Oberfläche des Kristalls ist parallel zur Verkürzungsrichtung bzw. zur Hauptspannungsrichtung). Zu sehen ist die Vernetzung von Lösungsrillen, die zu einer kataklastischen Deformation der Oberfläche führt (nach Morel, 2000).

(b) SEM-Aufnahme einer Oberfläche eines experimentell deformierten Quarzes (die Verkürzungsrichtung ist senkrecht zur Oberfläche). Die Oberfläche, die vor dem Experiment poliert wurde, wurde kataklastisch deformiert. Zu sehen ist die Vernetzung von Lösungsrillen, die die Bildung polygonaler Fragmente auf der Oberfläche verursacht (nach den Brok, 1992).

1.4 Kurze theoretische Einführung

In diesem Unterkapitel wird ein allgemeiner, theoretischer Überblick über die Prozesse und Mechanismen gegeben, die während der Deformation der Proben im Rahmen dieser Arbeit stattgefunden haben.

Deformationsprozesse können unterteilt werden in spröde Prozesse, bei denen die Reibung dominiert, und in duktile Prozesse, bei denen viskoses Fließen dominiert. Bei spröder Deformation spielt die effektive Normalspannung, d.h. die Differenz zwischen Normalspannung und Porendruck, die zentrale Rolle. Bei duktiler Deformation dagegen spielen Temperatur, effektive deviatorische Spannung und Deformationsrate die Hauptrollen. Somit können, bei identischen Gesteinstypen, spröde Deformationsprozesse dem oberflächennahen, schneller deformierenden und/oder unter hohen Porendrücken stehenden Bereich zugeordnet werden, während duktilen Deformationsprozesse dementsprechend in tieferen, wärmeren, langsamer deformierenden und/oder unter niedrigerem Porendruck stehenden Bereichen von Bedeutung sind. Innerhalb einer bestimmten Gesteinsart wird die Tiefe, wie auch die Dicke der Übergangszone zwischen spröder und duktiler Deformation, durch die obigen Parameter oder durch den absoluten Scherbetrag gegeben. Bei identischen Umgebungsbedingungen (geothermischer Gradient, Verformungsrate, Porendruck) ist die Tiefe der Übergangszone materialabhängig und kann zwischen einigen Dutzend Metern (z.B. Hangrutschung, Eisgletscher und Salz) und mehreren Dutzend Kilometern (z.B. Peridotite) variieren. Diese Übergangszone wird i.a. mit der Grenze zwischen seismischer und aseismischer Deformation gleichgesetzt (Sibson 1982, Schmid & Handy 1991, Renner & Rummel 1996). Gemäß dieser Gliederung können Sprödbüche eindeutig dem reibungsdominierten Bereich zugeordnet werden.

Betrachtet man nun das Resultat der bleibende Verformung, wird hier konventionell zwischen spröder und duktiler Deformation unterschieden. Bei der spröden Deformation ist die gesamte, bleibende Verformung eines Gesteins in einer oder mehreren diskreten kohäsionslosen Zonen konzentriert, während bei der duktilen Deformation eine breitere Zone (in der Regel ohne Kohäsionsverlust) verformt wurde. Nach dieser Definition kann die diskrete Bruchfläche, also der Sprödbuch, eindeutig dem spröden Bereich zugeordnet werden. Die kataklastische Deformation hingegen ist nicht eindeutig. Je nach betrachtetem Maßstab, bzw. der syn- und postkynematischen Geschichte der Störungszone muss oder kann sie als spröd oder duktil betrachtet werden. Die kataklastische Deformation wird meist dem duktilen Feld zugeordnet (Schmid & Handy 1991). Wichtigste Kriterien für diese Zuordnung sind dabei die über eine breitere Zone als homogen betrachtete Verformung und das Erreichen des Gleichgewichtsfließens (*steady state*).

Im allgemeinen kann diese Unterteilung und die Zuordnung des kataklastischen Fließens nur bezüglich eines allgemeinen Tiefenprofils der Erde und den damit gebundenen Variablen (Kohäsion, Spannung, Temperatur) gelten. In der Natur findet man jedoch bei Gesteinen, die unter sehr niedriggradigen Bedingungen (Diagenese - oberflächennahe Oberkruste der Erde) deformiert wurden, Deformationsstrukturen (wie u. a. Risse, kataklastische Fragmente), die meist als Folge von Deformationsereignissen tieferen Erdkrustenbereichen zugeordnet werden.

Meist sind in den gesteinsbildenden Mineralen (wie Quarz und Feldspat) in den oberflächennahen Bereichen Mikrostrukturen wie Stylolite und konkav/konvexe Korn-Korn-Kontakte typisch. Jedoch weisen diese Gesteine auch Strukturen auf, die auf kristallplastische Deformationen zurückgeführt werden können. Eine dieser Strukturen ist die Bildung subkornähnlicher Fragmente am Korn-Kontaktbereich bei höherer lokal kompressiver Spannung. Ihre Bildung ist eindeutig auf die Entstehung und Vernetzung von Mikrorissen zurückzuführen. Die Mikrorisse ihrerseits können nicht auf das Sprödverhalten des Materials zurückgeführt werden, weil sie zeitabhängig gebildet worden sind. Hier tritt der Stresskorrosionsprozeß als dominanter Prozeß für die Bildung dieser Mikrorisse in den Vordergrund.

Im allgemeinen können die Rißbildungsprozesse in zwei Kategorien unterteilt werden: in zeitunabhängige und in zeitabhängige Rißbildungsprozesse.

1.4.1 Zeitunabhängige Rißbildung

Zeitunabhängige Rißbildung wird mit dem spröden Materialverhalten und mit der Spannung in Verbindung gebracht (Tapponier & Brace 1976, Costin 1983). Der Ausgangspunkt und das Wachstum der Risse dieser Kategorie sind durch die lokale Zugspannung oder auch Scherspannung induziert und kontrolliert (Hillig & Charles 1965, Anderson & Grew 1976, Costin 1983). Die Ausbreitung und das Wachstum extensionaler Mikrorisse wird als dominanter Prozeß bei der kurzzeitigen Deformation und dem Versagen spröder Gesteine unter kompressiver Belastung angesehen (Tapponier & Brace 1976).

Nach der Griffith-Theorie ist die, für die Fortpflanzung eines schon existierenden Extensionsbruchs notwendige kritische Zugspannung (σ_c) von der Länge des Mikrorisses und von der Oberflächenenergie der neuen Oberfläche, die bei der Rißausbreitung entsteht, abhängig (Anderson & Grew 1976, Eibacher 1991). Es gilt:

$$(1.1) \quad \sigma_c \geq K \sqrt{\frac{\gamma}{L}}$$

K: Materialkonstante pro Flächeneinheit [m^{-2}]

γ : Oberflächenenergie [Nm^{-1}]

L: halbe Rißlänge [m]

Die Griffith-Theorie zeigt, bei gleichbleibender Größe und Richtung der Spannung, daß durch den Vorgang der Rißausbreitung (d.h. in der Gleichung wird L größer), der Prozeß selbstverstärkend wirkt, und im Endstadium, bei Geschwindigkeiten bis zu Schallgeschwindigkeit, explosionsartig verläuft (Anderson & Grew 1976). Die Rißausbreitungsgeschwindigkeit wird durch die elastischen Eigenschaften des Materials kontrolliert (Das & Scholz 1981). Die resultierenden Risse sind häufig uneben und muschelartig. Ferner zeigt die Griffith-Theorie, daß eine Spannung, die nur infinitesimal kleiner ist als der kritische Griffith-Betrag σ_c , vom Material (theoretisch) unendlich ausgehalten wird (Berry 1972).

1.4.2 Zeitabhängige Rißbildung (Stresskorrosion)

Viele Materialien weisen aber zeitabhängige Mikrorißbildung auf, wenn eine statische Auflast auf diese ausgeübt wird. Dabei wird eine chemische Reaktion, deren Geschwindigkeit unter anderem von der Größe der Spannung abhängt, aktiviert (Lajtai & Bielus 1986). Diese Materialien brechen nach einem Zeitintervall, das invers proportional zur Größe der Auflast ist (Anderson & Grew 1976). Der chemisch kontrollierte Mikrorißbildungsprozeß unter Einwirkung einer mechanischen Spannung ist auch unter dem Begriff Stresskorrosion bekannt.

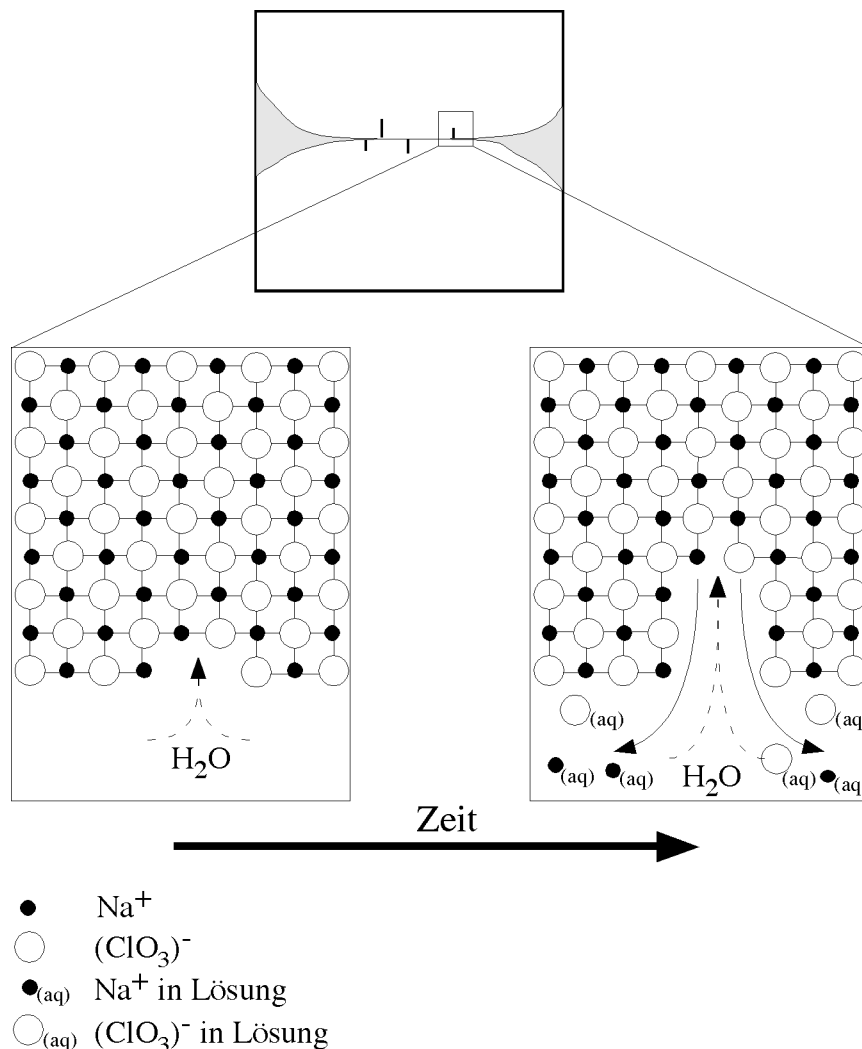


Abbildung 1.3: Schematisierte Darstellung des zeitabhängigen Rißbildungsprozesses: bei konstanter subkritischer Spannung reagiert Wasser mit dem Kristall und löst Material durch Hydrolysereaktionen, da wo die Spannung am höchsten ist, heraus.

Bei zeitabhängiger Rißbildung haben mehrere Mechanismen bei der Verformung eines Körpers durch Rißausbreitung einen Anteil (Abb. 1.3) (Lajtai & Bielus 1986): (i) Reagenztransport zur Reaktionsstelle, (ii) chemische Reaktion und (iii) Brechen korrodierter Bindungen, nachdem die Reaktion vollzogen ist. Chemische Reaktionen sind oberflächenkontrolliert und energie-tisch aktiviert (Hillig & Charles 1965). Also ist auch der Stresskorrosionsprozess

energetisch aktiviert. Diese Aktivierungsenergie ist spannungssensitiv und somit läuft die Reaktion dort am schnellsten ab, wo die Spannung am größten ist (Wiederhorn & Bolz 1970). Der Effekt der Spannung auf Stresskorrosionsprozesse wird der lokalen Zugspannung zugeschrieben. Diese Zugspannung erhöht die interatomaren Abstände und somit wird die chemische Reaktion (Lajtai & Bielus 1986) besonders entlang Flächen mit niedrig indizierten Orientierungen (Herring 1951) erleichtert. Stresskorrosion wirkt also bevorzugt und schnell an Stellen, auf denen die Zugspannung am höchsten ist. In natürlichen Materialien ist die Verteilung der Spannung auf ihrer Oberfläche meist inhomogen, da die Oberfläche selbst nicht homogen ist (Srolovitz 1989).

Laut Srolovitz (1989) kann die Oberfläche ihr Gleichgewicht erreichen, indem sie ihre Struktur ändert. Die Änderung der freien Energie (ΔF) für einen Wechsel von einer ebenen Fläche zu einer welligen Fläche mit einer Amplitude c und einer Wellenlänge l kann nach Srolovitz (1989) durch folgende Gleichung näherungsweise beschrieben werden:

$$(1.2) \quad \Delta F = \frac{(c\lambda\sigma^2)}{4E} + 2c\gamma$$

wobei ist σ die Differentialspannung, γ die Oberflächenenergie und E das Young-Modul.

Die kritische Wellenlänge, das ist die Wellenlänge die $\Delta F = 0$ entspricht, ergibt sich dann aus:

$$(1.3) \quad \lambda_c = \frac{(8\gamma E)}{\sigma^2}$$

Es können sich an diesen Inhomogenitäten Mikrorisse bilden (Wang & Suo 1997). Die Oberflächeninhomogenität wird u. a. durch alte Mikrorisse, Defekte, Ritzen (Hillig & Charles 1965), Lösungsrillen (Barvosa-Carter et al. 1998, Leroy & Heidug 1994, Gal et al. 1998, den Brok & Morel 2001) und Flüssigkeitseinschlüsse verursacht. Diese Strukturen spielen auch die Rolle von Spannungskonzentratoren.

Computermodellierungen von Norris & Vermula (1998) haben aber gezeigt, daß eine initial leicht inhomogene Fläche nicht nur bei Extension sondern auch bei Kompression die Bildung von Lösungsrillen bei Oberflächendiffusion zeigt, die sich bei konstanter Spannung zeitabhängig vertiefen (Abb. 1.4). den Brok & Morel (2001) habe auch experimentell gezeigt, daß sich Material das in den Bereichen höherer Spannung (Vertiefungen) auflöst, in die Lösung diffundiert und in den Bereichen niedrigerer Spannung (Inseln) präzipitiert.

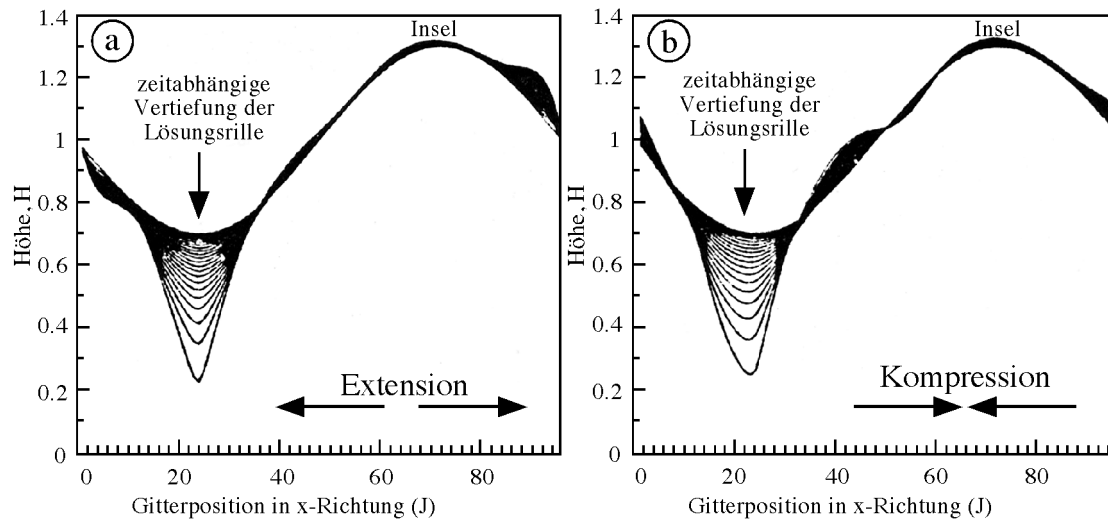


Abbildung 1.4: Modelldarstellung des Verhaltens einer Kristalloberfläche in Kontakt mit einer Lösung unter konstanter, horizontaler Spannung (a) bei Extension (b) bei Kompression. In beiden Fällen entwickelt sich zeitabhängig eine Lösungsrille. Das Material löst sich im Bereich dieser Rille, diffundiert in der Lösung und präzipitiert im Bereich der Insel (nach Norris & Vermula, 1998).

Die Reaktionsgeschwindigkeit, die durch die Spannung erhöht wird, kann aufgegliedert werden in (i) eine Erhöhung der treibenden Kräfte und (ii) eine Erniedrigung der Energiebarrieren (Hillig & Charles 1965). Diese Änderungen wirken besonders an den Spitzen der Mikrorisse, deren Geometrie sich während der Vertiefung der Risse ändern kann. Somit ist die Reaktionsgeschwindigkeit nicht nur von der lokalen Zugspannung sondern auch von der Krümmung der Mikrorisspitze abhängig (Hillig & Charles 1965).

Da die Spannung hier subkritisch ist, d.h. unterhalb der kritischen Spannung liegt, bei der zeitunabhängige Rißbildung auftreten würde, und das Material nicht plastisch deformiert, ist hier die elastische Verformungsenergie die treibende Kraft bei der Aktivierung und dem Verlauf dieses Prozesses. Bei der Ausbreitung der Mikrorisse können diese bei einer Entlastung und nach dem Erreichen eines Gleichgewichtszustandes nur dann wieder heilen, wenn die Oberflächenenergie der Seitenwände der Mikrorisse sehr hoch ist (Hillig & Charles 1965, Anderson & Grew 1976). Ursache dafür ist, daß diese Flächen nur erhalten werden können, wenn ihre Oberflächenenergie hinreichend klein ist (Herring 1951).

Durch Vertiefung, Ausbreitung und Vernetzung der Mikrorisse kann die kataklastische Deformation des Materials gesteuert werden (den Brok et al. 1998). Allgemein kann die zeitabhängige Deformation eines Materials durch eine spannungskontrollierte, zeitabhängige und wahllose Ausbreitung von einzelnen Rissen in diesem Material verursacht werden (Costin 1983)

Zeitabhängige Stresskorrosionprozesse und Strukturen, die damit verbunden sind, wurden in verschiedenen natürlichen Materialien beobachtet und studiert wie z.B. in Si-reichen Gesteinen (Anderson & Grew 1976), Glas (Wiederhorn & Bolz 1970), reinem Quarz (Martin 1972, Martin & Durham 1975, Atkinson & Meredith 1981), bei Andesiten und Basalten (Waza et al. 1980) und bei Amphibolen und Biotiten (Kerrick et al. 1981).

Die oben genannten Auflösungs- und Riausbreitungsprozesse beschreiben genau die Phnomene, die unter dem Namen Drucklsung zusammengefat werden. Der Unterschied liegt darin, da hier ein Ri an einem Punkt propagiert, in dem die Spannung konzentriert ist. Bei Drucklsungsprozessen wird dagegen eine ganze Flche betrachtet, auf der die genannten Mechanismen ablaufen. Die Stresskorrosion lt sich somit auch durch die Prozesse, die bei der Drucklsung ablaufen, beschreiben.

1.4.3 Drucklsungs- und Ausfllungsprozesse

Drucklsungs- und Ausfllungsprozesse sind wichtige Prozesse bei der duktilen Deformation vom diagenetischen bis zum mittelgradig metamorphen Bereich in der oberen Erdkruste (Gratier & Guiguet 1986, Tada & Siever 1989, Passchier & Trouw 1996, den Brok et al. 1998). Dabei geht Material in den Bereichen der Gesteine in Lsung, die unter Spannung stehen. Es diffundiert durch intergranulare Flssigkeiten und fllt in Bereichen niedrigerer Spannung aus. Diese Prozesse (Drucklsung s.s. und Ausfllung) werden im allgemeinen unter dem Begriff Drucklsung s.l. zusammengefat. Drucklsung s.l. ist ein wichtiger Proze bei der Kompaktion und Deformation (Sprunt & Nur 1977, Tada & Siever 1989). Sie spielt auch eine groe Rolle bei der Heilung von Rissen und Strungen. Sie wird in Anwesenheit von Tonmineralen und Glimmern in Gesteinen besondersverstrkt (Schwarz & Stckhert 1996, Rutter & Wanten 2000). Man nimmt an, da Drucklsung durch Unterschiede in der Normalspannung an Korngrenzen (Paterson 1973, Lehner 1995) oder durch Unterschiede in den kristallplastischen Verformungsenergien (Bosworth 1981, Tada & Siever 1989) angetrieben wird. Dagegen zeigen die experimentellen Ergebnisse von (den Brok et al. 1998, den Brok et al. 1999a, den Brok et al. 1999b, Morel 2000, den Brok & Morel 2001), da Unterschiede in den elastischen Verformungsenergien eine wichtige Rolle im Drucklsungsproze spielen knnen. Meistens wird angenommen, da diese Unterschiede keine treibende Rolle bei Deformationen, die im Drucklsungsregime stattfinden, spielen (Paterson 1973, Shimizu 1995, Gal & Nur 1998). Die Theorie zeigt, da bei gleicher Spannung der Sprung der Potentialenergie, der mit den Unterschieden in der Normalspannung oder in der plastischen Energie assoziiert ist, um zwei bis drei Grenordnungen hher ist als der, der mit dem elastischen Energieunterschied einhergeht (Paterson 1973, Shimizu 1995). Jedoch wurde demonstriert, da die elastische Verformung einen strkeren Einflu auf das Wachstum und die Auflsung von Kristallen in Lsung haben kann, als theoretisch angenommen wird (Ristic et al. 1997a, Ristic et al. 1997b). Der Mechanismus der Drucklsung ist bisher immer noch nicht gengend verstanden und die treibenden Krfte, die ihn kontrollieren, sind ebenfalls noch nicht gut definiert. Bis jetzt sind aber verschiedene Modelle vorgeschlagen worden, die den Drucklsungsmechanismus in nasen-, polykristallinen Aggregaten beschreiben.

Modell 1: Diffusion entlang dnner Flssigkeitsfilme (*thin fluid film model*) (Weyl 1959)

Hierbei wird angenommen, da die Korn-Korn-Kontakte glatt sind. Sie sind mit einem dnnen Flssigkeitsfilm belegt. Dieser Film steht unter Spannung und spielt die Rolle eines Diffusionsmilieus. Die Auflsung findet an Korn-Korn-Kontaktbereichen in dem Flssigkeitsfilm statt. Das aufgelste Material diffundiert entlang des Flssigkeitsfilms in Richtung des Porenraums, der unter niedrigerer Spannung steht.

Modell 2: Dynamisches Insel-Kanal-Modell (*dynamic island channel model*) (Raj 1982)

In diesem Modell wird angenommen, daß der tatsächliche Kontakt zwischen den Körnern die Form von Inseln hat, wobei diese Inseln die effektive Spannung aufnehmen. Das Material löst sich an diesen Inseln und diffundiert in die sich in den Kanälen befindende Flüssigkeit. Die Kanäle nehmen dabei den Raum zwischen den Inseln ein. Ist eine Insel aufgelöst, bildet sich eine neue und übernimmt die Spannung. So wird die Struktur der Korn-Korn-Kontakte dynamisch verändert.

Modell 3: Statisches Insel-Kanal-Modell (*Static island channel model*) (Tada & Siever 1986)

In diesem Modell wird angenommen, daß die Drucklösung eine Kombination von einer stetigen, plastischen Deformation an Korn-Korn-Kontaktbereichen und von Drucklösung s.s. an freien Flächen am Rand dieser Bereiche ist. Infolge der Auflösung wird der Kontakt kleiner und somit erhöht sich die Spannung. Die Spannungserhöhung verursacht nun ihrerseits eine plastische (Tada & Siever 1986) Deformation des Kontaktbereiches. Dieses Modell ist mit dem sogenannten undercutting Modell vergleichbar.

Modell 4: Mikrorisse (*microcracks model*) (Gratz 1991)

In diesem Drucklösungsmodell wird die gleiche Struktur der Korn-Korn-Kontakte wie bei dem statischen Insel-Kanal-Modell angenommen. Allerdings besitzen die Kanäle hier Stellen, an denen sich Mikrorisse gebildet und weiterentwickelt haben. Diese Mikrorisse bilden sich immer senkrecht zu den Korngrenzen (den Brok 1998).

Modell 5: Kataklyse-Modell (Ostapenko 1975) (Abb. 1.5)

In diesem Modell wird angenommen, daß die Korn-Korn-Kontakte kataklastisch deformiert werden und die Oberflächenenergie der neu entstandenen Fragmente eine aktive Rolle während der Deformation spielen. Die kleinen Fragmente haben eine höhere Oberflächenenergie und lösen sich - gemäß dieses Modells - schneller.

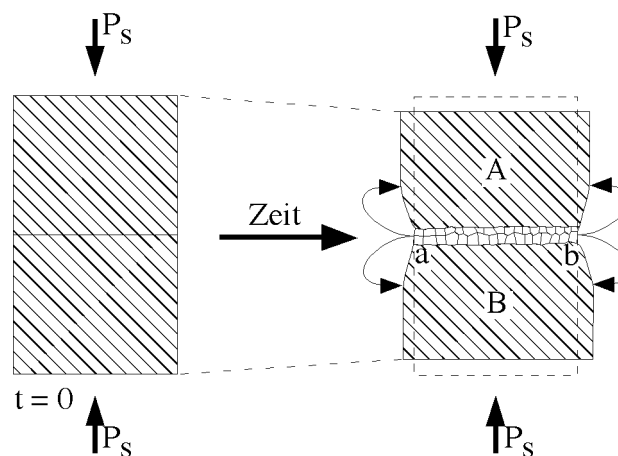


Abbildung 1.5: Schematische Darstellung des Ostapenko-Modells. Zu sehen ist die Bildung einer Fragmentzone zwischen zwei gegeneinander gestressten Kristallen bei konstanter Spannung.

A,B) oberer und unterer Kristall; ab) Fragmentzone am Kontaktbereich. Die Pfeile zeigen den Materialtransfer vom Kontaktbereich zu den Außenseiten der Kristalle (nach Ostapenko, 1968).

1.5 Zielsetzung

Zur Fragestellung dieser Arbeit gehörte, ob bei duktiler Deformation von einem elastisch/spröden Analogmaterial bei annähernd natürlichen Bedingungen in Anwesenheit von Wasser kataklastische Mikrostrukturen entstehen können. In diesem Zusammenhang sollte untersucht werden, wie sie sich bilden und entwickeln. Ein weiteres Untersuchungsziel war, ob andere Deformationsprozesse neben der Kataklastik, während der Deformation, eine Rolle spielen. Besonderes Augenmerk lag dabei auf dem Verhalten der Korngrenzen während der duktilen Deformation der Proben. Basierend auf den Ergebnissen von (Morel 2000, den Brok & Morel 2001) den Kenntnissen über Stresskorrosion und dem Deformationsmodell von (Ostapenko 1968) sollte versucht werden, ein Deformationsmodell mit Hilfe der Versuchsreihen, die in dieser Arbeit vorgestellt werden, zu entwickeln.

Als erstes wird in Kapitel 2 das Versuchsmaterial und die Gründe für die Auswahl dieses Materials als Gesteinsanalogon erläutert. Hier werden die physikalischen und chemischen Eigenschaften des Natriumchlorats (NaClO_3) präsentiert und die Vorbereitung dieses Versuchsmaterials für die Versuche vorgestellt. Bei der Durchführung dieser Versuche wurden zwei Versuchsmethoden angewendet: die *Triaxial*- und die *in situ*-Methode. Zuerst wird in Kapitel 3 der Versuchsaufbau der Triaxialversuche vorgestellt. Bei diesen Versuchen wurde der Mantel- druck kontrolliert. Die Verformungsrate und die Temperatur wurden während des Versuchsverlaufs konstant gehalten. Die mechanischen Daten aus diesen Versuchen werden anschließend vorgestellt. Diese Methode lieferte mechanische Daten, die Informationen über das rheologische Verhalten der Proben bei nasser Deformation enthalten. Der Nachteil dieser Methode liegt darin, daß nur von einem Stadium strukturelle Informationen der Deformation gewonnen werden können. Um diese Problematik zu umgehen, wurde die *in situ*-Methode benutzt, die in den Kapiteln 4 und 5 vorgestellt wird. Zuerst wird in Kapitel 4 der Versuchsaufbau erläutert, in dem die Probe in reiner Scherung deformiert wurde. Bei dieser Methode konnten keine hohen Verformungen erreicht werden, aber die zeitabhängige, kataklastische Deformation der Körner konnte dokumentiert werden. Stresskorrosionsprozesse haben bei dieser Deformation die Hauptrolle gespielt.

Um die Strukturen und Prozesse, die im Bereich der Korn-Korn-Kontakte zweier gegeneinander gespannter Körner stattfinden, zu verstehen und zu dokumentieren, wurden *in situ*-Indentationsversuche durchgeführt. Die Ergebnisse dieser Versuchsreihe wird im Kapitel 5 vorgestellt. Im letzten Kapitel dieser Arbeit werden die Ergebnisse zusammengefaßt und interpretiert.

Kapitel 2

Versuchsmaterial

2.1 Einleitung

Bei der Modellierung der duktilen Deformation der oberen Erdkruste wird im allgemeinen angenommen, daß das rheologische Verhalten visko-plastisch ist. Dabei gehören Drucklösungs- und Fällungsprozesse zu den wichtigsten und häufigsten duktilen Deformationsmechanismen nasser, oberkrustaler Gesteine unterhalb ihrer spröden Festigkeitsgrenze (Groshong 1988, Tada & Siever 1989). Deshalb wird in dieser Studie ein Material benutzt, das sich unter Raumtemperatur und Atmosphärendruck so verhält, daß man bei seiner Kompaktion und Deformation visko-plastisches Verhalten simulieren kann. Es handelt sich hierbei um Prozesse, die bei der Kompaktion und Deformation natürlicher Gesteine unter schwachen bis mittelgradigen Bedingungen vorherrschen, also Drucklösung, Ausfällung und zeitabhängige kataklatische Deformation. Im Mittelpunkt des Interesses stehen Mikrostrukturen, die sich bei der Deformation der oberen Erdkruste ausbilden und ihre Entwicklung. Weiterhin lag das Augenmerk auf Prozessen, die die entstandenen Deformations-Mikrostrukturen verursachen.

Das für die Simulation gewünschte Material sollte nicht kristallplastisch deformieren. Der Grund dafür ist, daß die Rolle und die Nachwirkungen einer unerwünschten kristallplastischen Deformation ausgeschlossen werden sollten.

Die meisten experimentellen Untersuchungen, die für das Verständnis der Drucklösungs- und Fällungsprozesse durchgeführt worden sind, wurden mit NaCl als Analogmaterial gemacht (z.B. Bosworth 1981, Raj 1982, Tada & Siever 1986, Spiers et al. 1990, Hickman & Evans 1991, Schutjens 1991, Gratier 1993). NaCl deformiert bereits unter sehr niedrigen Differentialspannungen plastisch (ca. 0.5 MPa, Davidge & Pratt (1964)). Aufgrund dieser Eigenschaft ist Kochsalz für diese Fragestellung nicht geeignet.

Natriumchlorat (NaClO_3) wurde benutzt, da es sich bei Deformation nur elastisch oder spröde verhält. Weiterhin ist NaClO_3 gut löslich und weist schnelle Lösungs- und Wachstumsgeschwindigkeiten auf, so daß Drucklösungs- und Fällungsprozesse relativ schnell vonstatten gehen.

Als Probenmaterial wurde NaClO_3 der Firma Merck (reines NaClO_3 ; Produktnummer 1.06420)

2.2 Nasse NaClO_3 -Aggregate als Gesteinsanalogsystem

Unter Bedingungen, in denen Deformation infolge diffusiven Transports durch eine flüssige Phase resultiert, ist ein System aus Salz mit seiner gesättigten Lösung ein gutes Analogsystem. Es simuliert die Bedingungen in der Erdkruste, da auch Minerale im Kontakt mit einer flüssigen Phase stehen (z.B. Quarz + Porenwasser). Die Hauptvorteile eines Systems aus Salz plus gesättigter Lösung liegen an den einfach realisierbaren Bedingungen der Experimente (Raumtemperatur, niedrige Spannung und Manteldruck). NaClO_3 als geeignetes Salz wurde

nicht nur wegen seiner physikalischen Eigenschaften (s. nächstes Unterkap.) sondern auch wegen der Schnelligkeit seiner Auflösungs- und Präzipitations-Kinetik sowie seiner hohen Löslichkeit (98.2 g in 100 g Wasser bei 20°C) gewählt (Meyer 1928). Diese Eigenschaften machen die Beobachtung von signifikanten Massenstransferstrukturen unter kleineren treibenden Kräften und in kürzerer Zeit möglich.

2.3 Physikalische Eigenschaften des NaClO₃

NaClO₃ ist kubisch, farblos und optisch isotrop. Seine kristallographische Form gehört zur Raumgruppe P2₁3 (a=6.575Å). Es wird in der Kristallographie als sprödes Endglied zur Untersuchung kristallplastischer Verformungseffekte auf das Kristallwachstum und die Lösung benutzt (Ristic et al. 1988, Ristic et al. 1997a, Ristic et al. 1997b, Morel & den Brok 2001).

Seine Elastizitätskonstanten variieren laut Literatur wie folgt:

$s_{11} = 2.2890-2.4600 \times 10^{11} \text{ N/m}^2$; $s_{12} = -0.5043-1.2500 \times 10^{11} \text{ N/m}^2$ und $s_{44} = 8.5470-8.3600 \times 10^{11} \text{ N/m}^2$ (Viswanathan 1966, Simmons & Wang 1971).

Es läßt sich nach der Formel für ein kubisches, isotropes Material mit einem Young-Modul von $42.17 \pm 1.5 \text{ GPa}$ wie folgt berechnen:

$$(2.1) \quad E = \frac{1}{s_{11}} \quad (\text{Nye 1992})$$

In der Literatur wird für ein NaClO₃-Aggregat der Wert für das Young-Modul zwischen $27.4 \text{ GPa} \geq E \geq 36.2 \text{ GPa}$ angegeben (Simmons & Wang 1971). Ein Grund für diese große Streuung könnte sein, daß die Geometrie des Aggregates (Korngröße, Kornform und Porosität) nicht berücksichtigt wurde.

Für kompaktierte NaClO₃-Aggregate könnte nach der Modellgleichung der gesamte Young-Modul berechnet werden, wobei angenommen wird, daß die Geometrie der Körner sphärisch ist:

$$(2.2) \quad E_{(\text{Ges.})} = E_{(\text{NaClO}_3)} (1 - C_D^{2/3})^{1.21} \quad (\text{Boccaccini et al. 1993})$$

(wobei $E_{(\text{Ges.})}$ der Young-Modul der gesamten Probe ist, $E_{(\text{NaClO}_3)}$ der Young-Modul von NaClO₃-Einkristallen, C_D der Volumenanteil der Porosität).

Für einen Porositätsbereich von 3 bis 9%, in dem auch die Porosität der in der vorliegenden Arbeit deformierten Proben liegt, erhält man ein Gesamt-Young-Modul von $37.29 \pm 1.5 \text{ GPa}$ bis $32.15 \pm 1.5 \text{ GPa}$.

NaClO_3 verhält sich unter Normalbedingungen (Raumtemperatur und atmosphärischem Druck) spröde und deformiert nicht kristallplastisch (von Engelhardt & Haussühl 1965, Haussühl 1983). Seine Vickershärte beträgt 117 kg/mm^2 , bezüglich der Fläche $\{100\}$. Sie ist mit der Vickershärte von Calcit (124 kg/mm^2) vergleichbar und wesentlich höher als die von NaCl (17 kg/mm^2) (von Engelhardt & Haussühl 1965, Haussühl 1983).

NaClO_3 ist gut löslich. Bei 25°C und 0.1 MPa beträgt seine Löslichkeit (C in Molenanteil) etwa 0.18. Sie ist wesentlich höher als die von NaCl ($C_{\text{NaCl}} \approx 0.11$ Meyer (1928)). Das Molekulargewicht von NaClO_3 beträgt 106.44 g/mol , sein Molarvolumen beträgt $4.2747 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{mol}$ und seine Dichte bei 20°C 2.490 g/cm^3 . Der Diffusionskoeffizient des Natriumchlorates beträgt $1.5 \times 10^{-5} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$ (Wang & Hu 1996). Das Wachstum und die Auflösung in einer gesättigten bzw. in einer untersättigten Lösung werden durch Diffusionsprozesse kontrolliert (Simon 1978, Clydesdale et al. 1998).

Der Koeffizient der Grenzflächenkinetik (interface kinetics coefficient) für die Fläche $\{100\}$ des Natriumchlorates ist $k \approx 30 \text{ } \mu\text{m/s}$ (wobei k die Grenzflächengeschwindigkeit bei einer thermodynamisch treibenden Kraft von 1 RT J/mol ist) (Chen et al. 1979, Wilcox 1993).

2.4 Vorbereitung des Natriumchlorats für die verschiedenen Versuche

Für alle Versuche wurde das NaClO_3 -Kornaggregat in seinem Originalzustand benutzt; d.h. das Aggregat wurde nicht zusätzlich behandelt (z.B. durch Trocknen, Reinigen von kleinen Partikeln, Kornrundung und Heilen der mechanischen Defekte).

Im Rahmen der Probenvorbereitung der Versuche, bei denen kompaktierte Proben deformiert wurden, wurde das Kornaggregat in folgende Kornfraktionen abgesiebt: $106\text{-}150 \text{ } \mu\text{m}$, $150\text{-}180 \text{ } \mu\text{m}$, $180\text{-}212 \text{ } \mu\text{m}$, $212\text{-}250 \text{ } \mu\text{m}$, $250\text{-}500 \text{ } \mu\text{m}$, $500\text{-}1000 \text{ } \mu\text{m}$ und $1000\text{-}2000 \text{ } \mu\text{m}$.

Für die jeweilige Versuchsart wurde eine bestimmte Menge aus einer oder mehrerer Kornfraktionen entnommen, gewogen und dann einer weiteren, für den Versuch speziellen Vorbereitung, unterzogen.

Für die Indentationsversuche wurden NaClO_3 -Einkristalle benutzt. Die Kristalle wurden bei Raumtemperatur durch langsames Verdampfen einer NaClO_3 -gesättigten Lösung gezüchtet.

Das Züchten eines 1 cm^3 großen NaClO_3 -Einkristall dauerte 3 bis 4 Tage. Weiterhin wurde für die Vorbereitung der Proben der verschiedenen Versuche und die Durchführung der Versuche eine bei Raumtemperatur NaClO_3 -gesättigte Lösung hergestellt.

Kapitel 3

Triaxial-Versuche

3.1 Einleitung

Bei der Modellierung der Deformation der Erdkruste wird im allgemeinen angenommen, daß kristallplastische Verformung einer der dominanten Prozesse unter den duktilen Verformungsmechanismen ist. Aber die Änderungen des Volumens und der Chemie, die die Entwicklung duktiler Scherzonen begleiten, deuten darauf hin, daß die Aktivität von Fluiden und der Massentransport in Lösung ebenfalls wichtige Prozesse sind. Die Annahmen, daß kristallplastische Deformationsprozesse wichtig sind, basiert vor allem auf der Interpretation von Deformationsmikrostrukturen und Gitterregelungen. Bons und den Brok (2000) zeigen, daß Gitterregelung auch durch Drucklösung möglich ist. Generell wird die Entstehung und Entwicklung dieser Strukturen auf kristallplastische Verformung zurückgeführt. Es geht dabei um Mikrostrukturen wie z.B. undulöse Auslöschung, Subkörner und rekristallisierte Körner. Diese Mikrostrukturen sind in den meisten duktilen Scherzonen der kontinentalen Kruste reichlich vorhanden. Solche Scherzonen zeigen meist auch Mikrostrukturen, die eindeutig auf Drucklösungsvorgänge hinweisen (z.B. Druckschatten, Wachstumsfasern, Schieferung). Traditionell nimmt man dies als Indiz dafür, daß in solchen Fällen beide Mechanismen aktiv waren. Es ist aber gut möglich, daß in diesen Fällen fast nur Drucklösung von Bedeutung war, weil die Deformationsbedingungen, die in der oberen Erdkruste vorherrschen, eher den Randbedingungen der Drucklösung entsprechen als denen der kristallplastischen Deformation.

Die Aufgabe der vorliegenden Arbeit war es, duktile Scherzonen im Druck-lösungsregime unter Bedingungen zu untersuchen, bei denen die Beteiligung kristallplastischer Deformationsprozesse ausgeschlossen ist. Zu diesem Zweck wurde Natriumchlorat als Gesteinsanalogmaterial benutzt, da dieses Material sich unter Raumbedingungen elastisch/spröde verhält und Lösungs- und Ausfällungsprozesse sehr schnell vonstatten gehen (den Brok et al. 1998, den Brok et al. 1999).

Im Blickpunkt dieser Versuche stand die Rolle der Fluidaktivitäten und die damit verbundene Entwicklung von Deformationsstrukturen. Wasser wurde als fluide Phase eingesetzt. Die Druck- und Temperaturbedingungen, sowie die Verformungsrate wurden bei diesen Experimenten so gewählt, daß Drucklösung und Ausfällung als dominante Verformungsmechanismen auftraten.

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der Deformation zylindrischer, naß kompakter Proben bei konstanter Verformungsrate, konstantem Manteldruck (P_c) von 5 MPa und Raumtemperatur präsentiert. Zuerst wird der Versuchsaufbau erklärt, dann werden die mechanischen Resultate dargestellt, und schließlich die Mikrostrukturen präsentiert.

3.2 Ausgangsmaterial

In allen Experimenten wurde reines Natriumchlorat der Firma Merck verwendet. Es handelt sich dabei um ein körniges Aggregat, das in verschiedene Kornfraktionen abgesiebt wurde. Von diesen wurden folgende Fraktionen ausgewählt: 106-150 μm , 150-180 μm , 180-212 μm , 212-250 μm , 250-500 μm , 500-1000 μm und 1000-2000 μm (vgl. Tabelle 1). Von jeder Fraktion wurden durch nasse Kompaktion zylindrische polykristalline Proben mit geringer Porosität hergestellt. Das abgesiebte Aggregat wurde für die Probenvorbereitung unverändert benutzt. Weiterhin wurde auch eine gesättigte Lösung aus diesem Material hergestellt, die bei der Kompaktion dem Ausgangsmaterial hinzugefügt wurde.

Tabelle 1: Darstellung der durchgeführten Versuche

Probe	Korngröße [μm]	Verformung ± 0.01	Verformungsrate [s^{-1}]	Wasser Gew.% $\pm 0.1\%$	Porosität % $\pm 0.5\%$	Bemerkungen
ZDS02	1000-2000	0.21	10^{-6}	1.2	5.4	
ZDS15	500-1000	0.10	10^{-6}	1.2	5.5	
ZDS16	500-1000	0.09	10^{-6}	1.5	6.4	
ZDS17	500-1000	0.10	10^{-6}	0.1	7.2	9 Tage bei 60°C getrocknet
ZDS15d	500-1000	0.13	10^{-6}	1.1	3.1	Manteldruck geändert
ZDS03	250-500	0.09	10^{-6}	1.5	7.1	
ZDS04	250-500	0.29	stepping	2.9	8.5	Verformungsrate geändert
ZDS05	250-500	0.10	10^{-6}	1.5	5.5	
ZDS06	212-250	0.10	10^{-6}	1.6	6.6	
ZDS07	212-250	0.14	$3.5 \cdot 10^{-7}$	2.6	9.1	
ZDS08	212-250	0.28	10^{-6}	0.4	5.1	5 Tage bei 60°C getrocknet
ZDS18	212-250	0.10	10^{-6}	1.3	6.4	Mit Drainage
ZDS19	212-250	0.14	10^{-6}	1.4	7.2	Entlastung u. Wiederbelastung
ZDS12	180-212	0.16	10^{-6}	1.3	5.7	
ZDS13	180-212	0.16	10^{-6}	1.2	6.0	
ZDS22	150-180	0.10	10^{-6}	1.8	5.9	
ZDS23	150-180	0.15	10^{-6}	1.4	4.8	Entlastung u. Wiederbelastung
ZDS09	106-150	0.10	10^{-6}	2.1	5.0	
ZDS10	106-150	0.21	$4 \cdot 10^{-6}$	2.4	6.0	
ZDS11	106-150	0.09	10^{-6}	1.3	5.4	
ZDS12d	106-150	0.10	10^{-6}	1.3	4.1	

Eine bestimmte Menge Natriumchlorat wurde abgewogen, so daß nach der nassen Kompaktion zylindrischen Proben hergestellt werden konnten, die etwa 30 mm lang waren und einen Durchmesser von etwa 12 mm hatten. Das abgewogene Aggregat wurde in ein zylindrisches Preßwerkzeug eingebracht; eine Natriumchlorat-gesättigte Lösung wurde hinzugefügt, so daß die Porenräume von der Lösung gefüllt wurden. Das Aggregat wurde mit Hilfe einer Presse unter einer statischen Belastung von etwa 40 MPa bei Raumtemperatur ca. 4 Stunden gepreßt. Die Länge und der Durchmesser der kompaktierten Proben wurden gemessen. Die Proben wurden gewogen und schließlich für die Deformation vorbereitet (s. Versuchsdurchführung in Kapitel 3.3). Von dem Ausgangsmaterial wurden Dünnschliffe präpariert, um den strukturellen Anfangszustand studieren zu können. Es konnte festgestellt werden, daß die Korngrößenverteilung in den vorbereiteten Proben bimodal war. Wie in Abbildung 3.1 zu sehen, bildeten sich durch Kompaktion neue kleine Körner an den Korngrenzen der größeren Körner (kleiner als die Anfangskorngröße). Strukturen wie geradlinige Korngrenzen, 120° -Gleichgewichtswinkel zwischen drei Körnern, sehr geringe Porosität und interne Homogenität der Körner in undeformierten Proben waren ein guter Hinweis, daß diese Proben für die Deformationsversuche geeignet waren.

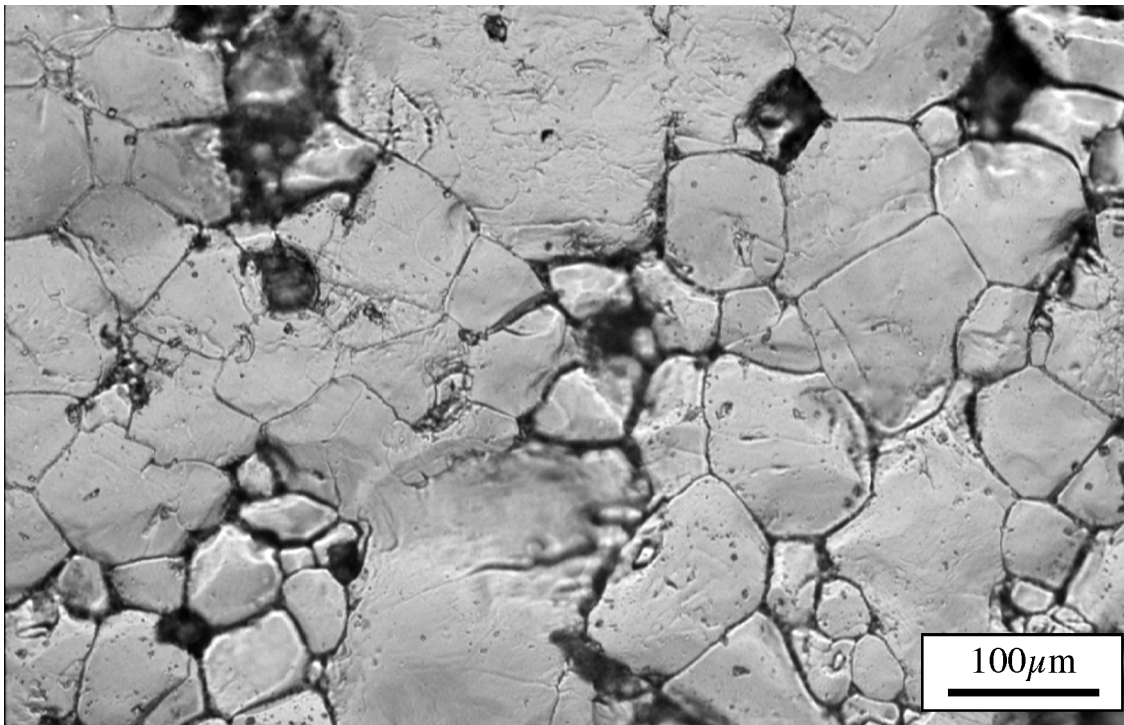


Abbildung 3.1: Dünnschliff-Photo von einer undeformierten, naß kompaktierten NaClO_3 -Probe. Die Ausgangskorngröße war 212-250 μm . Nach der Kompaktion ist diese bimodal geworden. Zu sehen sind die geradlinige Struktur der Korngrenzen der Körner und die 120° -Gleichgewichtswinkel der idiomorphen Körner.

3.3 Deformationsgerät und Versuchsdurchführung

Bei dem Deformationsgerät handelt es sich um ein triaxiales Deformationsgerät im Gesteinsdeformationslabor des geologischen Instituts der ETH-Zürich (Müller & Briegel 1977). Ein Stempel wird von einem Motor gesteuert, mit dessen Hilfe die Bewegungsgeschwindigkeit des Stempels kontrolliert werden kann (Abb. 3.2). Somit konnten die Versuche mit einer annähernd konstanten Verformungsrate durchgeführt werden.

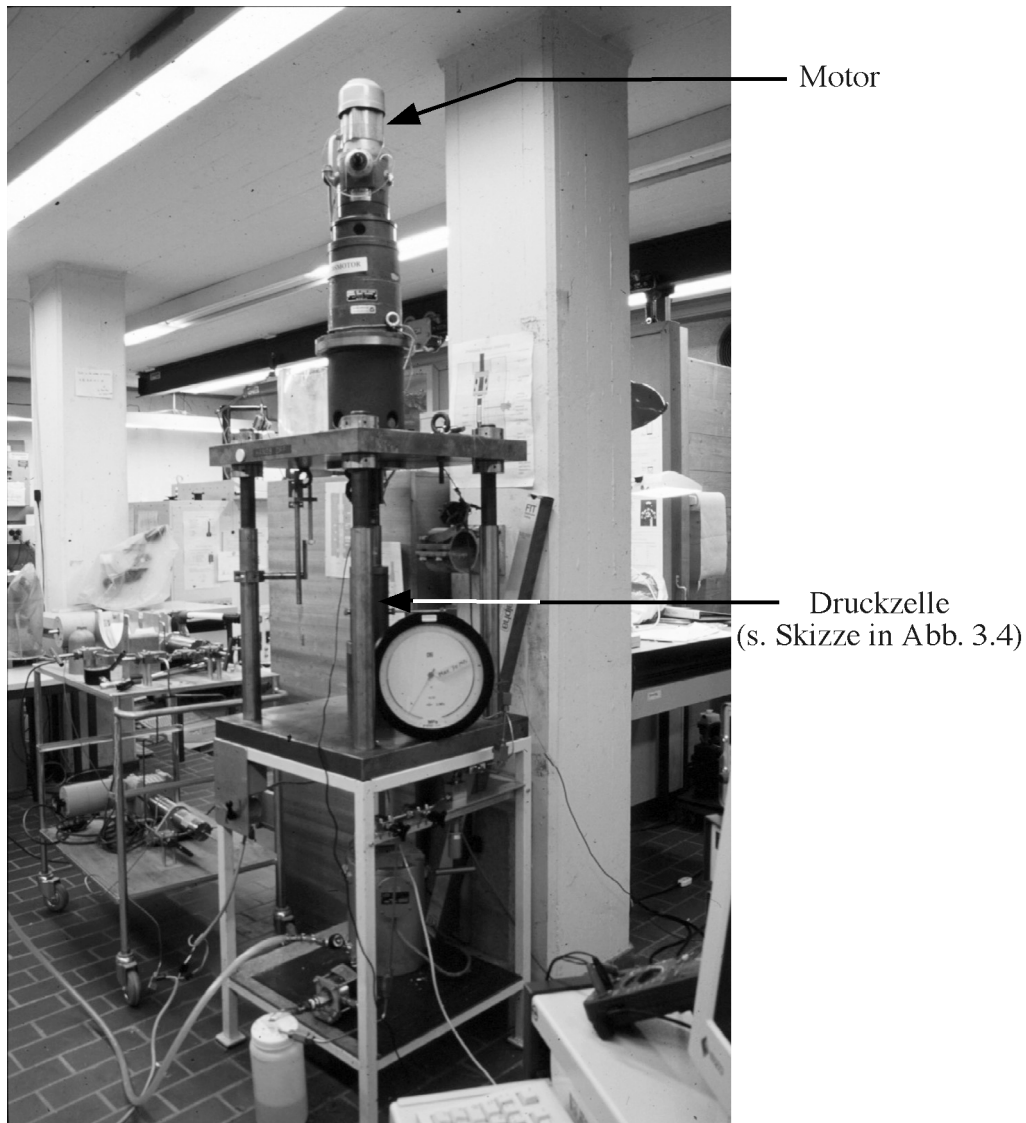


Abbildung 3.2: Übersichtsaufnahme des Deformationsapparates ("Ueli's rig") vom Gesteinsdeformationslabor des geologischen Instituts der ETH-Zürich

Die Proben wurden in eine Hülle aus Polyäthylen mit einer Wanddicke von etwa 0.8 mm eingebracht und von oben und unten mit Hilfe zweier kleiner Stempel abgedichtet. Anschließend wurde die Probe an dem internen Kraftaufnehmer befestigt und in die Deformationszelle hineingestellt (Abb. 3.3 und 3.4). An der oberen Seite der Zelle wurde ein Stempel

eingbracht, der die Probe während des Versuches beanspruchte. Schließlich wurde die Zelle von oben und unten abgedichtet (Abb. 3.4). Diese Versuchsvorrichtung wurde in das Deformationsgerät gestellt, so daß die Stempel der Versuchsvorrichtung und der motorgesteuerte Stempel übereinander zentriert waren.

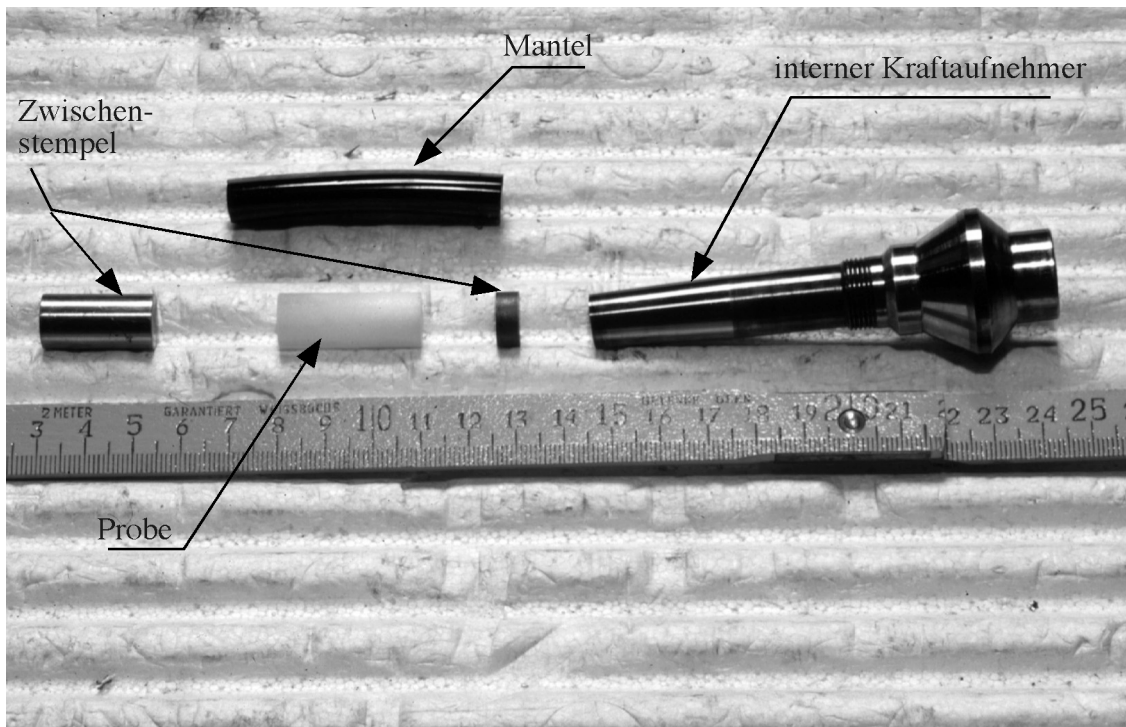


Abbildung 3.3: Darstellung des Versuchsaufbaus in der Druckzelle. Die Proben sowie die anderen Bestandteile des Versuchsaufbaus werden wie folgt in der Druckzelle zusammengesetzt. Die Proben werden in den Mantel eingebracht, von oben und unten mit Hilfe der Zwischenstempel abgedichtet und anschließend an dem internen Kraftaufnehmer befestigt.

An der Seite der Deformationszelle befand sich eine Öffnung, durch die Silikonöl hineingepumpt werden konnte. Das Öl wurde zum Aufbau des Manteldrucks benutzt. In allen Versuchen wurde dieser bei ca. 5 MPa so konstant wie möglich gehalten. Im Verlauf des Versuchs ZDS15d wurden verschiedene Manteldrucke benutzt, um die Abhängigkeit des rheologischen Verhaltens der Probe vom allseitigen Druck zu bestimmen.

Nachdem die Deformationszelle geschlossen wurde, wurde der Manteldruck (P_c) aufgebaut. Dies geschah, indem Öl durch die Seitenöffnung manuell hineingepumpt wurde. Mit Hilfe eines Druckmessers ("Heise-Uhr") wurde der Druck auf 5 MPa eingestellt. War P_c stabil, wurde der Motor des Deformationsgerätes angeschaltet. Der Stempel, der auf der Probe ruhte, bewegte sich mit einer konstanten Geschwindigkeit. Dadurch wurde die Probe mit einer annähernd konstanten Verformungsrate deformiert, weil der Verformungsbetrag der Proben gering war.

Die erzeugte Beanspruchung wurde mit Hilfe eines internen Kraftsensors (Meßbereich 10 kN; Genauigkeit 10 N) aufgenommen. Dies erlaubte, die Reibungseffekte des Stempels mit der Deformationszelle zu vernachlässigen. An dem Stempel war ein induktiver Wegaufnehmer (LVDT Typ Dfg der Firma Schlumberger; 10 mm Meßbereich; 0.1 μm Genauigkeit) befestigt, so daß jede Stempelbewegung aufgezeichnet werden konnte. Die Wegänderungen wurden außerhalb des Druckgefäßes gemessen. P_c wurde durch einen Drucksensor (Typ Intersonde der Serie GX22 mit einem Meßbereich bis zu 100 MPa; Genauigkeit 0.02 MPa) gemessen, der

an den Druckkreis angeschlossen war. Die Raumtemperatur wurde durch ein K-Thermoelement (Meßbereich bis +400°C; 0.1°C Genauigkeit) aufgezeichnet. Kraftsensor, Wegaufnehmer, Drucksensor und Thermoelement waren mit einem Schreiber verbunden. Somit zeichnete der Schreiber gleichzeitig vier verschiedene physikalische Variablen in Form von Spannungsänderungen auf. Die gemessenen Spannungen wurden mit Hilfe von Kalibrationsfaktoren in die entsprechenden Einheiten übersetzt.

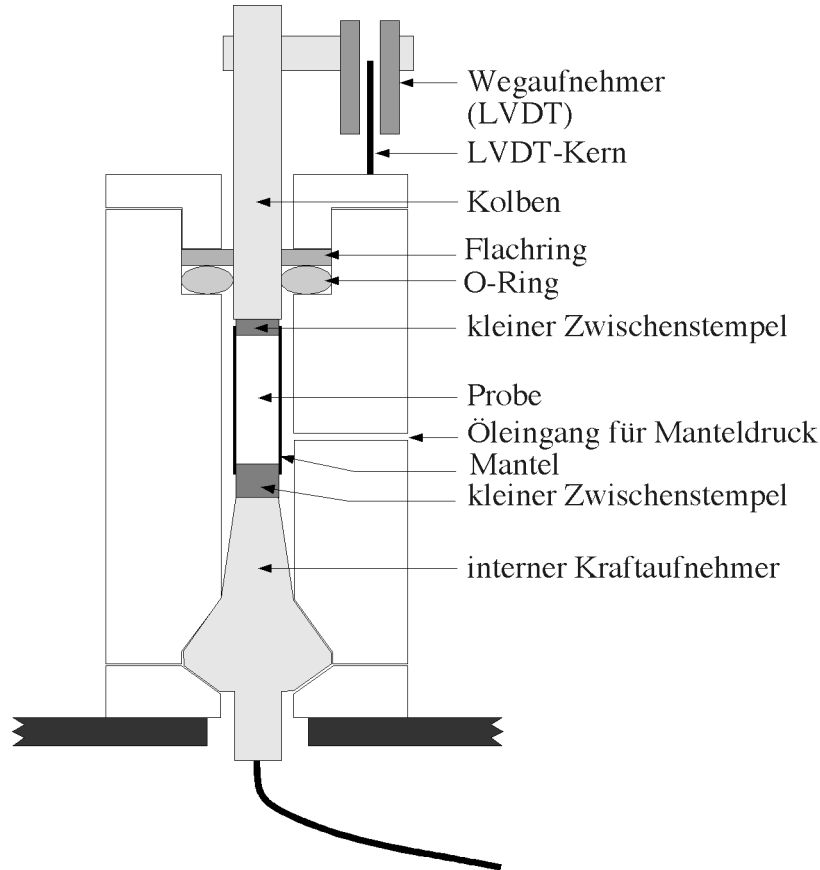


Abbildung 3.4: schematische Skizze des Längsschnittes durch die Druckzelle vom Deformationsapparates (Skizze nicht maßstabsgetreu)

3.4 Ergebnisse

3.4.1 Mechanische Daten

Die aus den Versuchen erhaltenen mechanischen Daten wurden mit Hilfe des Computerprogramms Kaleidagraph 3.0 von Abelbeck Software[®] verarbeitet und anschließend graphisch dargestellt. Aus den kalibrierten mechanischen Daten wurden Längenänderungen in uniaxiale Verformungen umgerechnet, sowie die Differentialspannung (σ_1 -Pc) und die Verformungsrate berechnet. Die Verformungsrate wurde aus der mathematischen Ableitung der Verformung in Abhängigkeit der Zeit bestimmt. In Abbildung 3.5 sind exemplarisch drei graphische Darstellungen der mechanischen Daten dargestellt. (a: Verformung/Verformungsrate gegen Zeit, b: Differentialspannung/Manteldruck gegen Zeit und c: Differentialspannung /Manteldruck gegen Verformung)

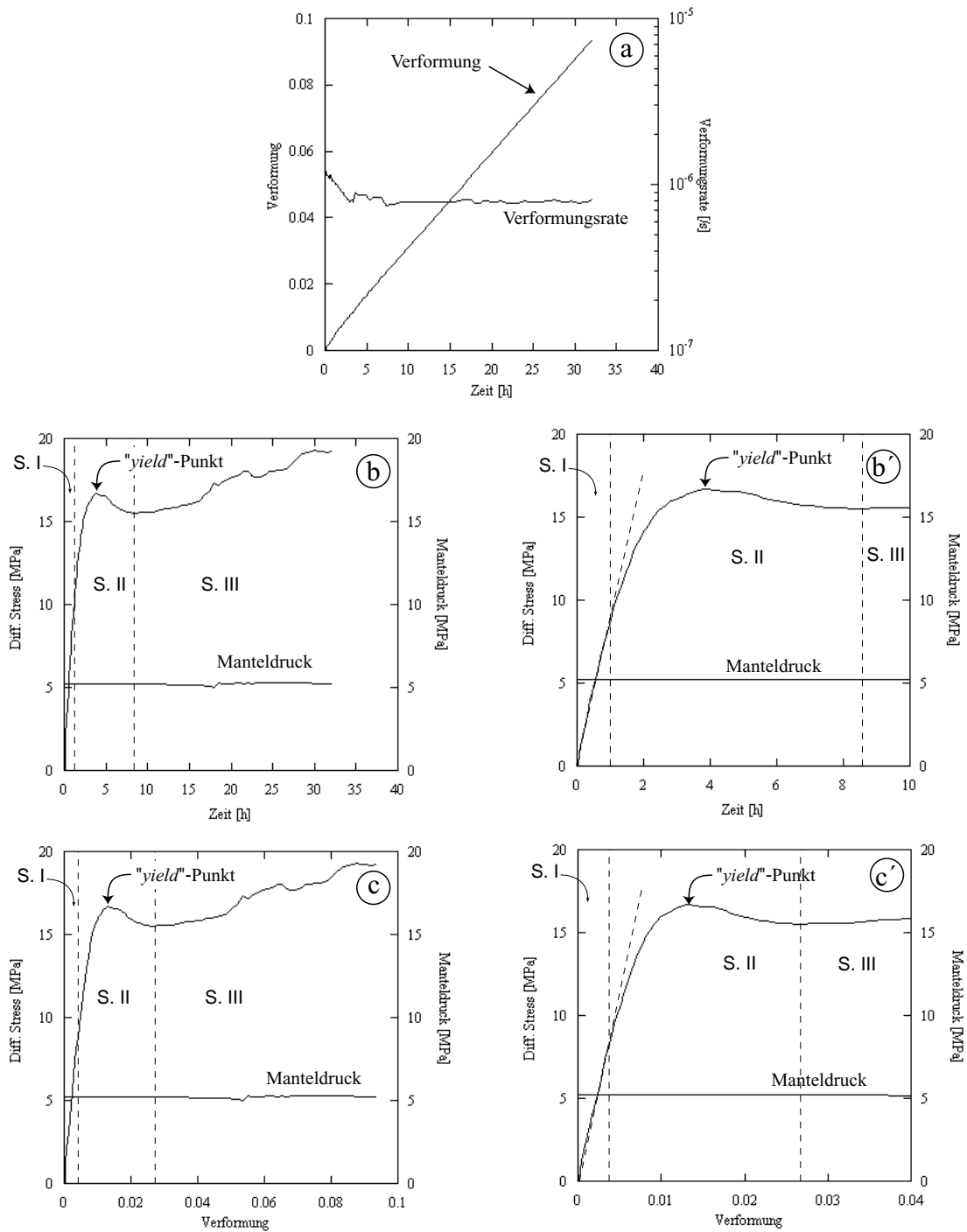


Abbildung 3.5: graphische Darstellungen der mechanischen Daten von Versuch ZDS13: a: Verformung und Verformungsrate gegen Zeit, b: Differential Spannung und Manteldruck gegen Zeit (b' ist ein Ausschnitt des Plots b. Dabei ist die Zeitachse vergrößert dargestellt) und c: Differential Spannung und Manteldruck gegen Verformung (c' ist ein Ausschnitt des Plots c. Dabei ist die Zeitachse vergrößert dargestellt). Die Probe wurde bei Raumtemperatur und einer Verformungsrate von $10^{-6}s^{-1}$ deformiert.

Direkt nach dem Anschalten des Motors, der den Stempel mit einer konstanten Verschiebungsrates bewegte, begann sich die Differentialspannung zu erhöhen (vgl. Abb. 3.5b und 3.5c). Sie erhöhte sich linear bis zur sogenannten Versagensgrenze (Yield-Punkt), bei der die Probe unter Auflast nachgab. In diesem Bereich (Stadium I) der Deformation zeigte sich, daß die Verkürzung der Probe linear mit der aufgebrachten Differentialspannung zunahm. Die Verformung war in diesem Bereich irreversibel, d.h. wurde der kompressive Kraftansatz auf null reduziert und der Stempel zurückgezogen, nahm die verkürzte Probe ihre Ausgangslänge nicht wieder an. Stadium I der Verformung illustrierte somit nicht das "linear-elastische" Verhalten der Probe. Da der berechnete Young Modul (E) einer polykristallinen NaClO_3 -Probe sehr hoch war - E lag zwischen 27.4 und 36.2 GPa - war der elastische Anteil der Spannungs-/Verformungs-Kurve so klein, daß er in den Diagrammen nicht eindeutig abgegrenzt werden konnte.

Nach Stadium I begann die Spannungs-/Verformungs-Kurve von dem linearen Verlauf abzuweichen. Der Scheitel dieser Abweichung war der sogenannte Yield-Punkt. An diesem Punkt sank die Differentialspannung ab. Die Probe wurde schwächer, brach aber nicht auseinander, sondern behielt weiterhin eine bestimmte Festigkeit.

Nach der Schwächungsphase nahm die Fließspannung bis zu einem bestimmten Betrag ab (Stadium II) (vgl. Abb. 3.5) und blieb für eine gewisse Zeit konstant auf einem niedrigen Niveau, bevor sie bei fortlaufender Verformung wieder anstieg (Stadium III). Der Fließspannungsbetrag blieb in der Regel konstant für Proben gleicher Korngröße, allerdings war er von Temperatur, Manteldruck, Verformungsrate und Wassergehalt abhängig.

Bei der Deformation von Proben gleicher Korngrößenfraktion (Abb. 3.6), wie z.B. Probe ZDS19 und ZDS7, bei gleichem Manteldruck ($P_c = 5 \text{ MPa}$) und bei gleicher Temperatur aber unterschiedlichen Verformungsraten (10^{-6} s^{-1} für ZDS19 und $3.5 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ für ZDS7) sieht man in Versuch ZDS19, in dem die Probe bei einer Verformungsrate von etwa 10^{-6} s^{-1} deformiert wurde, daß die Spannungs-/Verformungs-Kurve genauso verlief, wie oben beschrieben (also linearer Anstieg gefolgt von einer Abweichung (Yield-Punkt), über eine Schwächung mit anschließender Härtung). Dagegen zeigt die Spannungs-/Verformungs-Kurve in Versuch ZDS7, der bei niedrigerer Verformungsrate ($3.5 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$) durchgeführt wurde, in Stadium II einen anderen Verlauf (Abb. 3.6). Nach der linearen Phase im Stadium I der Spannungs-/Verformungs-Kurve, wich dieser nicht über den Yield-Punkt ab.

Bei mikroskopischer Betrachtung der beiden deformierten Proben (siehe folgendes Unterkapitel 3.4.2), zeigte sich, daß sich in Versuch ZDS7 keine diskrete Scherzonen gebildet haben und daß Drucklösungs- und Ausfällungsprozesse ebenso wie Korngrenzgleiten die vorherrschenden Deformationsprozesse waren. Dagegen sieht man in Versuch ZDS19, daß die Deformation in kataklastischen Scherzonen lokalisiert war. Dieses Ergebnis zeigt ganz deutlich, daß das rheologische Verhalten der Probe während der Deformation stark von der Verformungsrate abhängig war.

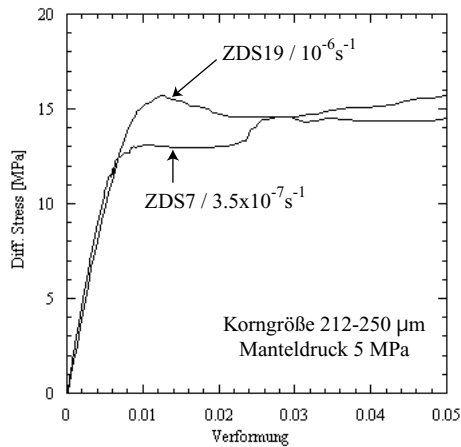


Abbildung 3.6: Graphische Darstellungen der Abhängigkeit des differentialen Stresses von der Verformung. Hier ist der Effekt der Verformungsrate auf das rheologischen Verhalten zweier, gleicher Korngröße und bei gleichen Versuchsbedingungen, deformierten Proben zu sehen. ZDS7 Probe, die bei einer Verformungsrate von $3.5 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ deformiert wurde, zeigt kein Yield-Punkt. Während die Proben ZDS19 bei 10^{-6} s^{-1}

Da diese Arbeit die Entstehung und Entwicklung duktiler Scherzonen zum Ziel hatte, wurden alle anderen Proben mit einer Verformungsrate von 10^{-6} s^{-1} deformiert (vgl. Tabelle 1). Die mikrostrukturellen Analysen der deformierten Proben zeigen, daß sich bei allen Versuchen kataklastische Scherzonen in den Proben gebildet haben. Wie in Unterkapitel 3.3 “Deformationsgerät und Versuchsdurchführung” erwähnt, wurden verschiedene Proben unterschiedlicher Korngrößenfraktion bei gleicher konstanter Temperatur und Manteldruck deformiert. Zusätzlich wurden jedoch Versuche durchgeführt, bei denen der Wassergehalt in den Proben oder der Manteldruck in der Druckzelle variiert wurden. In anderen Testversuchen wurde die Verformungsrate etappenweisen geändert. Ziel dieser Versuche war eine genauere Bestimmung der Effekte dieser Variablen auf das rheologischen Verhalten der NaClO_3 -Proben bei einer Deformation.

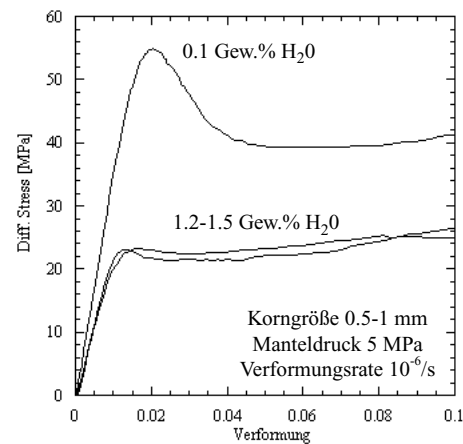
Allgemein konnten in den durchgeführten Versuchen bei Verformungsraten von etwa 10^{-6} s^{-1} finite, lineare Verformungen bis etwa 20% erreicht werden. Bei der Deformation schienen das Kriechverhalten und insbesondere der Yield-Punkt der NaClO_3 -Proben von der Korngröße, dem Wassergehalt und der Verformungsrate abhängig zu sein. Der Einfluß der Temperatur wurde bei der vorliegenden Arbeit nicht untersucht. Alle durchgeführten Versuche wurden bei konstanter Raumtemperatur durchgeführt.

3.4.1.1 Einfluß des Wassergehaltes

Um den Einfluß des Wassergehaltes auf das rheologische Verhalten der NaClO_3 -Proben bei einer Deformation zu bestimmen, wurden drei Versuche (ZDS15, 16 und 17) durchgeführt. Alle drei Proben hatten die gleiche Korngröße (0.5 - 1 mm). Die Proben ZDS15 und ZDS16 hatten einen Wassergehalt von 1.20 ± 0.05 Gew-% beziehungsweise 1.50 ± 0.05 Gew-%. Die Probe ZDS17 wurde nach der Kompaktion 9 Tage bei 60°C in einem Vakuumofen getrocknet. Nach dem Trocknen hatte die Probe einen Wassergehalt von 0.10 ± 0.05 Gew-%. Alle drei Proben wurden bei einer Verformungsrate von 10^{-6} s^{-1} und Raumtemperatur deformiert. Der Manteldruck betrug bei allen Versuchen 5 MPa.

In einem Differentialspannungs-/Verformungs-Diagramm (Abb. 3.7) sieht man, daß die Spannungs-/Verformungs-Kurven der Versuche ZDS15 und 16 einen identischen Verlauf. Alle drei Proben zeigen einen Yield-Punkt. Auffällig ist, daß die beiden nassen Proben ungefähr bei demselben differentiellen Spannungsbetrag (~ 23 MPa) versagt haben, während die trockene Probe ZDS17 erst bei ~ 55 MPa versagt hat. Wichtig ist hierbei, daß unter trockenen Verhältnissen die Probe nach dem Yield-Punkt stärker geschwächt wurde, dann aber war proportional ein wesentlich geringerer Härtungseffekt zu sehen als bei den beiden nassen Proben, bei denen das Versagen zwar geringer war, die Härtung aber verhältnismässig stärker ausfiel. Allgemein lassen sich daraus folgende Schlüsse ziehen: Bei sinkendem Wassergehalt wurde die Probe stärker, der Yield-Punkt wurde zu höheren differentiellen Spannungen verschoben, die Schwächung nach dem Yield-Punkt wurde größer und letztenendes blieb die Härtung relativ gering.

Abbildung 3.7: Graphische Darstellungen der Abhängigkeit des differentiellen Stresses von der Verformung. Hier ist der Effekt des Wassergehaltes auf das rheologische Verhalten dreier, gleicher Korngröße und bei gleichen Versuchsbedingungen, deformierten Proben zu sehen. Die Probe mit niedrigerem Wassergehalt (0.1 Gew.% H₂O) reagiert stärker als die mit höherem Wassergehalt (1.2-1.5 Gew.%H₂O).



3.4.1.2 Einfluß der Verformungsrate

Aus den zuvor gemachten Beobachtungen kann man schließen, daß bei der Deformation von Proben gleicher Korngröße unter gleichem Manteldruck und bei gleicher Temperatur der Verlauf der differentiellen Spannungs-/Verformungs-Kurve stark von der Verformungsrate abhängig ist (Abb. 3.6). Bei schnelleren Verformungsraten (10^{-6} s⁻¹) verläuft diese Kurve über einen Yield-Punkt. Dagegen tritt bei langsamerer Verformung kein Yield-Punkt auf, was auf eine Änderung im rheologischen Verhalten der Probe hinweist. Mit der Änderung des rheologischen Verhaltens könnte auch eine Änderung des vorherrschenden Deformationsprozesses verbunden sein.

3.4.1.3 Einfluß des Manteldrucks

In Versuch ZDS15 wurde die Probe zu Beginn unter einem Manteldruck von 5 MPa, bei Raumtemperatur und einer Verformungsrate von 10^{-6}s^{-1} deformiert, bis eine Verformung von ca. 0.7 erreicht war. Anschließend wurde der Manteldruck auf 10 MPa erhöht. Mit dieser Erhöhung stieg die Spannungs-/Verformungs-Kurve stark an (Abb. 3.8a und 3.8b). Der Manteldruck wurde bis zu einer Verformung von 0.115 auf diesem Niveau gehalten. In dieser Zeit deformierte die Probe weiterhin, allerdings traten höhere Spannungen infolge verstärkter Reibungseffekte entlang der Scherzone auf. Nachdem eine Verformung von 0.115 erreicht war, wurde der Manteldruck auf ca. 2 MPa gesenkt. Dabei wurde die Probe geschwächt, was allerdings weniger stark als erwartet ausfiel. Die Probe war somit immer noch härter als unter 5 MPa Manteldruck. Dies wies auf strukturelle Veränderungen in der Probe hin, die sich entwickelt haben mußte, als sie einem Manteldruck von 10 MPa ausgesetzt war.

Somit folgt, daß bei fortschreitender Deformation eine Härtung stattfand, wenn der Manteldruck erhöht wurde. Diese Härtung hing vom Manteldruck ab und stieg sprunghaft an, wenn der Manteldruck sprunghaft erhöht wurde.

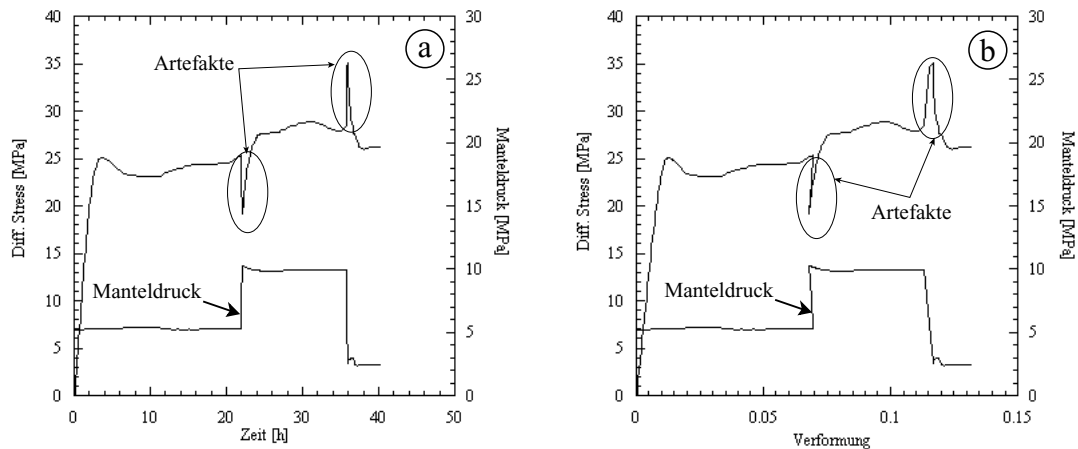


Abbildung 3.8: graphische Darstellungen der mechanischen Daten von Versuch ZDS15: a: differential Stress/Manteldruck gegen Zeit und b: differential Stress/Manteldruck gegen Verformung. Die Probe wurde bei Raumtemperatur und einer Verformungsrate von 10^{-6}s^{-1} . Der Manteldruck betrug 5 MPa. Wird er auf 10 MPa erhöht, härtet die Probe drastisch mit. Sie härtet weiter bei fortlaufenden Verformung. Wird der Manteldruck auf 2 MPa runtergesetzt schwächt sich die Probe wie erwartet aber sie bleibt härter als wie sie unter 5 MPa war.

3.4.1.4 Einfluß der Korngröße

Fünf Proben unterschiedlicher Korngrößen wurden unter gleichen Bedingungen (Raumtemperatur, Manteldruck 5MPa, Verformungsrate 10^{-6}s^{-1}) deformiert. In einem Differentialspannungs-/Verformungs-Diagramm (Abb. 3.9) zeigen alle Spannungs-/Verformungs-Kurven die zuvor beschriebenen Stadien I – III. Diese Kurven verlaufen in allen Stadien subparallel zueinander. Dies zeigt, daß das einzelne rheologische Verhalten jeder Probe real und somit reproduzierbar ist. Auffällig ist, daß sich der Betrag des Yield-Punktes mit der Korngröße erhöhte, d.h. die Yield-Spannung war Korngrößenabhängig.

Trägt man die Yield-Spannung gegen die Korngröße auf, so ergibt sich in einem logarithmischen Diagramm ein linearer Zusammenhang (Regressionsgerade: $y = 3 x^{0.29}$ mit $R = 0.97$) (Abb. 3.10). Dieses Diagramm zeigt, daß es eine Abhängigkeit gab, auch wenn der Yield-Punkt keine stetige Eigenschaft des rheologischen Verhalten der Proben war.

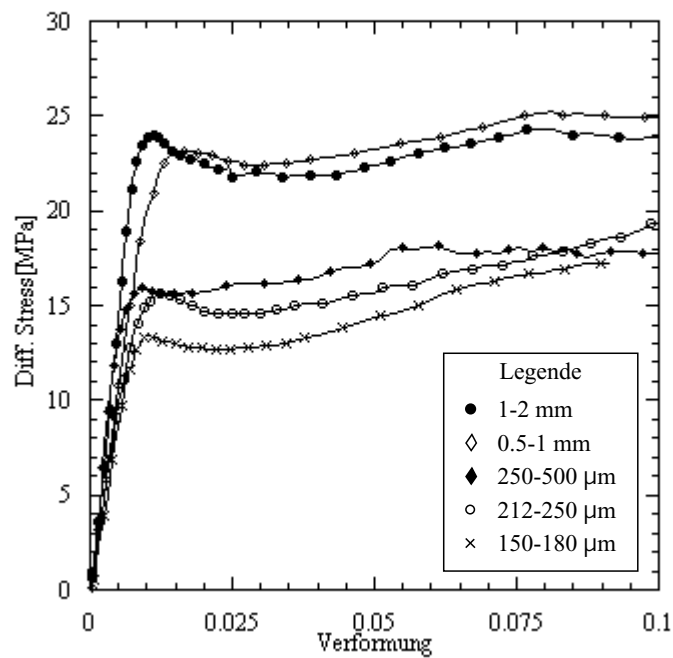


Abbildung 3.9: Graphische Darstellung der Abhängigkeit des Yield-Stresses von der Korngröße bei der nassen Deformation der kompaktierten Proben bei einer Verformungsrate von 10^{-6} s^{-1} und Raumtemperatur unter einem Manteldruck von 5 MPa. Bei einer Erhöhung der Korngröße erhöht sich der Yield-Stress mit.

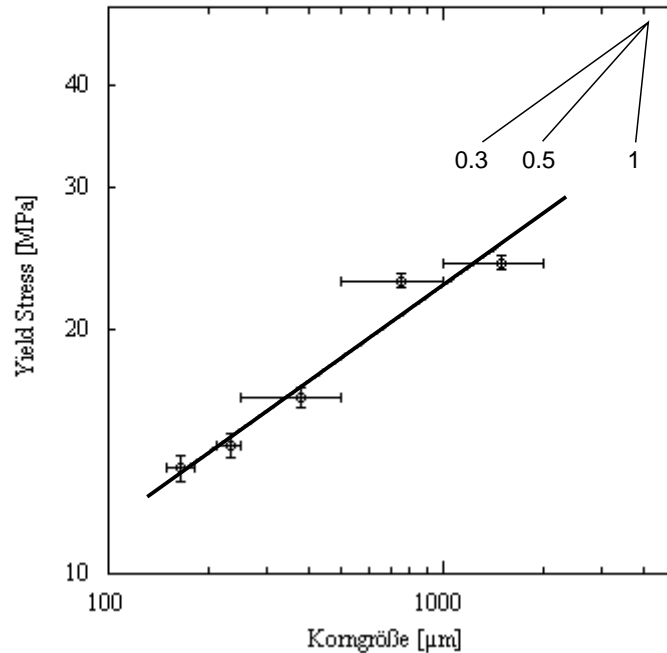


Abbildung 3.10: Graphische Darstellung der Abhängigkeit des Yield-Stresses von der Korngröße bei der nassen Deformation der kompaktierten Proben bei einer Verformungsrate von 10^{-6}s^{-1} und Raumtemperatur unter einem Manteldruck von 5 MPa. (Regressionsgerade: $Y=\alpha x^\alpha$; $\alpha=0.3$; $R=0.97$).

3.4.1.5 Einfluß einer Entlastung

In zwei Versuchen (ZDS19 und ZDS23) wurden Proben unter gleichen Bedingungen (Raumtemperatur, Manteldruck 5 MPa und Verformungsrate von 10^{-6}s^{-1}) bis zu etwas 10% Verformung deformiert. Anschließend wurde die Differentialspannung für 24 Stunden auf Null erniedrigt. Dabei wurde der Laststempel, der die Probe beanspruchte, zurückgezogen, so daß er nicht mehr mit der Probe in Kontakt stand. Die Probe war somit nur unter dem Einfluß des Manteldrucks. Nach 24 Stunden wurden die Proben wieder bei einer Verformungsrate von 10^{-6}s^{-1} weiter deformiert. Das Ziel dieses Versuchs war die Bestimmung des Einflusses einer Entlastung unter konstantem Manteldruck auf das rheologische Verhalten der Proben, insbesondere der Einfluß der Entlastung auf die Härtung der Probe.

Die graphischen Darstellungen der Spannungs-/Verformungs-Kurven beider Proben (Abb. 3.11) zeigen deutlich, daß eine Entlastung bei konstantem Manteldruck keine Auswirkung auf das rheologische Verhalten der Proben hatte. Bei weiterer Deformation der Proben unter gleichen Bedingungen (Raumtemperatur, Manteldruck 5 MPa, Verformungsrate 10^{-6}s^{-1}), härteten

diese kontinuierlich und konstant weiter. Die Spannungs-/Verformungs-Kurven liefen nicht mehr über einen Yield-Punkt. Die Proben verhielten sich so, als ob es keine Entlastungsphase gegeben hätte. Dies ist ein mechanischer Hinweis darauf, daß Änderungen im Verhalten (Härtung) der Proben bei konstanten Bedingungen nur unter Spannung erfolgte.

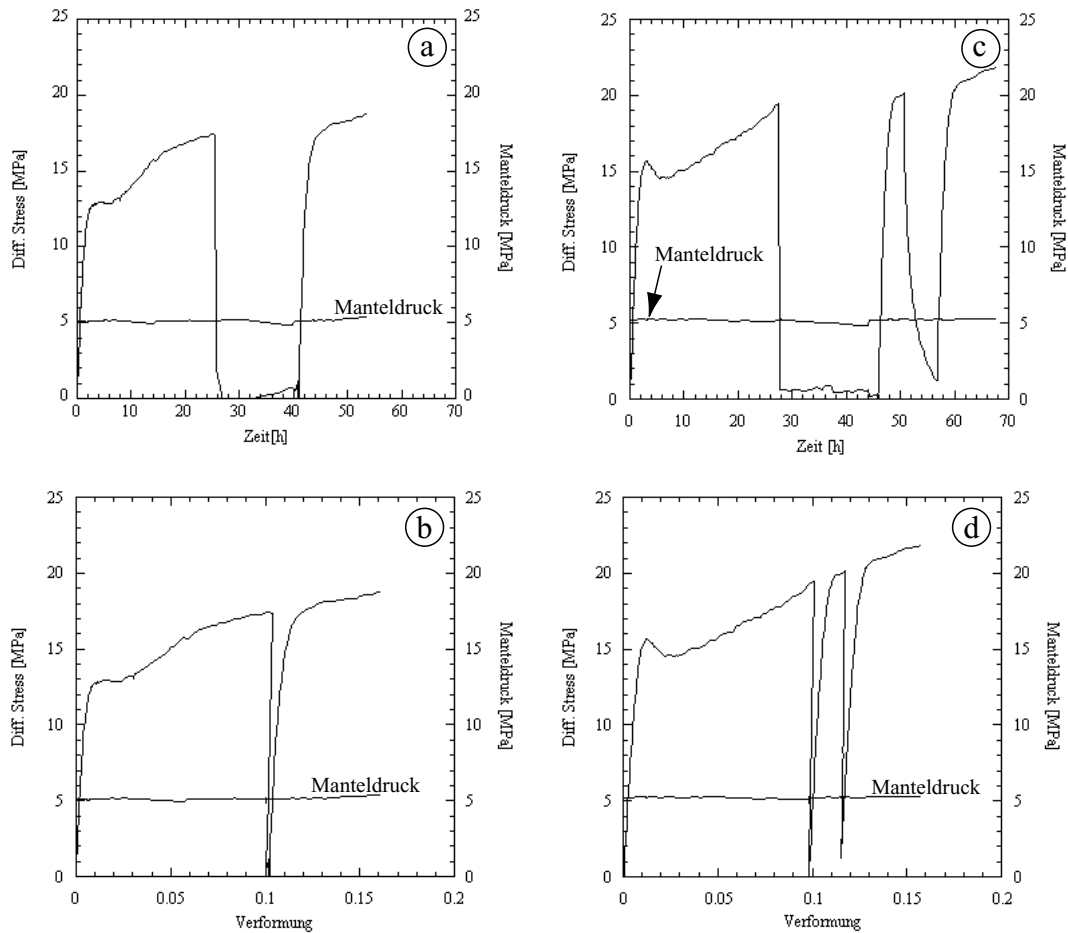


Abbildung 3.11: Graphische Darstellung der mechanischen Daten zweier Versuche (a und b Versuch ZDS23; c und d Versuch ZDS19). a und c differential Stress und Manteldruck als Funktion von Zeit. b und d differential Stress und Manteldruck als Funktion von Verformung. Beide Deformationsversuche wurden bei Raumtemperatur und 10^{-6}s^{-1} Verformungsrate durchgeführt. Zu sehen ist, daß bei einer Entlastung und wieder Belastung, die Proben härteten konstant und kontinuierlich weiter.

3.4.2 Mikrostrukturen

Wurde die gewünschte Verformung erreicht, wurden die Tests gestoppt, indem zuerst der Motor abgeschaltet wurde. Anschließend wurde der Manteldruck auf 0 Pa gebracht. Die Probe wurde vorsichtig von dem sogenannten Jacket befreit, gemessen und direkt mit Araldit Resin imprägniert (in Abbildung 3.12 sind im Aufnahmebeispiel zwei deformierten Proben zu sehen). Dies alles geschah im Vakuum und bei Raumtemperatur. Die Proben wurden dann in der Mitte parallel zur Verkürzungsachse durchgesägt und anschließend mit Schleifpapier poliert. Als Schmier- und Kühlmittel diente dabei Ethylacetat. Die Proben wurden nach Abschluß der Präparationsarbeiten mit Loctite, einem UV-Licht aktivierten Kleber, auf einem Objektträger fixiert und auf ca. 100 µm Dicke abgeschliffen und erneut poliert. Um einen besseren Vergleich mit den gebildeten Mikrostrukturen in den deformierten Proben zu haben, wurden auch Dünnschliffe von nicht deformierten Proben angefertigt.

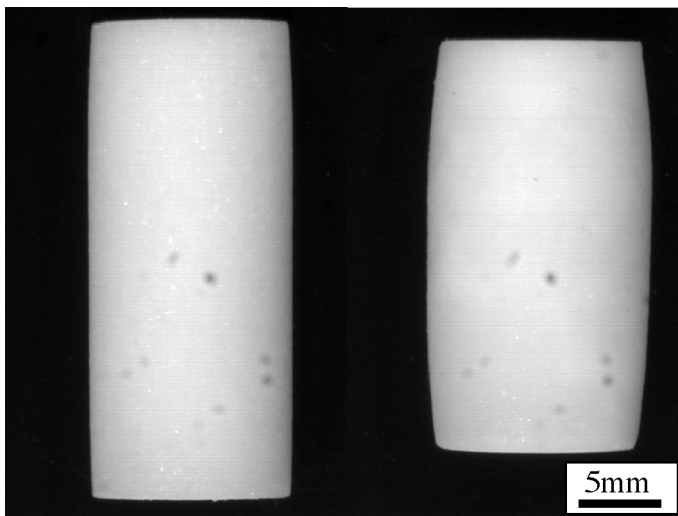


Abbildung 3.12: fotografischer Aufnahme zweier deformierten Proben. Links ist die Probe um 10% ihrer Anfangslänge verkürzt. Rechts wurde eine 20%-ige Verkürzung erreicht.

Die Körner der undeformierten Probe waren überwiegend subhedrisch und polygonal. Die Korngrößenverteilung nach der Kompaktion war bimodal (Abb. 3.1 Probe mit einer 212 - 250 µm Korngrößenfraktion). Typisch für undeformierten Proben waren gerade Korngrenzen und 120°-Gleichgewichtswinkel der Körner. Die meisten Körner zeigten keine internen Deformationsstrukturen. Dagegen waren die Korngrenzen bei einer Probe mit 10% Verformung, nicht mehr gerade. Die Korn-Korn-Kontakte waren alle unregelmäßig und mit feinkörnigem Material belegt. Die Körner waren stark deformiert und wiesen interne Deformationsstrukturen (z.B. Mikrorisse) auf. Sie wurden meist von konjugierten Scherzonen durchzogen. All diese Strukturen sind Hinweise auf eine starke Deformation der Proben.

In den Abbildungen 3.13 (ZDS6) und 3.14 (ZDS08) sind mikroskopische Aufnahmen aus zwei Versuchen dargestellt, bei denen der Effekt des Wassergehaltes untersucht wurde. Beide Proben hatten dieselbe Korngröße und wurden unter denselben Bedingungen deformiert. Die Aufnahme in Abbildung 3.14 stammt von einer deformierten Probe (ZDS08), die vor der Deformation getrocknet worden war (Wassergehalt etwa 0.1 Gew%). Sie zeigt, daß die Körner der Probe überwiegend spröde deformiert wurden (gebrochene und zermahlene Körner entlang diskreter spröder Scherzonen).

Es können nur selten Strukturen nachgewiesen werden, die durch einen Massentransport erklärt werden können. Dies ist ein struktureller Beweis, daß spröde Deformationsprozesse bei der Deformation dieser trockenen Probe vorgeherrscht haben und erklärt wiederum den hohen Wert der Yield-Spannung in der Spannungs-/Verformungs-Kurve des Versuches. Dagegen sieht man in der mikroskopischen Aufnahme (Abb. 3.13) einer naß deformierten Probe (ZDS06) (Wassergehalt 1.4 Gew%) einen deutlichen, strukturellen Unterschied. Die Körner sind ebenfalls deformiert. Strukturen, wie Risse und gebrochene Körner, sind zu sehen. Auffallend ist die Abwesenheit diskreter spröder Scherzonen.

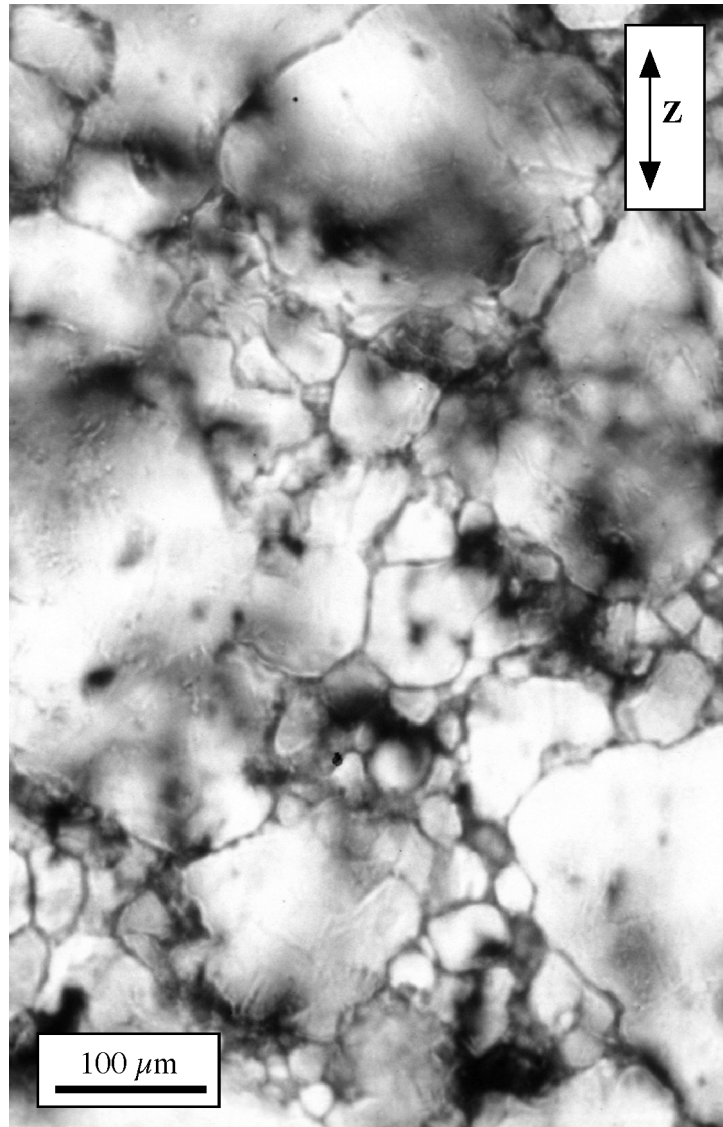


Abbildung 3.13: Dünnschliff-Photo einer bei Raumtemperatur, 5 MPa Manteldruck und $10^{-6}s^{-1}$ Verformungsrate deformierten $NaClO_3$ -Probe (Korngröße ist 212-250 μm . Wassergehalt 1.4 Gew.%). Die Körner sind nicht mehr idiomorph und ihrer Korngrenzen nicht mehr geradlinig. Es bilden sich neue kleine Fragmente.

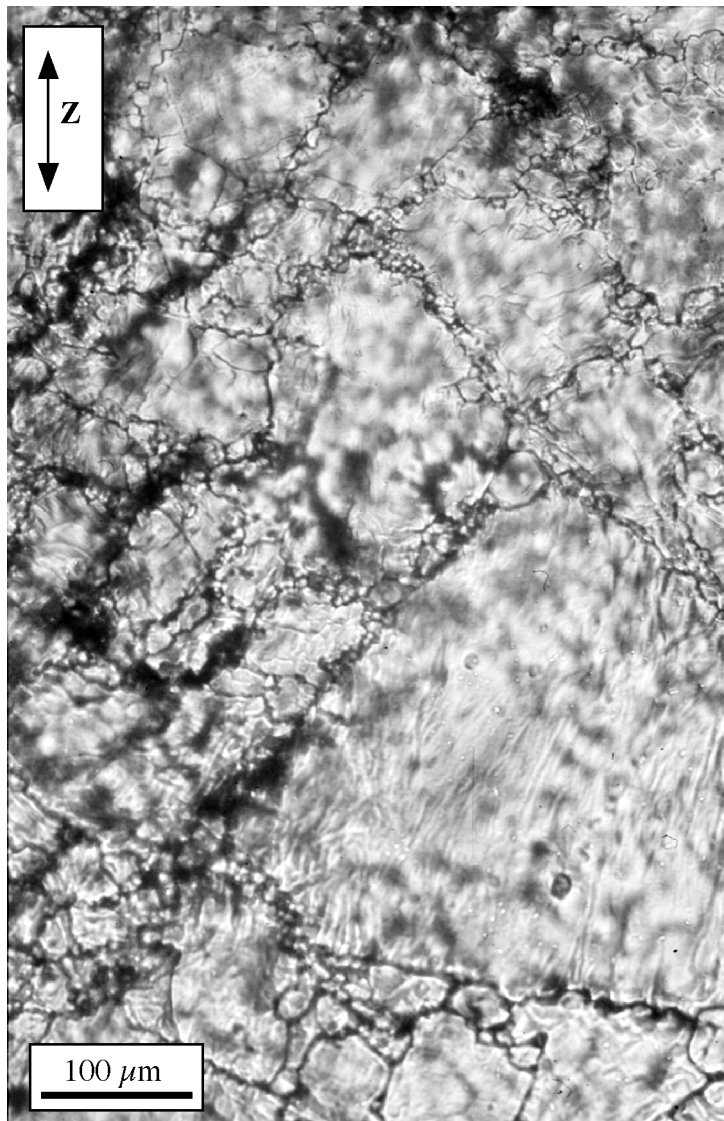


Abbildung 3.14: Dünnschliff-Photo einer bei Raumtemperatur, 5 MPa Manteldruck und 10^{-6}s^{-1} Verformungsrate deformierten NaClO_3 -Probe (ZDS08; Korngröße 212-250 μm). Vor der Deformation wurde die Probe bei 60°C 5 Tage in einem Vakuumofen getrocknet (Wassergehalt 0.1 Gew.%). Die Körner sind nicht mehr idiomorph und sind stark deformiert. Es bilden sich diskrete konjugierte Scherzonen, die mit sehr feinigem Material belegt sind.

Die Abbildungen 3.15a und 3.15b zeigen eine mikroskopische Aufnahme einer naß deformierten Probe. Es handelt sich um Versuch ZDS07, der bei einer Verformungsrate von $3.5 \cdot 10^{-7} \text{s}^{-1}$ durchgeführt wurde. Hier ist deutlich zu sehen, daß die Körner keine spröden Deformationsstrukturen zeigen. Die Korn-Kontakte blieben weitgehend gerade und/oder wurden begradigt. Meist waren die kleinen Körner, die durch Kompaktion bei der Probenvorbereitung entstanden, gewachsen. Diese Strukturen zeigen, daß Massentransfer (Drucklösung und -ausfällung) der vorherrschende Deformationsprozeß war.

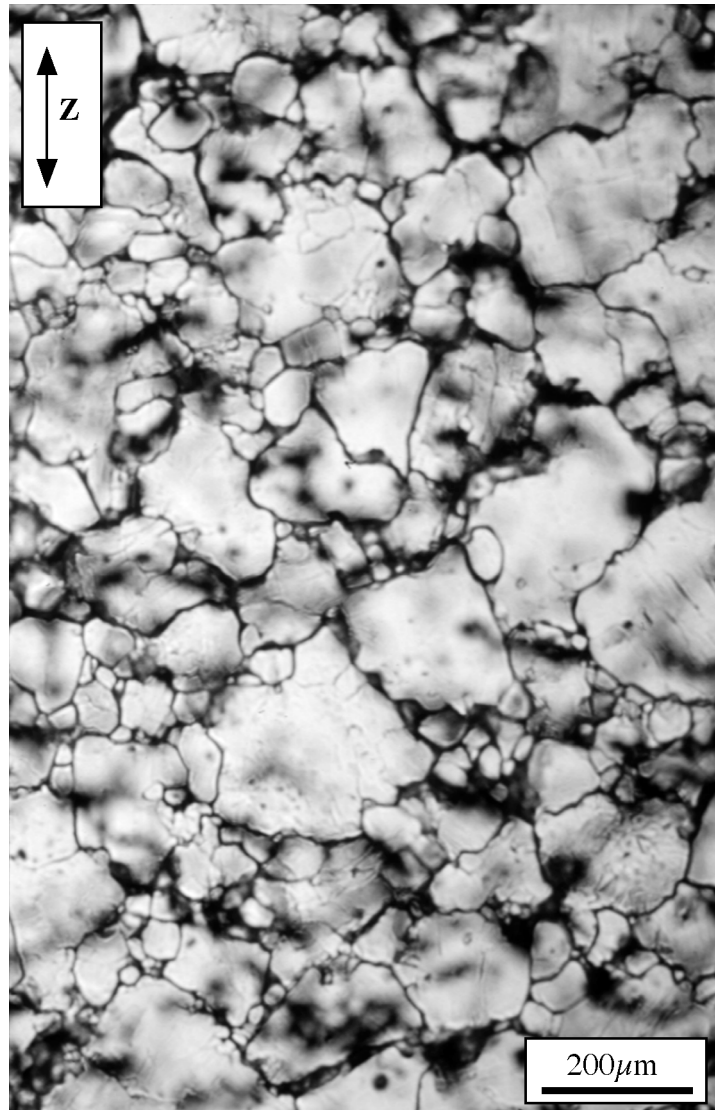


Abbildung 3.15a: Dünnschliff-Übersichtsaufnahme einer bei Raumtemperatur, 5 MPa Manteldruck und $3 \times 10^{-7} \text{s}^{-1}$ Verformungsrate deformierten NaClO_3 -Probe (ZDS07; Korngröße 212-250 μm). Die Bildung von diskreten Scherzonen ist in diese Probe nicht zu sehen.

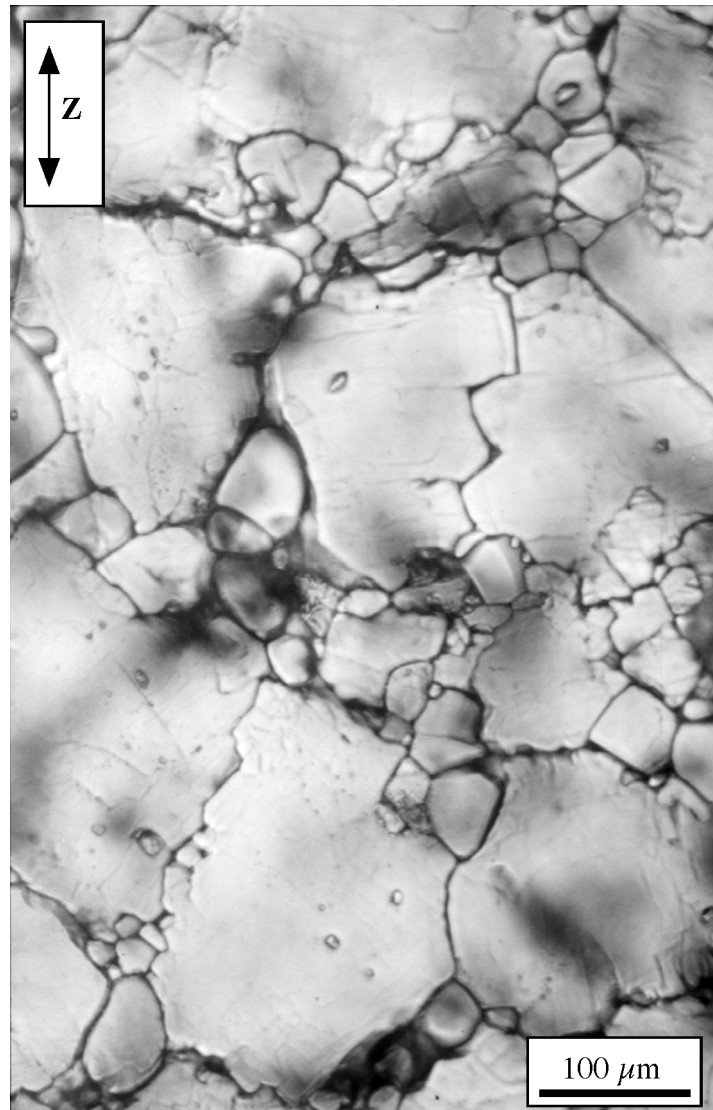


Abbildung 3.15b: Dünnschliff-Photo einer bei Raumtemperatur, 5 MPa Manteldruck und $3 \times 10^{-7} \text{s}^{-1}$ Verformungsrate deformierten NaClO_3 -Probe (ZDS07; Korngröße 212-250 μm). Die Körner sind kaum intern deformiert. Ihrer Korngrenzstruktur weist Strukturen auf, die durch Massentransfer-Prozessen gebildet sind.

Im allgemeinen unterscheiden sich die Strukturen in den Proben, die bei einer Verformungsrate von 10^{-6}s^{-1} deformiert wurden, in den mikroskopischen Aufnahmen durch den Verformungsbetrag, bei dem die Versuche durchgeführt wurden. Bei allen Proben, die bis zu einer etwa 10%-igen Verformung deformiert wurden, zeigt sich eine randliche Fragmentierung der Körner (Abb. 3.16). Diese neuen Fragmente wuchsen während der Deformation und nahmen meist eine euhedrische Form an. Diese Wachstumstrukturen sind der deutliche Beweis für einen Massentransferprozeß. Dies zeigt wiederum die Rolle des Fluides während der Deformation der Proben. Das intergranulare Fluid, das alle Körner benetzte, spielte die Rolle eines Transportmilieus. Das Fluid war eine NaClO_3 -gesättigte Lösung. Während der Deformation, ging in den hoch energetischen Bereichen Material in Lösung und verursachte eine Übersättigung. Der Überschuß in der Lösung wurde in energetisch günstigeren Bereichen ausgefällt.

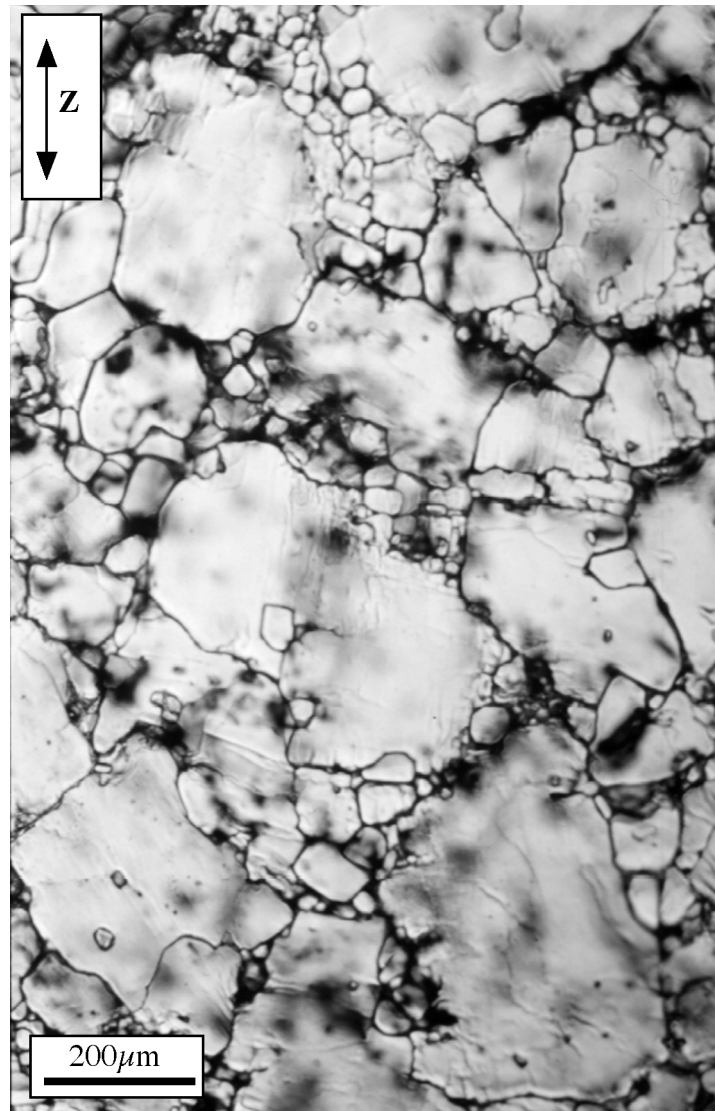


Abbildung 3.16: Dünnschliff-Photo einer bei Raumtemperatur, 5 MPa Manteldruck, $10^{-6} s^{-1}$ Verformungsrate und bis zu 10% Verformung deformierten $NaClO_3$ -Probe (Korngröße 250-500 μm). Hier ist es ein Beispielsstrukturen, die sich bei diesen Versuchsbedingungen in allen deformierten Proben bilden. Auffallend ist die randliche Fragmentierung der Körner und das Wachstum der Fragmente.

Bei höheren Verformungen (in der Regel höher als 20%) erhöhte sich der Fragmentierungsgrad in den Proben (Abb. 3.17 und 3.18). Die Körner zeigen interne Deformationsstrukturen (Risse, intragranulare Scherzonen, Fluideinschlüsse). Die Korngrößenreduktion war weit fortgeschritten. Es entstanden deutliche Scherbahnen, die eine höheren Verformung der Proben erlaubten.

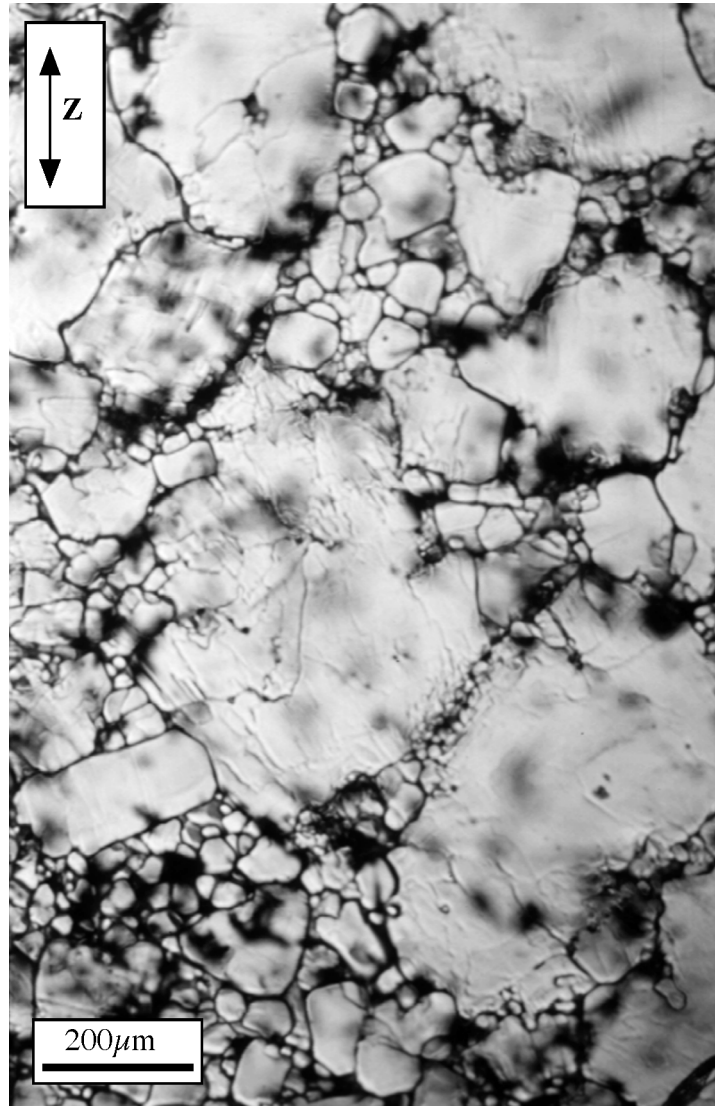


Abbildung 3.17: Dünnschliff-Photo einer bei Raumtemperatur, 5 MPa Manteldruck und bis zu 29% Verformung deformierten NaClO₃-Probe (ZDS04; Korngröße 250-500 µm). Bei diesen Bedingungen beobachtet man die Bildung der diskreten Scherzonen in den Proben.

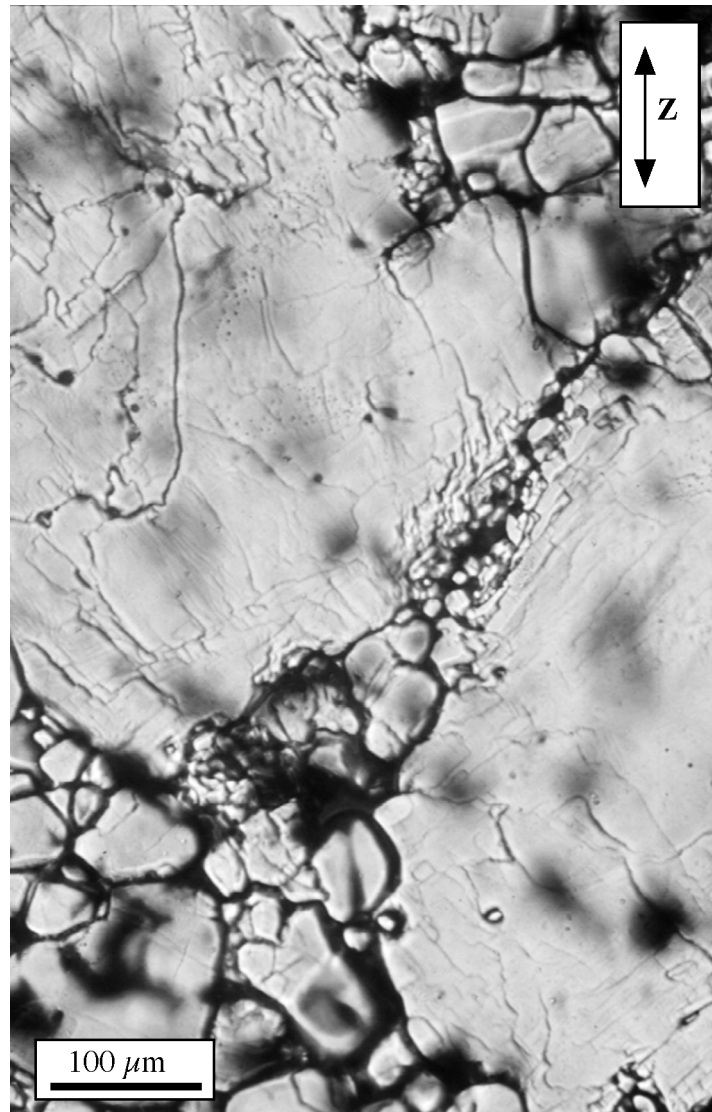


Abbildung 3.18: Vergrößerungsaufnahme eines Bereiches der Abbildung 3.17. Hier ist es deutlich zu sehen wie die randliche Fragmentierung statt findet. Die Risse, die sich in den Körnern bilden, sind alle kristallographisch orientiert und bilden ein machenartige Struktur.

Das Wachstum der Fragmente war in diesen Proben größer. Lange nach Versuchsende zeigten mikroskopische Beobachtungen der Proben, daß das Wachstum der Körner aufgehört hatte, da die Größe dieser Körner konstant blieb. Dies ist ein Hinweis darauf, daß dieses Wachstum von Verformung und Spannung abhängig ist.

Die Bildung von Scherzonen kann in allen deformierten Proben beobachtet werden. In den Proben mit geringerer Korngröße waren diese Scherzonen überwiegend intergranular, während sie in den grobkörnigeren inter- und intragranular ausgebildet waren. Alle Scherzonen waren kataklastisch. Sie entwickelten sich meist senkrecht zu Hauptverkürzungsrichtung vom Rand der Körner aus (Abb. 3.19) und waren mit feinkörnigen Fragmenten belegt. Auffallend ist die maschenartige Struktur der fragmentbildenden Risse. Bei diesen Rissen handelt es sich um kristallographisch orientierte Risse, die sich durch Stress-Korrosionsprozesse gebildet haben (Abb. 3.20) (siehe folgenden Kapitel 4). Bei fortlaufender Verformung konnten diese Fragmente wachsen. Wie in Abbildung 3.21 zu sehen ist, wuchs ein Teil dieser Fragmente entlang von Scherzonen, während andere sich auflösten und durch die Scherbewegungen rotiert wurden. Die wachsenden Fragmenten verblieben in ihrer Lage und nahmen eine idiomorphe Form an. Sie konnten relativ groß werden (Abb. 3.22).

Im allgemeinen war bei höheren Verformungsbeträgen die Bildung intragranularer Scherzonen typisch. Bei diesen Scherzonen handelte es sich um kataklastische Scherzonen, in denen eine starke Fragmentierung der Körner stattfand. Die mikroskopische Aufnahme in Abbildung 3.23, die bei einer ca. 20%-igen Verformung einer grobkörnigen Probe aufgenommen wurde, zeigt mehrere kataklastische Scherzonen. Die Hauptscherzone, die in der Mitte des Kornes verläuft, ist mit gewachsenen Fragmente belegt. Eine Vergrößerung dieses Bereiches (Abb. 3.24) zeigt, daß die Fragmente stark gewachsen waren und dadurch eine euhedrischen Form annahmen. Diese gewachsenen Fragmente wiesen spröde Deformationsstrukturen auf.

Abbildung 3.19: Dünnschliff-Photo einer bei Raumtemperatur, 5 MPa Manteldruck, $10^{-6}s^{-1}$ Verformungsrate und bis zu 21% Verformung deformierten $NaClO_3$ -Probe (ZDS02; Korngröße 1-2 mm). Rechts des Bildes ist der Rand des Kornes. Hier ist die Verbreitung einer kataklastischen Scherzone in einen Korn zu sehen. Die kleinen Pfeilen zeigen wie kleine Kristallographischorientierte Risse sich in dem Kristall sich entwickeln. Der große Pfeil zeigt die haupt Verbreitungsrichtung der Scherzone.

Abbildung 3.20: Dünnschliff-Photo einer bei Raumtemperatur, 5 MPa Manteldruck, $10^{-6}s^{-1}$ Verformungsrate und bis zu 21% Verformung deformierten $NaClO_3$ -Probe (ZDS02; Korngröße 1-2 mm). Die Verbreitung und Vernetzung der Risse führt zur Bildung von Scherzonen, die mit Fragmenten belegt sind.

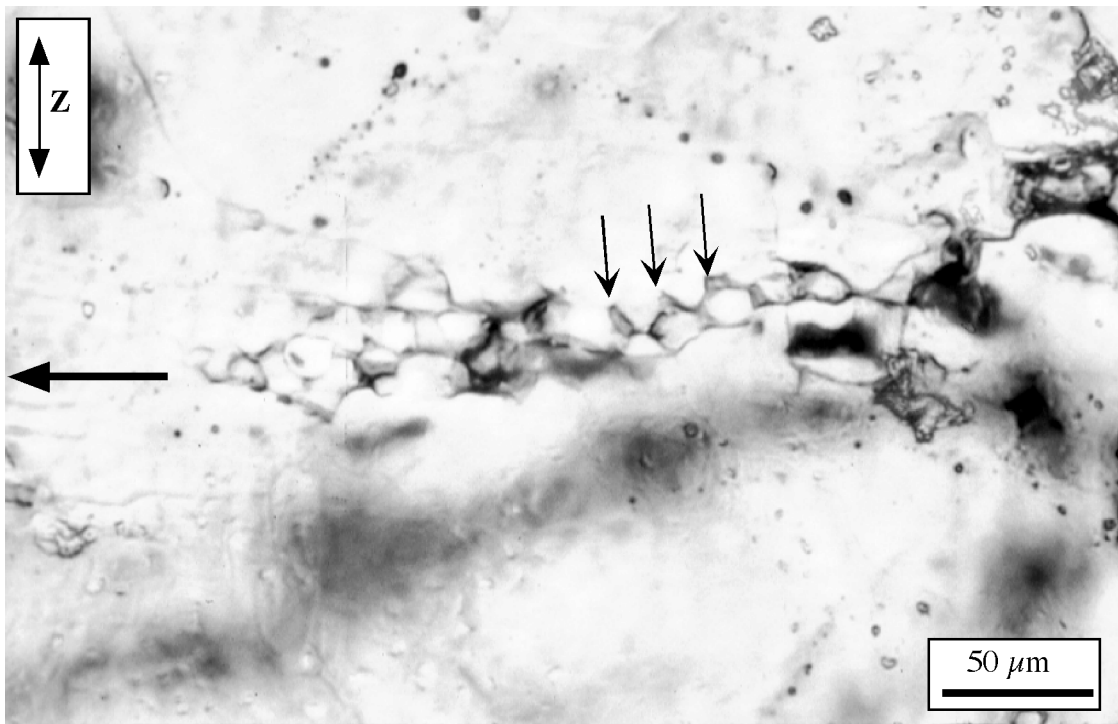


Abbildung 3.19

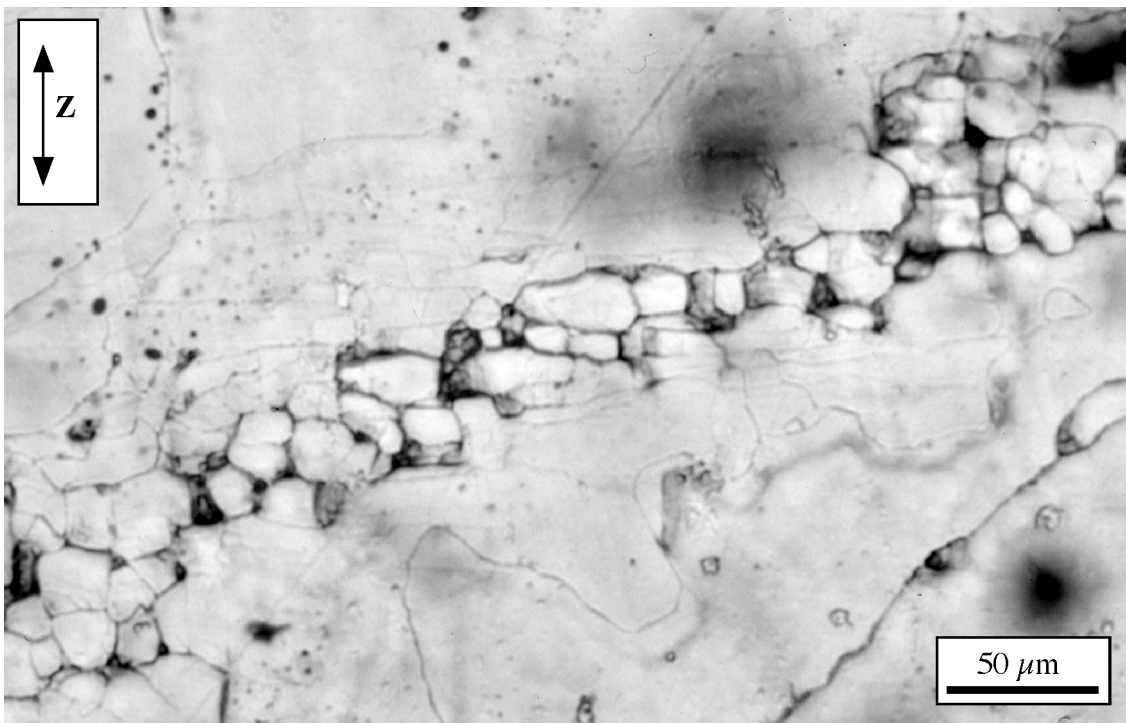


Abbildung 3.20

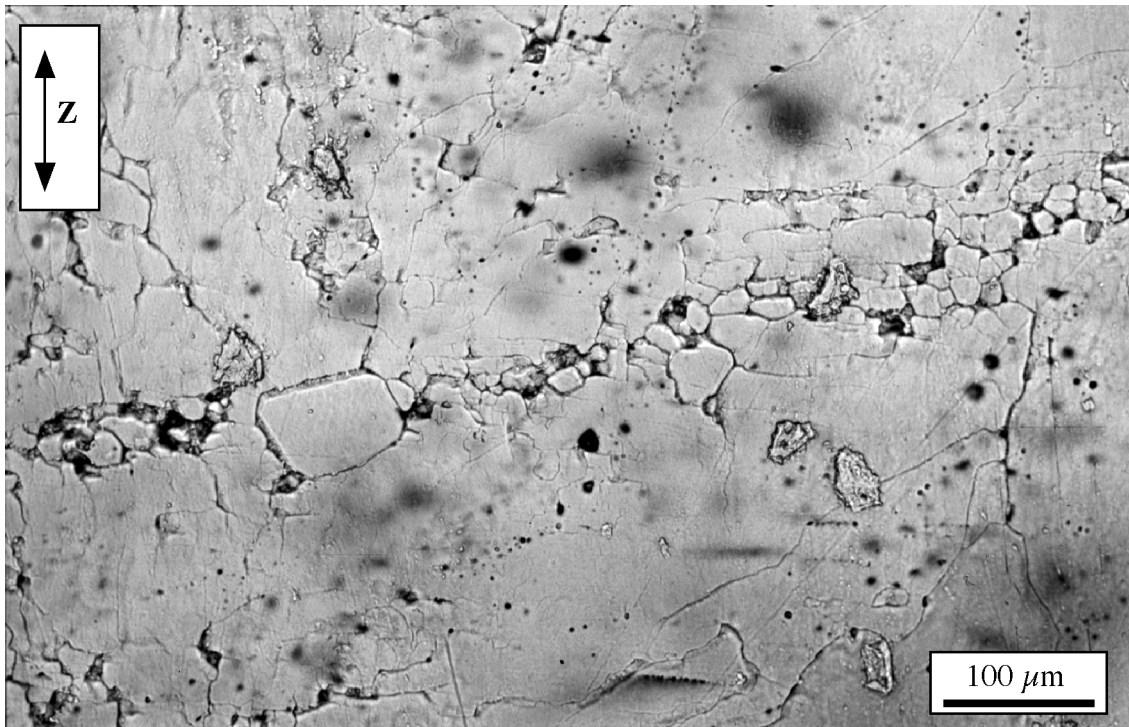


Abbildung 3.21: Dünnschliff-Photo einer bei Raumtemperatur, 5 MPa Manteldruck, $10^6 s^{-1}$ Verformungsrate und bis zu 21% Verformung deformierten $NaClO_3$ -Probe (ZDS02; Korngröße 1-2 mm). Sind die Scherzonen gebildet, beginnen Fragmente zu wachsen und nehmen somit eine euhedrischen Form.



Abbildung 3.22: Dünnschliff-Photo einer bei Raumtemperatur, 5 MPa Manteldruck, $10^6 s^{-1}$ Verformungsrate und bis zu 21% Verformung deformierten $NaClO_3$ -Probe (ZDS02; Korngröße 1-2 mm). Die wachsenden Fragmenten können relativ sehr groß werden und verhindern somit die weitere Bewegung der Scherzone.

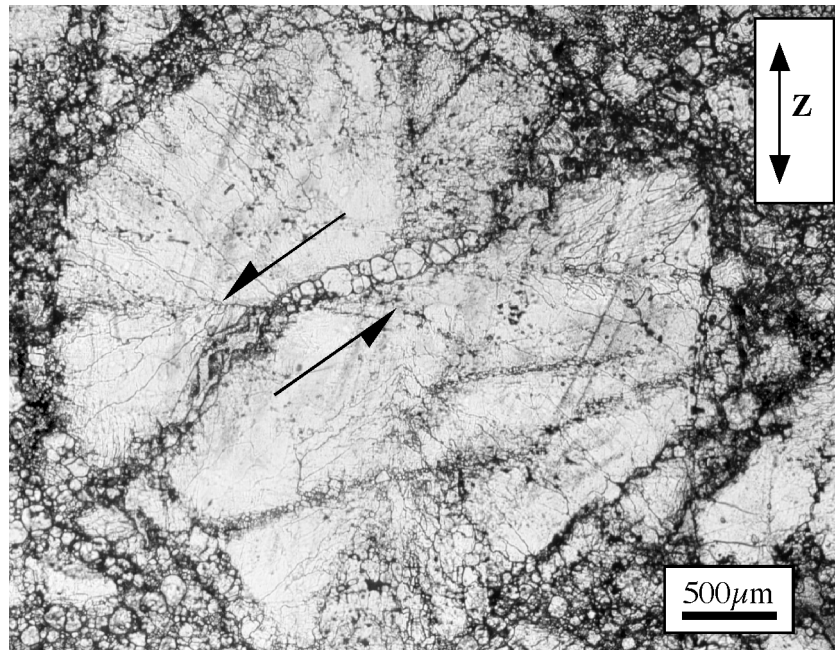


Abbildung 3.23: Dünnschliff-Photo einer bei Raumtemperatur, 5 MPa Mantel-
druck, $10^{-6}s^{-1}$ Verformungsrate und bis zu 21% Verformung deformierten
 $NaClO_3$ -Probe (ZDS02; Korngröße 1-2 mm). Das Korn ist von mehreren
Scherzonen durchquert. Die mittlere Hauptscherzone ist sinistral und belegt
von euhedriscen neu gewachsenen Körnern (s. auch Vergrößerung in Abb.
24).

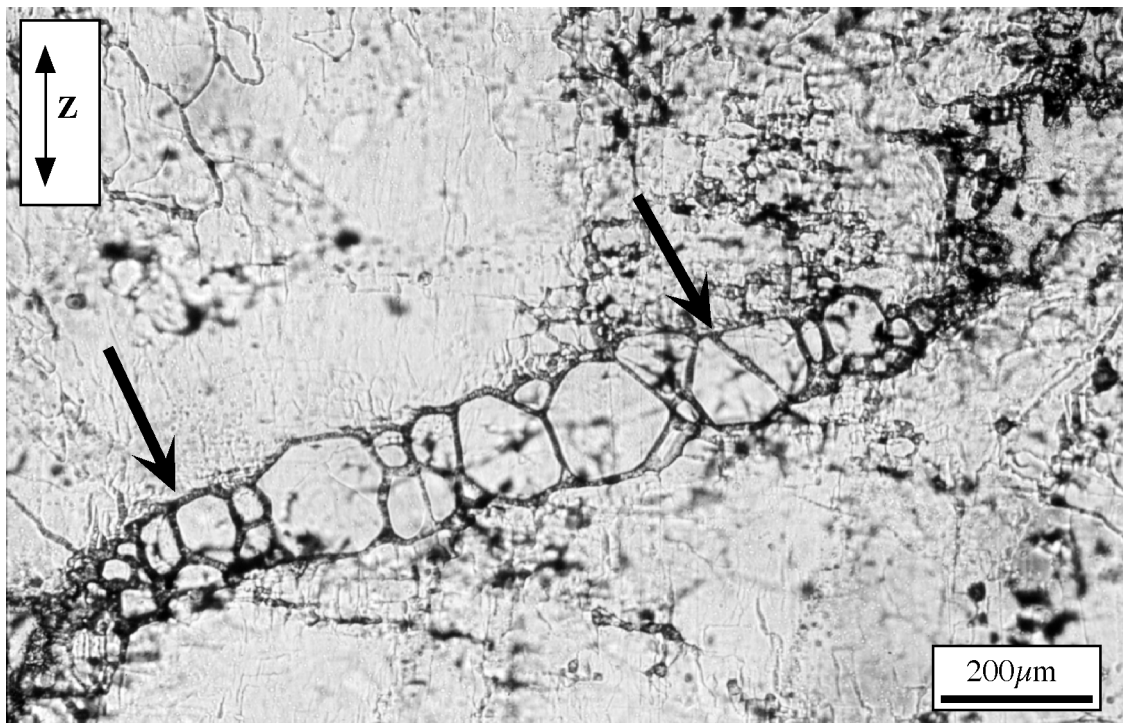


Abbildung 3.24: Vergrößerungsaufnahme der Hauptscherzonen Bereich (Abb. 3.23). Die Fragmente sind
sehr groß gewachsen und verhindern somit die Bewegung entlang dieser Scherzone. Eine weitere Deform-
ation kann nur durch das spröden Verhalten der Körner und durch das Korngrenzgleiten erlaubt.

3.5 Diskussion

Die Experimente zeigen, daß bei der Deformation naß kompaktierter Natriumchlorat-Proben unter 5 MPa Manteldruck, bei Raumtemperatur und verschiedenen Verformungsraten eine duktile Verformung bis zu 20% möglich war. Dies ist in sofern ein wichtiger Befund, da es sich um ein elastisch/sprödes Salz handelt. Der Verlauf der Spannungs-/Verformungs-Kurven der Versuche konnte in drei Stadien unterteilt werden, die wie folgt interpretiert werden:

Im Stadium I der Deformation (Abb. 3.5) werden wahrscheinlich ein Teil der präexistenten Mikrodiskontinuitäten und Poren der Probe geschlossen. Dieser Vorgang verursacht eine geringfügige Verkürzung der Probe. Der hohe Anteil der Deformation in diesem Stadium könnte durch Bildung und Ausbreitung von Mikrorissen, Drucklösungs- und Fällungsprozesse und Korngrenzgleiten entstehen.

Die fortschreitende Bildung, Ausbreitung und Öffnung der Risse in Stadium I läßt sich durch ein beginnendes Abweichen der Spannungs-/Verformungs-Kurve von ihrem linearen Verlauf erklären (Stadium II) (Abb. 3.5). Dieses Abweichen weist auf eine beginnende Instabilität des Systems hin, und leitet zur Ausbildung einer oder mehrerer duktilen Scherzonen über.

Nach Erreichen des Yield-Punktes werden die Proben schwächer, fallen aber nicht auseinander. Sie behalten eine gewisse Festigkeit. Dies könnte auf den residualen Scherwiderstand durch die Reibungswiderstände (Unregelmäßigkeiten) entlang der Scherzonen zurückzuführen sein. Diese müssen erst durch Auflösung entfernt und/oder gebrochen werden bevor Bewegung stattfinden kann. Die lokalen Widerstände sind geringer als die Bruchfestigkeit der gesamten Probe. Aus den Spannungs-/Verformungs-Diagrammen ist zu entnehmen, daß kataklastische Fließen der Proben vorherrscht. Die Dünnschliffuntersuchungen zeigen, daß bei einem Verformungsbetrag, der dem Yield-Punkt entspricht, eine durchgreifende Kornzerkleinerung stattfindet, wodurch die Primärstruktur oft nicht mehr zu erkennen ist.

Aus den Spannungs-/Verformungs-Diagrammen könnte der Anstieg der Fließspannung in Stadium III durch eine Erhöhung der Reibung entlang der Scherzonen erklärt werden. Dies geht aber nicht, da der Manteldruck während des Versuches konstant gehalten wurde. Die Härtung der Proben bei der Deformation war somit nicht durch eine Zunahme der Normalspannung in den Scherzonen während des Versuches zu erklären. Gleichfalls kann die Härtung nicht durch Verformungshärtung "wie bei kristallplastischer Verformung üblich" durch Zunahme der Versetzungsdichte erklärt werden, da sich NaClO_3 nicht kristallplastisch verhält. Möglicherweise wurde die Härtung durch eine strukturelle Änderung innerhalb und entlang der gebildeten Scherzonen verursacht. Dies konnte durch mikroskopischen Analysen der deformierten Proben genauer bestimmt, studiert und wie folgt erklärt werden:

In den Versuchen, bei denen Proben gleicher Korngröße, unter gleichen Bedingungen deformiert wurden, verläuft die Spannungs-/Verformungs-Kurve bei Verformungsraten kleiner als 10^{-6}s^{-1} nicht über einen Yield-Punkt. Die mikroskopischen Beobachtungen zeigen, daß diese Proben nicht kataklastisch deformiert werden und sie weisen keine Scherzonen auf. Der Hauptdeformationsprozeß müßte Drucklösung und zeitabhängiges Korngrenzgleiten sein. Im Gegensatz dazu weisen die Proben, die bei einer Verformungsrate von 10^{-6}s^{-1} deformiert wurden, kataklastische Scherzonen auf. Hier zeigt sich, daß das rheologische Verhalten der Natriumchlorat-Proben bei diesen Versuchsbedingungen von der Verformungsrate abhängig ist. Das Auftreten eines Yield-Punktes und die anschließende Schwächung sind mit dem Auftreten von Scherzonen zu korrelieren.

Bei der Deformation von Proben gleicher Korngrößenfraktion unter gleicher Versuchsbedingungen, sind die mechanischen Daten fast immer gleich. Alle Spannungs-/Verformungs-Kurven zeigen einen ähnlichen Verlauf und weisen einen Yield-Punkt auf, dessen Betrag immer gleich ist. Trocknet man die Probe vor der Deformation, erhöht sich die Yield-Spannung drastisch. Die mikroskopischen Beobachtungen zeigen, daß sich bei den trockenen, deformierten Proben diskrete Scherzonen bilden und die Körner nur spröde reagieren. Massentransferstrukturen (wie konkav/konvexe Korn-Korn-Kontakte und Wachstum von Fragmenten) sind in diesen Proben kaum zu sehen. Die diskreten Scherzonen sind mit extrem feinkörnigem Material belegt. Dagegen zeigen die mikroskopischen Beobachtungen der deformierten, nassen Proben, daß die Scherzonen mit größeren Bruchfragmenten und neu gewachsenen Körner belegt sind. Diese Fragmente weisen Strukturen auf, die durch Massentransferprozesse (Wachstums-, Drucklösungs- und Fällungserscheinungen) entstanden sind. Die Scherzonen sind in der Regel nicht diskret und unterscheiden sich sehr von denen, die in trockenen deformierten Proben auftauchen (Abb. 3.25).

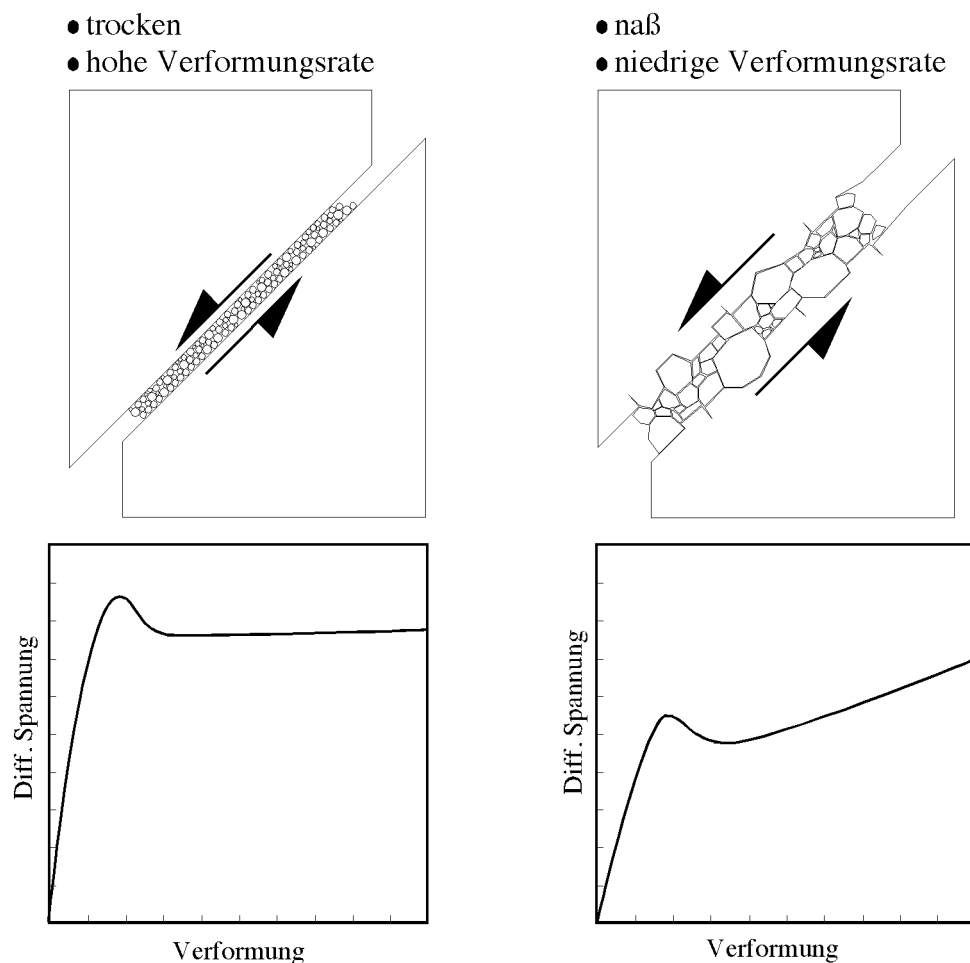


Abbildung 3.25: Schematische Darstellungen der Bildung intragranularer Scherzonen (oben) und des Verlaufs der Spannungs/Verformungskurve bei duktiler Deformation polykristalliner Natriumchlorat-Proben (unten; beide Diagramme im gleichen Maßstab). Links oben: Bei hoher Verformungsrate und trockener Probe bildet sich eine diskrete, spröde Scherzone, die von feinkörnigen Fragmenten belegt ist. Der Betrag des Yield-Punktes ist in diesem Fall sehr hoch und die Probe härtet nach der Schwächungsphase nicht (links unten). Rechts oben bei niedriger Verformungsrate und nasser Probe bildet sich eine Scherzone, die von großen Fragmenten belegt ist. Die Fragmente wachsen während der Deformation. Der Betrag des Yield-Punktes ist in diesem Fall niedriger (rechts unten). Nach der Schwächungsphase härtet die Probe.

Im allgemeinen zeigen alle Proben unterschiedlicher Korngröße, die naß, bei einer Verformungsrate von 10^{-6}s^{-1} , bei Raumtemperatur und unter 5 MPa Manteldruck deformiert wurden, in einem Differentialspannungs-/Verformungs-Diagramm einen Yield-Punkt gefolgt von einer Schwächungsphase.

Bei der Deformation von Proben unterschiedlicher Korngröße ergeben sich bei größeren Körnern höhere Yield-Spannungen (s. Abb. 3.9). In der logarithmischen Darstellung der Abhängigkeit der Yield-Spannung von der Korngröße (Abb. 3.10) ergibt sich eine Regressionsgerade mit der Potenzfunktion:

$$y = 3x^{0.29}$$

Am Verformungsbetrag des Yield-Punktes, bei einer Anpassung der mechanischen Daten zu einem rheologischen Gesetz in Form von $d \propto \sigma$, (wobei d die Korngröße ist und σ die Yield-Spannung), ergibt sich, daß bei konstanten Verformungsraten eine Erhöhung der Korngröße um eine Größenordnung eine Erhöhung der Spannung um etwa 3 Größenordnungen zur Folge hat. Diese Anpassung veranschaulicht nur die Abhängigkeit der Spannung von der Korngröße. Sie stellt *kein* rheologisches Gesetz dar.

Während der Deformation dieser Proben bilden sich kataklastische Scherzonen. Mikroskopische Beobachtungen zeigen sowohl inter- als auch intragranulare Scherzonen. Aus diesen Beobachtungen folgt, daß sich bei Proben kleinster Korngröße die Scherzonen entlang der Korngrenzen bilden. Es zerbrechen weniger Körner und die Korngrenzen werden bevorzugt für die Ausbildung der Scherzonen genutzt. Im Gegensatz dazu, ist es bei grobkörnigeren Proben notwendig, daß mehr Körner geschnitten werden, damit sich die Scherzonen bilden können. Daher verlaufen sie sowohl inter- als auch intragranular. Dies erklärt, warum sich die größeren Proben einer Deformation eher „widersetzen“ als die feinkörnigeren Proben.

Die intragranularen Scherzonen, wie in Abbildung 3.19 zu sehen, entwickelten sich senkrecht zu Hauptverkürzungsrichtung. Dies stimmt mit den Beobachtungen in natürlich deformierten Quarzen von Hippert und Egydio-silva (1996) überein. Die Risse, die diese Scherzonen bilden, breiten sich bevorzugt senkrecht zur Hauptverkürzungsrichtung aus. Sie vernetzen sich und bilden Bruchfragmente, die eine maschenartige Struktur zeigen.

Eine weitere Beobachtung ist der subparallele Verlauf der Spannungs-/Verformungs-Kurven aller Proben. Nach der Schwächungsphase, die nach dem Erreichen des Yield-Punktes eintritt, schließt sich immer eine Härtungsphase an. Mikroskopisch läßt sich feststellen, daß immer entlang und in den Scherzonen Fragmente gebildet werden, die schließlich infolge von Massentransferprozessen weiterwachsen. Während ihres Wachstums entwickeln sie einen idiomorphen Habitus und können relativ groß werden. Genau dieses Wachstum ist die Erklärung für die Härtung der Proben. Die Fragmente werden größer und erschweren so die Scherung. Dieser Prozeß wird auch texturale Härtung genannt.

Die Deformation steckt somit in der Bewegung der Scherzone, die durch Korngrenzgleiten und spröde Reaktion von xenomorphen Körnern bewirkt wird (s. Abb. 3.24). Dies könnte wiederum den Verlauf der Härtungsphase erklären, der im Spannungs-/Verformungs-Diagramm meistens eine stufenartige Form hat.

Bei den Entlastungsversuchen wurde, nachdem eine gewisse Verformung erreicht war, die Probe entlastet, allerdings unter Beibehaltung des Manteldrucks. Nach 24 Stunden wurde die Probe erneut belastet. Dabei zeigt sich, daß der Härtungseffekt ausbleibt. Die Probe deformiert weiter, so als ob keine Entlastungsphase stattgefunden hätte. Es scheint, daß während der Entlastungsphase in der Scherzone keine texturale Änderung stattfindet. Dies läßt sich wie

folgt erklären: den Brok, Zahid und Passchier (1999) haben gezeigt, daß in NaClO_3 -Aggregaten Kristallwachstum nur auftritt, wenn die Aggregate unter einer Differentialspannung stehen. Es kann daher nicht ausgeschlossen werden, daß dies auch in den hier durchgeführten Versuchen der Fall ist. Dies würde bedeuten, daß nur unter Differentialspannung ein Wachstum der Fragmente in den Scherzonen möglich wäre und so eine Härtung der Proben erfolgen könnte. Weiterhin laufen die Spannungs-/Verformungs-Kurven bei Wiederbelastung nicht über einen Yield-Punkt. Dies ist eine Folge des Reaktivierens der vorhandenen Scherzonen.

3.6 Zusammenfassung und Folgerungen

Die Triaxial-Versuche erlauben keine mikroskopische Verfolgung der Entstehung von Scherzonen. Dies war technisch nicht möglich, da die Versuche in einer Druckzelle stattfanden. Aber die mikroskopischen Beobachtungen der unterschiedlichen Strukturen bei verschiedenen Bedingungen erlaubten zusammen mit den Ergebnissen der in-situ Deformations- und Indentationsversuche (s. Kapitel 4) Rückschlüsse auf die Prozesse, die zur Ausbildung duktiler Scherzonen bei der Deformation naß kompaktierter Natriumchlorat-Proben führen könnten. Die mechanischen Daten zeigen, daß das rheologische Verhalten dieser Proben stark vom Wassergehalt, von der Verformungsrate und der Korngröße der Proben abhängig ist. In dieser Versuchsreihe wurde allerdings nicht der Effekt der Temperatur und der Porosität untersucht.

Aus diesen Experimenten läßt sich ein Model für die Entwicklung kataklastischer Scherzonen während einer duktilen Deformation naß kompaktierter Natriumchlorat-Proben erstellen:

Die Entstehung von Mikrorissen an Korngrenzen und ihre Ausbreitung in Körner senkrecht zur Hauptverkürzungsrichtung ist ein Hinweis darauf, daß sich die Risse bevorzugt entlang von Zonen höherer Spannung durch Stresskorrosionsprozesse (Abb. 3.19) in den Körnern ausbreiten. Ihre Propagation verursacht eine kataklastische Deformation der Körner, die durch Bildung kleiner Fragmente entlang dieser Zonen dokumentiert werden kann.

Am Yield-Punkt ist, die Bruchfestigkeit des Materials erreicht und die fragmentierten Körner brechen. Dabei werden die Bereiche mit kleinen Fragmenten als Bahnen genutzt, womit die weitere Deformation begünstigt wird. Es entstehen deutliche Scherzonen mit Fragmenten. Während der Schwächungsphase zerbrechen die Proben nicht und behalten immer eine bestimmte Festigkeit. Dies ist auf den residualen Scherwiderstand durch Reibungs widerstände (wie z.B. Rollen und Reiben der Fragmente gegen Scherzonenwände) entlang der Scherzonen zurückzuführen. Diese Widerstände sind geringer als die Bruchfestigkeit der gesamten Probe. Nach dieser Phase erfolgt bei weiterer Deformation die Härtung der Proben. Diese Härtung ist auf das Wachsen der Fragmente entlang und in den Scherzonen zurückzuführen.

Da sich die Risse von der Korngrenze in das Kristallinnere entwickelten, sollte außerdem die Rolle der Korngrenze und ihr Verhalten während des Deformationsprozesses untersucht werden. Außerdem stellte sich die Frage, wie sich die Risse senkrecht zur Hauptverkürzungsrichtung ausbilden und was die treibende Kraft für dieses Verhalten ist. Um diese Fragen zu beantworten wurden in-situ Experimente durchgeführt, die eine Beobachtung der entstandenen Strukturen und ihre Entwicklung während der duktilen Deformation erlaubten.

Kapitel 4

In-situ Deformationsversuche

4.1 Einleitung

Es wurden viele experimentelle Untersuchungen über Scherzonen an körnigen Analogmaterialien durchgeführt, z.B. von Mandl, de Jong und Maltha (1977) und Means (1977). Bisher war es lediglich möglich die Anfangs- und Endzustände des deformierten Materials zu beobachten. Es stellt sich jedoch die Frage, wie sich die Deformationsstrukturen bei höherer Verformung bilden und wie weit sie sich während der Deformation entwickeln.

Bereits bei früheren Untersuchungen wurde bei uniaxialer (Zahid 1998) und in situ Deformation (den Brok et al. 1998) kompakter Proben aus nassen NaClO_3 -Aggregaten festgestellt, daß zeitabhängige "langsame" Kataklyse auftrat (Abb. 4.1). Der Verformungsgrad war bei diesen Versuchen aber nicht meßbar. Die Kataklyse war das Ergebnis der Entwicklung und Vernetzung von Rissen, die ihrerseits durch lokalen Auflösungserscheinungen in Kristallen entstanden (den Brok et al. 1998). Ziel der Experimente, die in diesem Kapitel vorgestellt werden, war es, die polykristallinen Proben bei höheren Verformungsbeträgen zu deformieren. Die Aufgabe bestand darin die entstehenden Strukturen und deren Entwicklung in situ zu beobachten, zu dokumentieren und zu studieren.

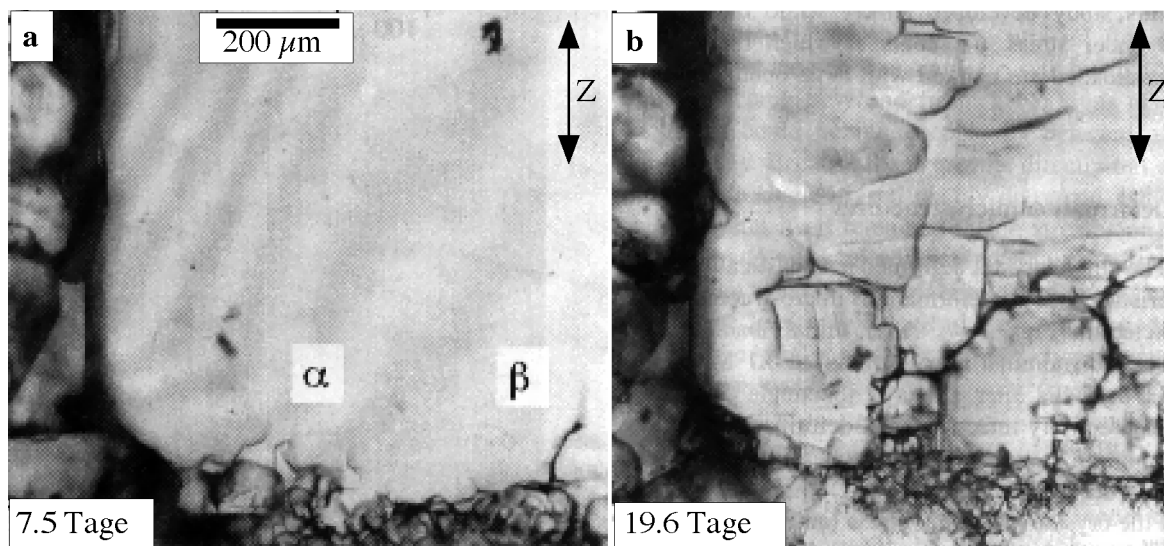


Abbildung 4.1: Entwicklung kataklastischer Deformation in einem nassen NaClO_3 -Aggregat (in-situ Aufnahmen) unter senkrechter maximaler Hauptspannung. (a) Beginnende Rißbildung in untere Bereich des Kornes und fortschreitende Rißbildung nach oben (im Bild) nach 7.5 Tage. (b) Nach 19.6 Tag erkennt man eine Vernetzung und Ausbreitung der Risse, die zur Bildung von neue Körnern führt. (den Brok et al, 1998, S. 88).

Ein Versuchsaufbau wurde konstruiert, der die Möglichkeit bot, während einer nassen Deformation bei Raumtemperatur und atmosphärischem Druck die Bildung und Entwicklung von Deformationsstrukturen in-situ unter dem Mikroskop zu verfolgen. Die Probe wurde durch reine Scherung deformiert. Bei den Proben handelte es sich um dicht kompaktierte, körnige Natriumchlorat-(NaClO_3)-Aggregate. Die Proben wurden in Anwesenheit einer NaClO_3 -gesättigten Lösung in das Gerät eingebracht. Anschließend wurden sie deformiert.

Bei dem Versuch ist es nicht gelungen, höhere Verformungsbeträge zu erreichen. Die Ergebnisse aus diesem Versuch geben jedoch wertvolle Informationen über das Anfangsstadium der Entstehung von Kataklastenstrukturen. Unter Spannung bildeten sich auf den Kornoberflächen Lösungsrillen. Diese entwickelten sich senkrecht zur Verkürzungsrichtung bzw. zur maximalen kompressiven Hauptspannung zu Rissen weiter, die sich im Verlauf des Versuches vernetzten und zur Bildung von Fragmenten führten.

4.2 Probenvorbereitung

Dieses Kapitel behandelt einen Versuch. Die Probe, die in diesem Versuch deformiert wurde, wurde durch nasse Kompaktion vorbereitet. Ziel der Probenvorbereitung war es, ein dicht kompaktiertes Natriumchlorat-Aggregat mit einer möglichst geringen Porosität zu erhalten. Die Probe sollte 20 mm lang, 6 mm breit und 0.5 mm dick sein. Ferner sollten die Flächen dieser Probe möglichst glatt und planparallel sein, so daß so wenig wie möglich Reibungseffekte mit den Wänden des Deformationsgefäßes erzeugt werden, und die Deformation der Probe demzufolge nicht gestört wird. Zu diesem Zweck wurde ein Preßwerkzeug angefertigt, das genau die oben genannten Maße hatte (Abb. 4.2). Zur Anfertigung der Probe wurde zuerst eine bestimmte Menge an NaClO_3 -Körnern in das Preßwerkzeug eingebracht. Danach wurden einige Tropfen einer gesättigten Natriumchlorat-Lösung zugegeben. Das Präparat wurde dann zuerst eine halbe Stunde lang mit 1 MPa trocken bei Raumtemperatur gepreßt, so daß eine dichte Packung erreicht wurde ohne daß es zu einer spröden Deformation der Körner kam. Anschließend wurde die Probe mit Hilfe einer Enerpacpresse, über 48 Stunden lang bei einer Temperatur von etwa 230 bis 235°C (entspricht etwa 0.9 mal der Schmelztemperatur) bei 40 MPa weiter kompaktiert.

Während dieser Vorbereitungsphase konnte der Zustand der Probe jederzeit unter dem Mikroskop kontrolliert werden. Zu diesem Zweck wurden die Stempel des Preßwerkzeugs entfernt, so daß die Probe studiert und beobachtet werden konnte. War die Probe kompaktiert und die Porosität gering wurde sie langsam auf Raumtemperatur abgekühlt und anschließend entlastet. Verschiedene Proben wurden angefertigt. Die beste Probe wurde auf 0.50 ± 0.02 mm Dicke abgeschliffen, poliert und in das Deformationsgefäß eingebracht.

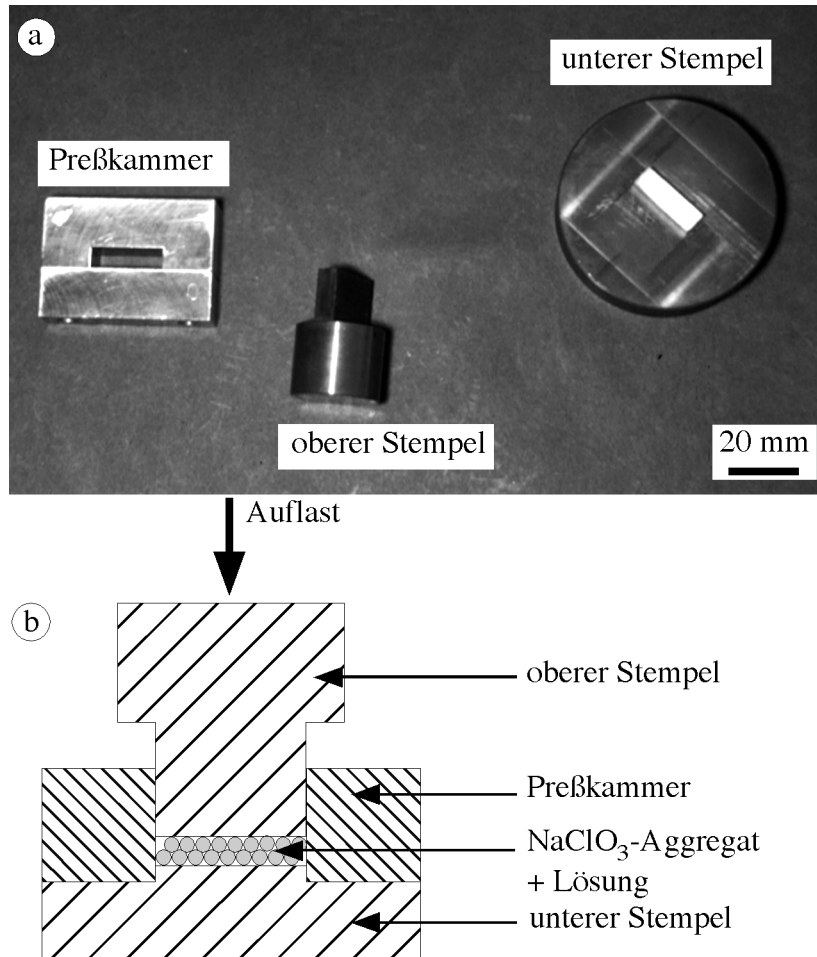


Abbildung 4.2: (a) Photographische Aufnahme der Preßwerkzeug-Bauteile. (b) Schematische Darstellung des Preßwerkzeuges (longitudinaler Schnitt, maßstabsgetreu).

4.3 Geräte und Methode

Bei dem Gerät handelte es sich um ein umgebautes Horizontal-Mikroskop (Abb. 4.3) an dem das Deformationsgefäß fest angebracht wurde. Es stand senkrecht, so daß die Probe vertikal deformiert werden konnte. Die Optik des Mikroskops konnte unabhängig von dem Deformationsgefäß bewegt werden. Dies erlaubte einen ungestörten Versuchsablauf.

Bei dem Deformationsgefäß handelte es sich um eine U-förmige, 0.50 ± 0.01 mm dicke Vanadium-Stahlplatte (V2A), die zwischen zwei Objektträger der Größe $50 \times 50 \text{ mm}^2$ mit Loctite 350 UV-Kleber geklebt wurde (Abb. 4.3).

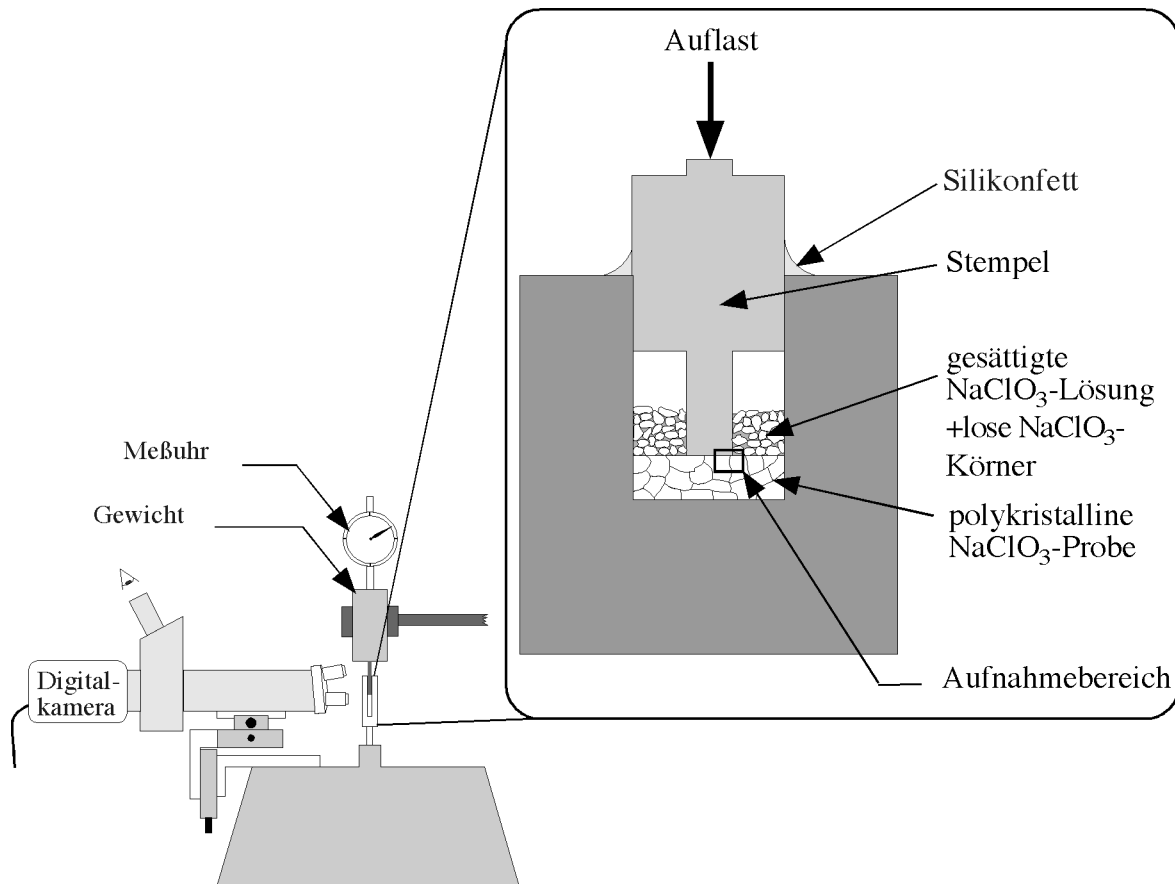


Abbildung 4.3: Schematische Darstellung des Horizontalmikroskops mit Deformationsgefäß. Im Vergrößerungsausschnitt ist eine schematisierte maßstabgetreue Skizze des Versuchsaufbaus dargestellt: Eingezeichnet ist der Aufnahmebereich (kleines Quadrat) für die Sequenzaufnahmen der Abbildungen 4.7a bis 4.7e.

Die Probe lag direkt auf der unteren Kante der U-förmigen Platte auf. Ein Stempel wurde mittig auf die Probe gestellt, so daß die Probe durch reine Scherung deformiert wurde (Abb. 4.4). Der Zwischenraum zwischen dem Stempel und den Wänden der U-förmigen Platte wurde mit losen NaClO₃-Körnern gefüllt, um eventuelle Konvektionsströmungen in der Lösung zu ver-

meiden. Mit Hilfe einer Spritze wurde durch die obere Öffnung des Deformationsgefäßes, eine NaClO_3 -gesättigte Lösung zugegeben. Die Öffnung wurde anschließend mit Silikonfett abgedichtet, um ein Verdampfen der Lösung zu verhindern. Auf dem Stempel ruhte ein Gewicht, das die Probe in vertikaler Richtung beanspruchte.

Um die Deformation der Probe zu messen wurde eine Meßuhr angebracht, deren Fühler gerade die Oberseite des Gewichts berührte. Bei Deformation sank das Gewicht nach unten, und man konnte an der Meßuhr in bestimmten Zeitabständen die Wegänderung ablesen.

Im Versuchsverlauf wurden mit Hilfe einer digitalen Kamera (TK-1070E JVC) und des Programms NIH-image (von National Institut of Health, USA) Bilder mit einer bestimmten Frequenz ($F = 1/t$; t ist die Aufnahmeperiode in Sekunden) aufgenommen. Diese Bilder wurden zu einem Film zusammengesetzt. Dies erlaubte eine einfache und gute Dokumentation des Versuches. Durch die Frequenz der Bildaufnahme kann die Dauer des Versuches zurückgerechnet werden.

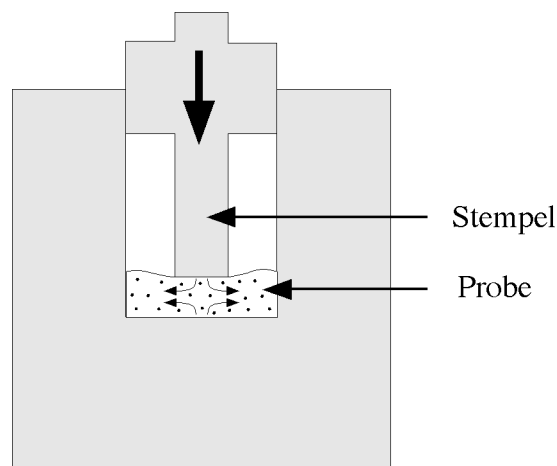


Abbildung 4.4: Maßstabgetreue schematische Darstellung des Deformationsgefäßes mit eingebauter Probe. Zu sehen ist, wie die Probe deformiert bei einer reinen Scherung wurde.

4.4 Ergebnisse

In diesem Versuch (NCSZ6) wurde die Spannung in drei Stufen erhöht. Die maximale Spannung betrug 14.5 ± 0.5 MPa. Während des Versuch wurden in unregelmäßigen Zeit-abständen Sequenz-Übersichtsaufnahmen (vgl. Abbildung 4.5) von dem Bereich der Probe, der sich direkt unter dem Stempel befand, gemacht. Mit Hilfe dieser Aufnahmen konnte die Verformung der Probe berechnet werden. Sie betrug nach 300 Stunden etwa 3%. Die mittlere Verformungsrate betrug $3 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$. Eine graphische Darstellung der mechanischen Daten ist in Abbildung 4.6 zu sehen. Zusätzlich zu dem Übersichtsaufnahmen wurden kontinuierlich Bilder von einem kleineren Bereich der Probe (Abb. 4.3), der sich direkt unter dem Stempel befand, aufgenommen. In Abbildungen 4.7a - e ist eine Sequenzaufnahme von den wichtigsten strukturellen Änderungen in dem ausgewählten Bereich zu sehen.

Abbildung 4.5: Übersichtsaufnahmen bei einer reinen Scherung des Anfangs- ($T = 0 \text{ h}$) und Endstadiums ($T = 300 \text{ h}$) einer polykristallinen, kompaktierten Natriumchlorat-Probe. Die Verformung beträgt bei der letzten Aufnahme nur 3%. Die horizontale Bildbreite entspricht der Stempelbreite. Im Laufe der Deformation entwickeln sich in allen Körnern Rillennmuster unterschiedlicher Orientierung. Diese Muster sind von der Orientierung der lokalen, kompressiven Spannung abhängig.

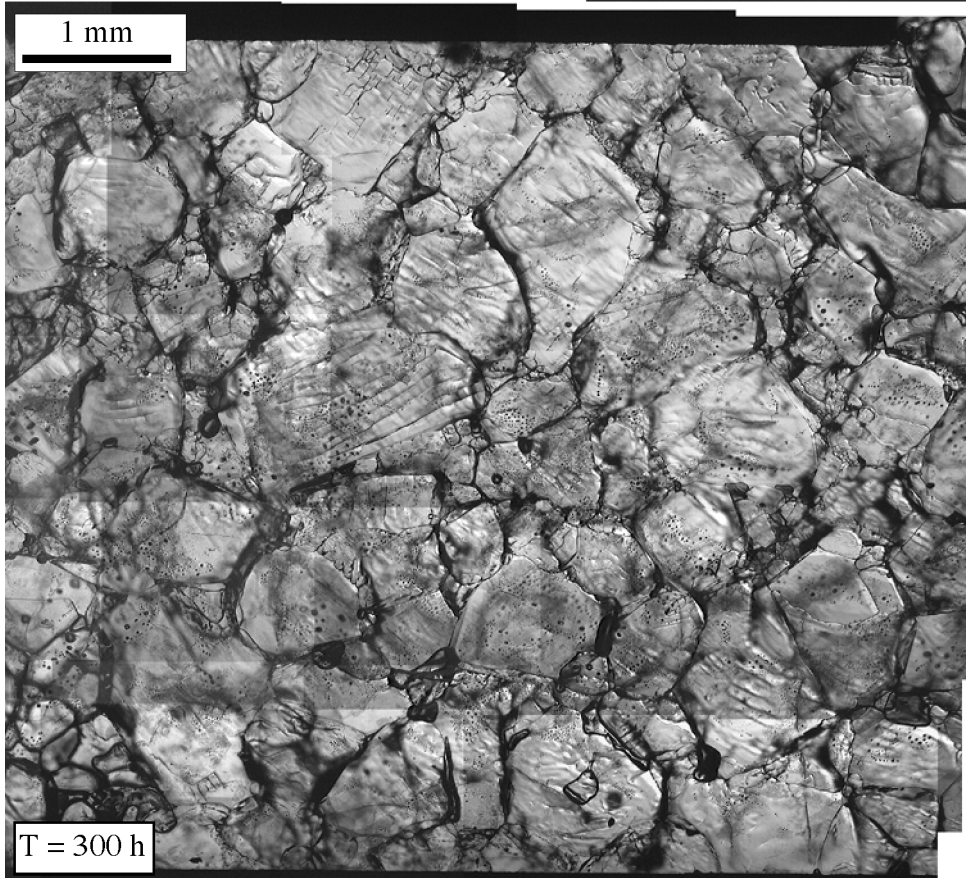
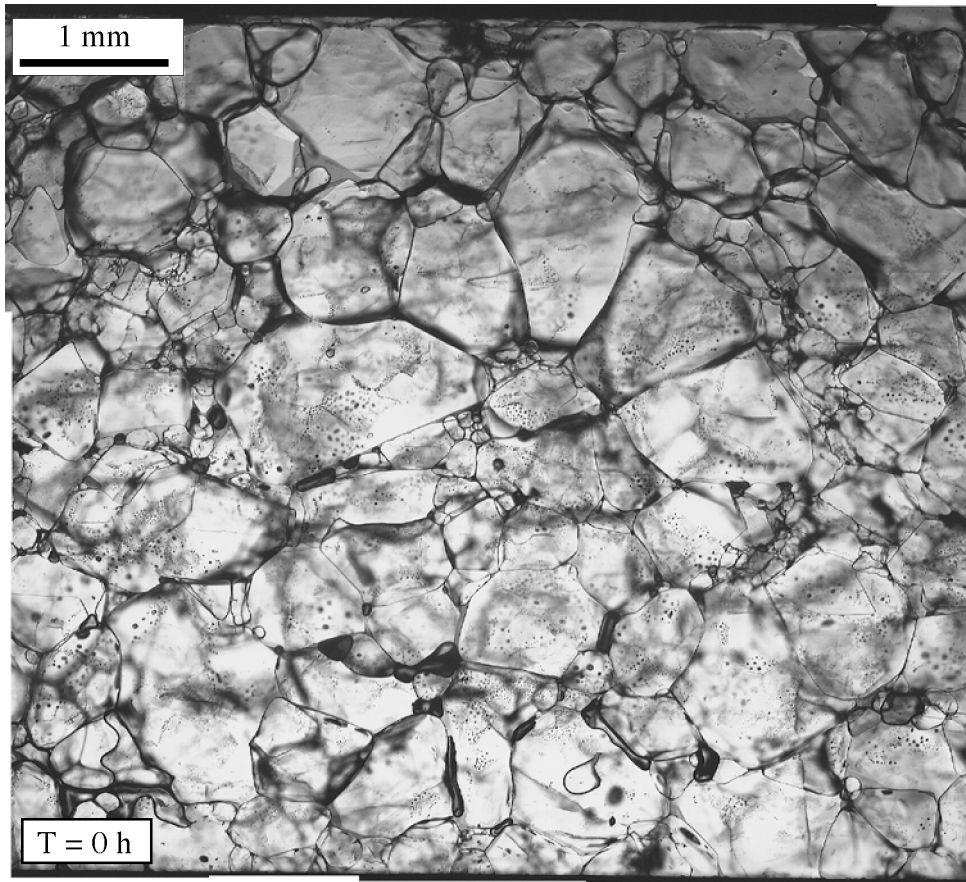
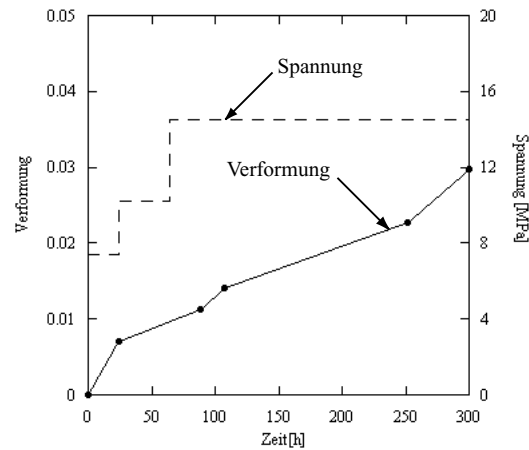
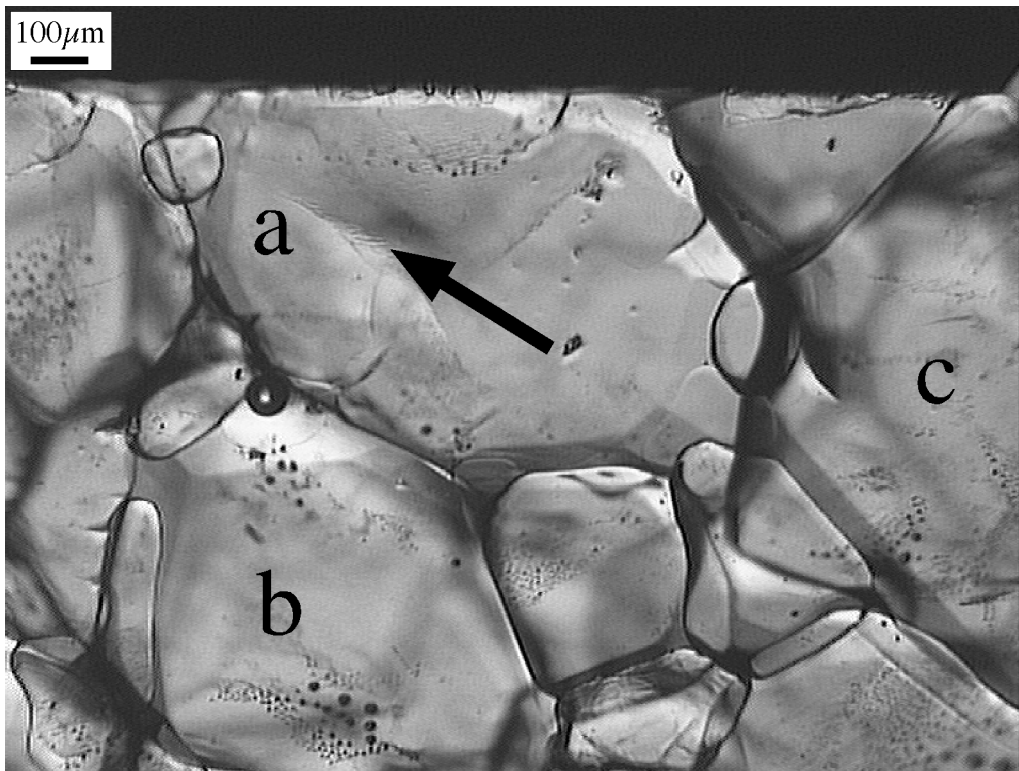


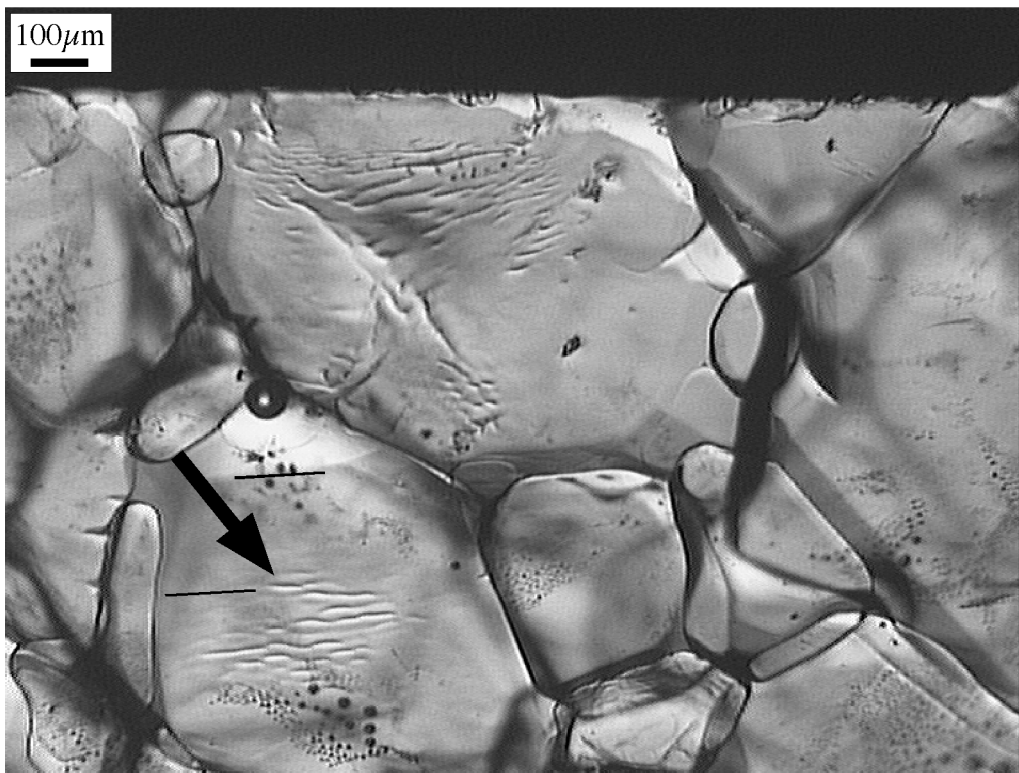
Abbildung 4.6: Graphische Darstellung der Verformung gegen die Zeit und der mechanischen Spannung gegen die Zeit beim in situ-Versuch NCSZ6. Die Punkte, die auf der Verformungskurve eingezeichnet sind, stellen die Zeit der Aufnahmen in der Abbildung 4.5 und 4.7(a bis e) dar.



Am Beginn des Versuches waren die Körner überwiegend subidiomorph und polygonal. Ihr Größenunterschied war auf die Kompaktion bei der Probenvorbereitung zurückzuführen. Die Oberfläche der Körner war glatt und homogen. Direkt beim Auflegen des Gewichtes auf den Stempel änderte sich die Oberflächenstruktur des mittleren Korn "a" rasch (innerhalb von ca. 2 Minuten) (Abb. 4.7a Pfeil in Aufnahme T = 0 h). Die berechnete Gesamtspannung betrug 7.4 MPa. Es bildeten sich Lösungsrillen, die einer kristallographischen Richtung des Kristalls folgten. Das ist zu erkennen der nach zwei Stunden diese Rillen auf Korn "a" viel deutlicher sichtbar waren. Auf demselben Korn bildeten sich auch Lösungsrillen mit einer anderen Richtung (Abb. 4.7a Aufnahme T = 2 h) aus. In dieser Aufnahme sieht man außerdem deutlich, wie sich Lösungsrillen auf dem unteren Korn "b" gebildet haben. Diese Rillen waren wiederum kristallographisch orientiert, da sie ein linienförmiges Muster parallel zu den Hilfslinien in Aufnahme T = 2 h bildeten. Ihre Orientierung war jedoch nicht dieselbe wie die der Rillen in Korn "a". In Aufnahme T = 24 h der Abbildung 4.7b stand die Probe immer noch unter derselben Auflast wie in Aufnahme T = 2 h. Hier sieht man, daß die Rillen in Korn "a" teilweise verschwanden, während sie in Korn "b" schärfer hervortraten, allerdings mit verändertem Muster. Die Rillen waren kürzer und wiesen eine treppenartige Struktur auf (Hilfslinien und Pfeil in Aufnahme T = 24 h). Die Aufnahme T = 64 h in Abbildung 4.7b wurde 40 Stunden, nachdem die Probe unter einer erhöhten Spannung von etwa 10.2 MPa stand, gemacht. Hier sieht man wiederum, daß das Rillennmuster in Korn "b" deutlicher wurde. Auf der rechten Seite dieses Korn (Pfeil in Aufnahme T = 64 h) bildeten sich ausgehend von der Korngrenze Lösungsrillen, die sich in Richtung des Kornzentrums zu vertiefen begannen. Diese Rillen waren zueinander parallel. Auf Korn "a" begannen sich infolge der Spannungserhöhung erneut Lösungsrillen zu bilden, die jedoch zwei Orientierungen folgten (Hilfslinien in Aufnahme T = 64 h).

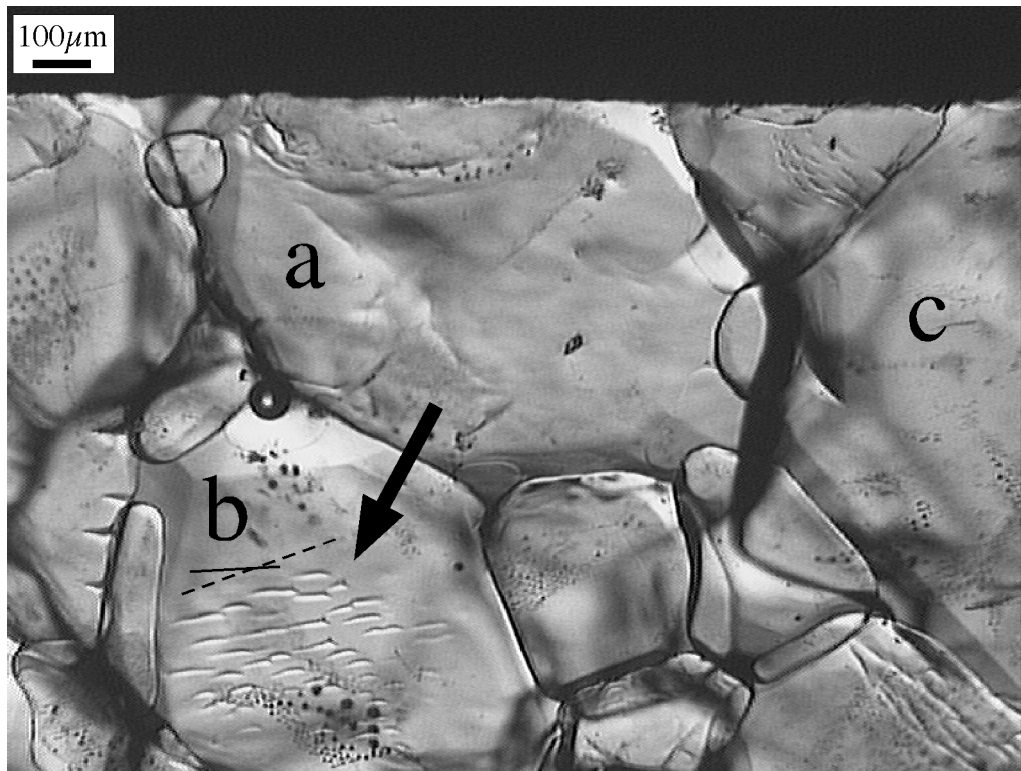


$T = 0$ h

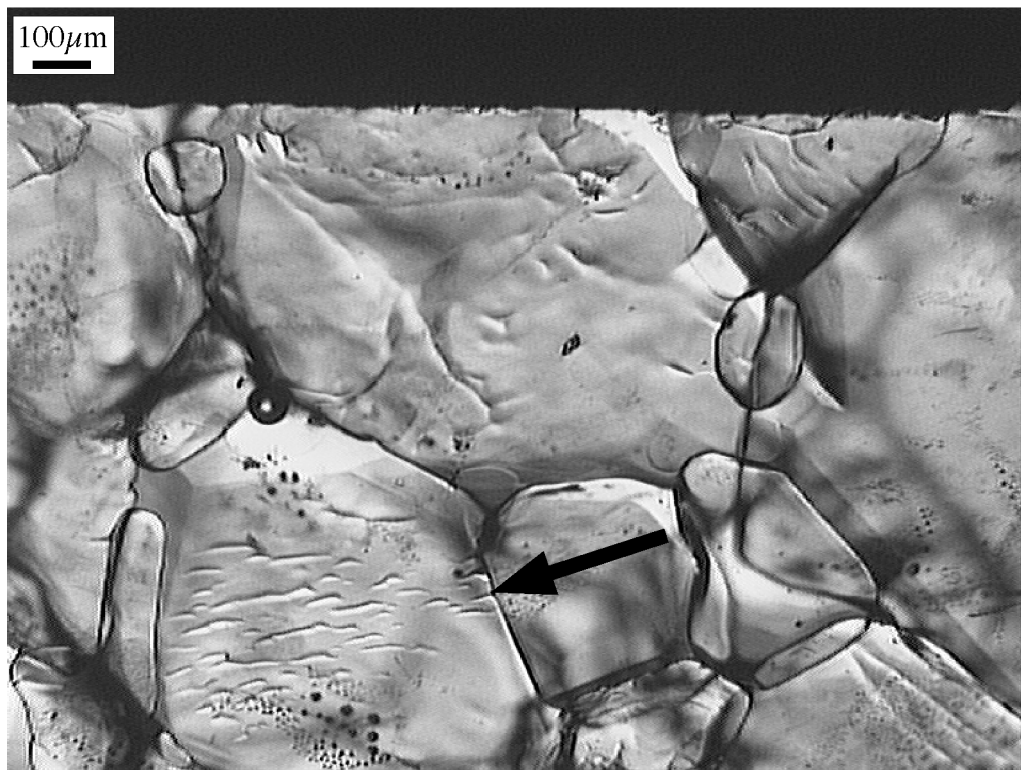


$T = 2$ h

Abbildung 4.7a: Sequenzübersichtsaufnahme vom Ausschnitt, der in Abbildung 4.3 eingezeichnet ist. Die Pfeile zeigen auf die wichtigsten strukturellen Änderungen (vgl. Text). Die Hilfslinien entsprechen einer kristallographischen Orientierung des Korns "b".

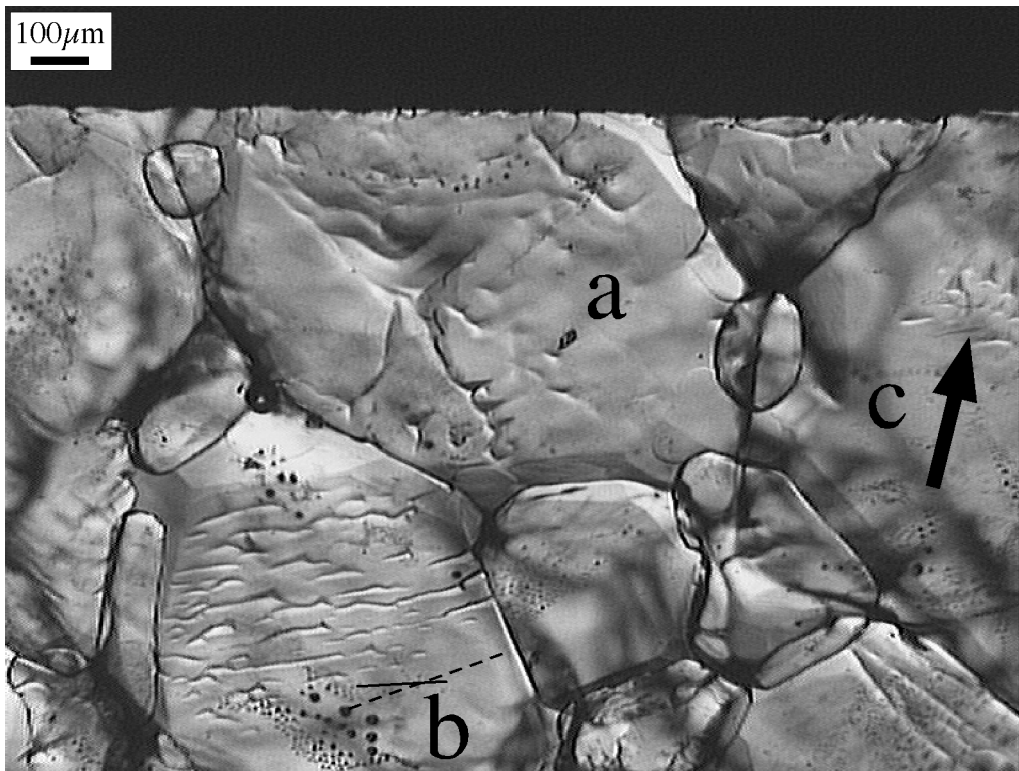


T = 24 h

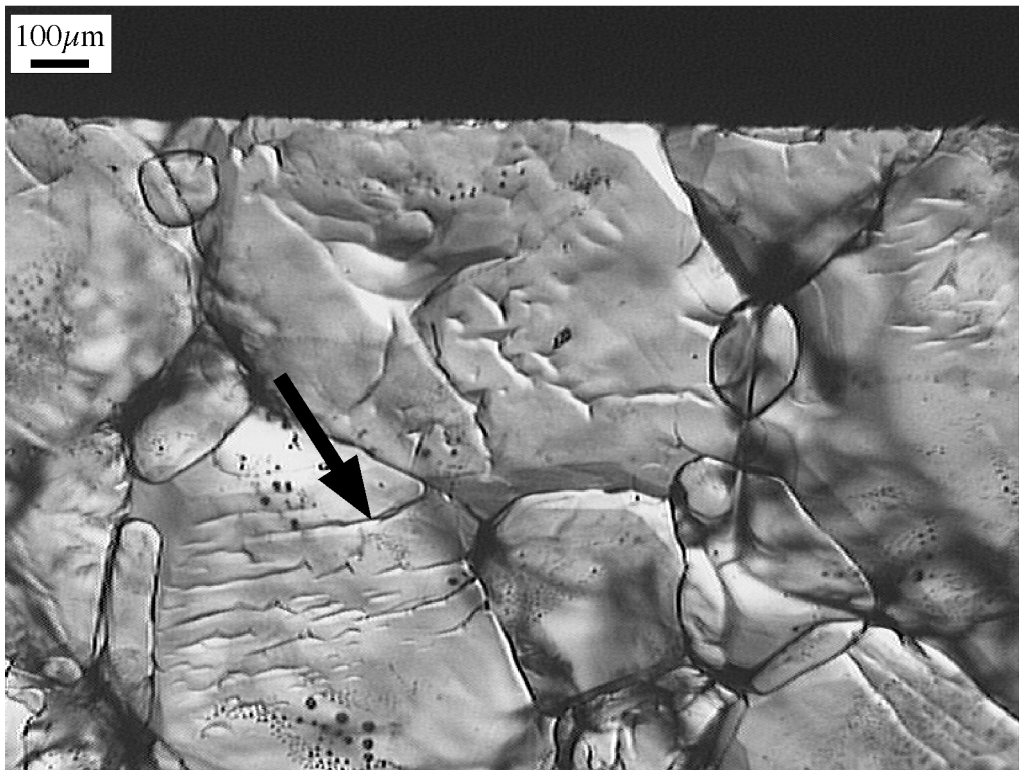


T = 64 h

Abbildung 4.7b: Sequenzübersichtsaufnahme vom Ausschnitt, der in Abbildung 4.3 eingezeichnet ist. Die Pfeile zeigen auf die wichtigsten strukturellen Änderungen (vgl. Text). Die volle Hilfslinie entsprechen einer kristallographischen Orientierung des Korn "b". Die gestrichelte die Regelung des Lösungsritzenmusters.



T = 109 h



T = 149 h

Abbildung 4.7c: Sequenzübersichtsaufnahme vom Ausschnitt, der in Abbildung 4.3 eingezeichnet ist. Die Pfeile zeigen auf die wichtigsten strukturellen Änderungen (vgl. Text). Die volle Hilfslinie entsprechen einer kristallographischen Orientierung des Kornes "b". Die gestrichelte die Regelung des Lösungsritzenmusters.

Ab Aufnahme $T = 109$ h in Abbildung 4.7c betrug die gesamte ausgerechnete Spannung 14.5 MPa. Diese wurde bis zum Ende des Versuches konstant gehalten. Bei Erhöhung der Spannung erhöhte sich auch die Anzahl und die Schärfe der Lösungsritzen in Korn "b". Die Ritzen, die sich seitlich in diesem Korn gebildet haben, entwickelten sich weiter. Sie blieben dabei immer zueinander subparallel. Durch ihre Vertiefung im Korn verbanden sich diese Ritzen mit anderen, die auf der Oberfläche gebildet hatten. In dieser Aufnahme kann auch die Bildung von Lösungsgruben auf Korn "c" beobachtet werden (Pfeil auf Korn "c"). Die Begrenzungen der Gruben scheinen zwei kristallographischen Orientierungen zu entsprechen. Weiterhin beobachtet man auf demselben Korn "c" die Bildung horizontal ausgerichteter, länglicher Lösungsritzen.

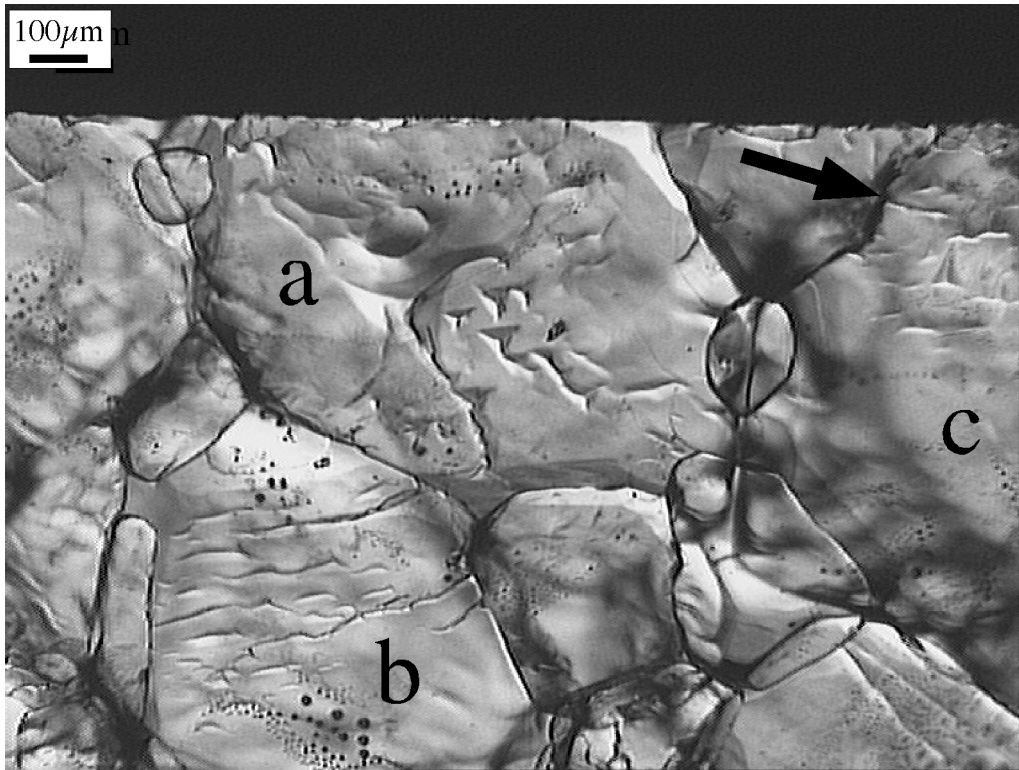
Allgemein "wanderten" die Ritzen auf den Oberflächen aller Körner, auf denen sie sich gebildet hatten. Sie behielten dabei entweder ihre Orientierung bei und wanderten senkrecht zu ihrer Längsrichtung oder sie verschwanden. Auf Korn "b" wanderten die Lösungsritzen in Richtung des Risses (Pfeil in Aufnahme $T = 149$ h Abb. 4.7c), der sich im oberen Bereich des Kornes bildete. Weiterhin wurden die Lösungsritzen in Korn "a" und "c" bei Aufnahme $T = 149$ h (Abb. 4.7c) häufiger und traten schärfer hervor.

In Aufnahme $T = 183$ h der Abbildung 4.7d beobachtet man in Korn "c" die Entstehung eines Risses. Dieser hatte allerdings nicht dieselbe Orientierung wie die Lösungsritzen, die sich auf der Oberfläche befanden. Weiterhin verlängerten und vertieften sich die Risse in Korn "a" weiter. In diesem Stadium der Deformation beobachtet man auch die Bildung von zwei weiteren Rissen in Korn "b". Der Verlauf ihrer Bildung war derselbe wie beim ersten Riß (vgl. Beschreibung Aufnahme $T = 109$ h und $T = 149$ h der Abb. 4.7c). Gleichzeitig ist eine Verlängerung des oberen Risses in Korn "b" zu sehen. Bei genauerer Beobachtung dieses Risses in Aufnahme $T = 183$ h der Abbildung 4.7d, sieht man die beginnende Ausbildung feiner Fragmente (Pfeil auf Korn "b").

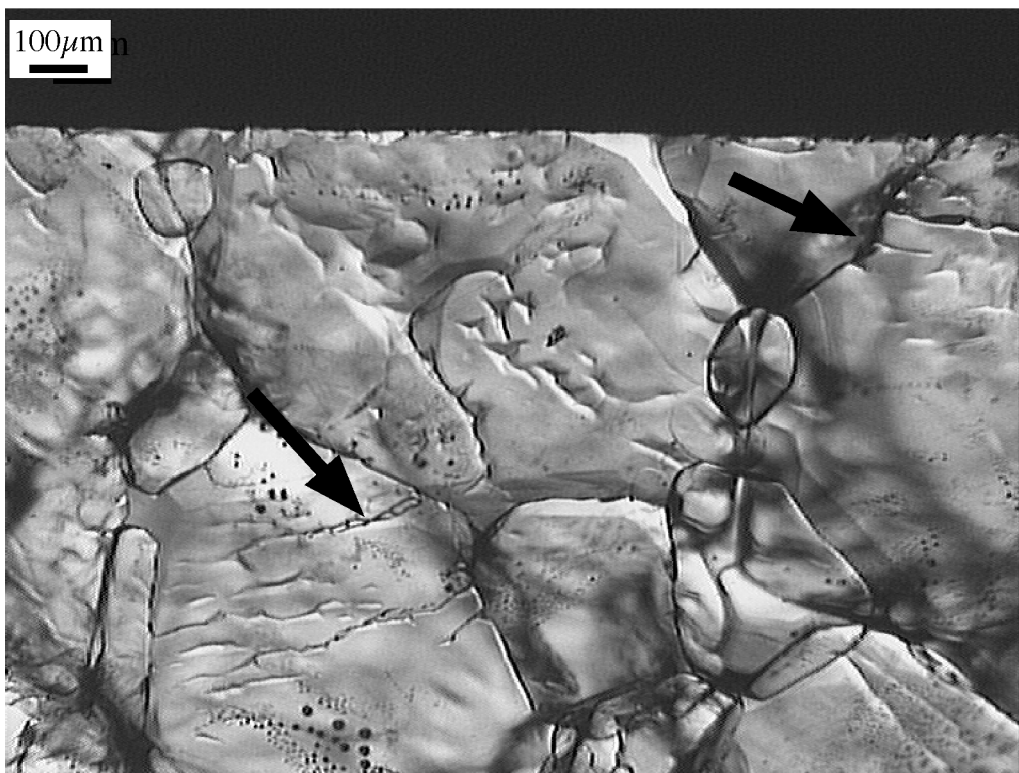
Während sich die erwähnten Strukturen (Ätzzitren, Risse und neu gebildete Fragmente) in den Aufnahmen $T = 218$ h (Abb. 4.7d) bis $T = 274$ h (Abb. 4.7e) weiterentwickelten, beobachtet man die Entstehung von neuen Rissen in Korn "c". In diesen Rissen bildeten sich auch Fragmente wie bei Korn "b".

Durch die Bildung und Entwicklung der Risse in den Körnern wurden diese fragmentiert, und so die Korngröße der Probe reduziert (Aufnahmen $T = 218$ h (Abb. 4.7d) bis $T = 274$ h (Abb. 4.7e)).

In Abbildung 4.8 ist die strukturelle Entwicklung des Kornes "b" in Sequenzaufnahmen zusammengefaßt. Dadurch ist eine einfache Verfolgung der Entwicklung der oben genannten Mikrostrukturen möglich. In dieser Abbildung ist deutlich zu sehen, daß die Lösungsritzen fast senkrecht zur Richtung der Hauptspannung gebildet wurden. Dadurch entstanden längliche Fragmente, die *nicht* parallel zur Hauptspannungsrichtung sondern senkrecht zu dieser orientiert sind.

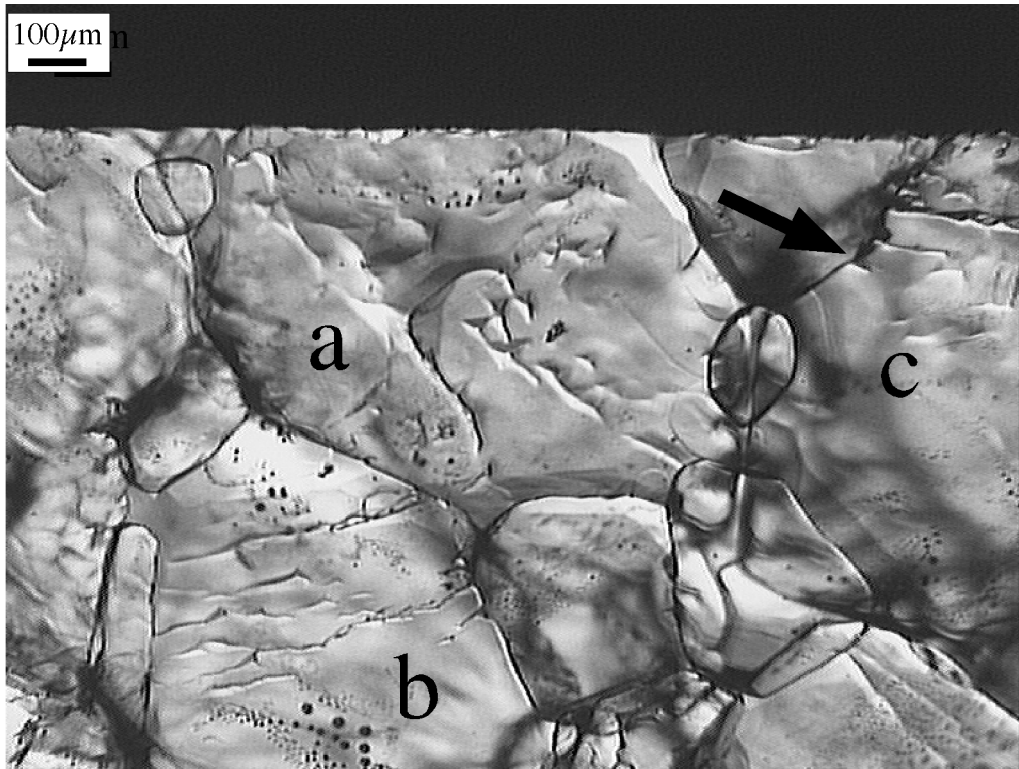


T = 183 h

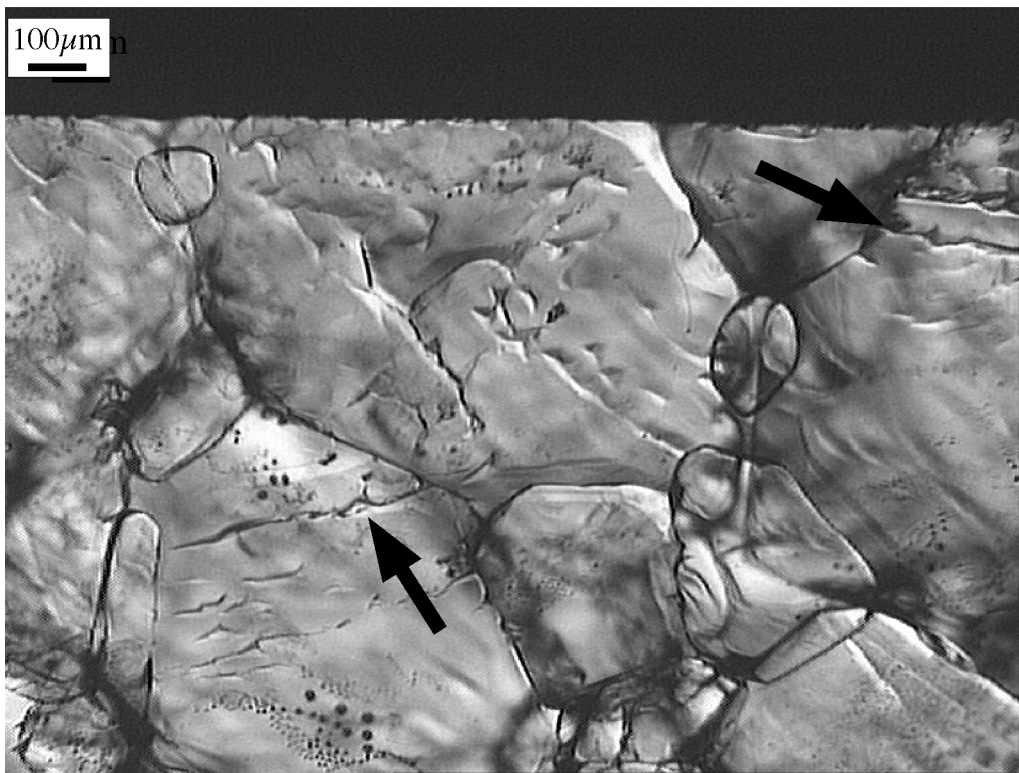


T = 218 h

Abbildung 4.7d: Sequenzübersichtsaufnahme vom Ausschnitt, der in Abbildung 4.3 eingezeichnet ist. Die Pfeile zeigen auf die wichtigsten strukturellen Änderungen (vgl. Text).



T = 234 h



T = 274 h

Abbildung 4.7e: Sequenzübersichtsaufnahme vom Ausschnitt, der in Abbildung 4.3 eingezeichnet ist. Die Pfeile zeigen auf die wichtigsten strukturellen Änderungen (vgl. Text).

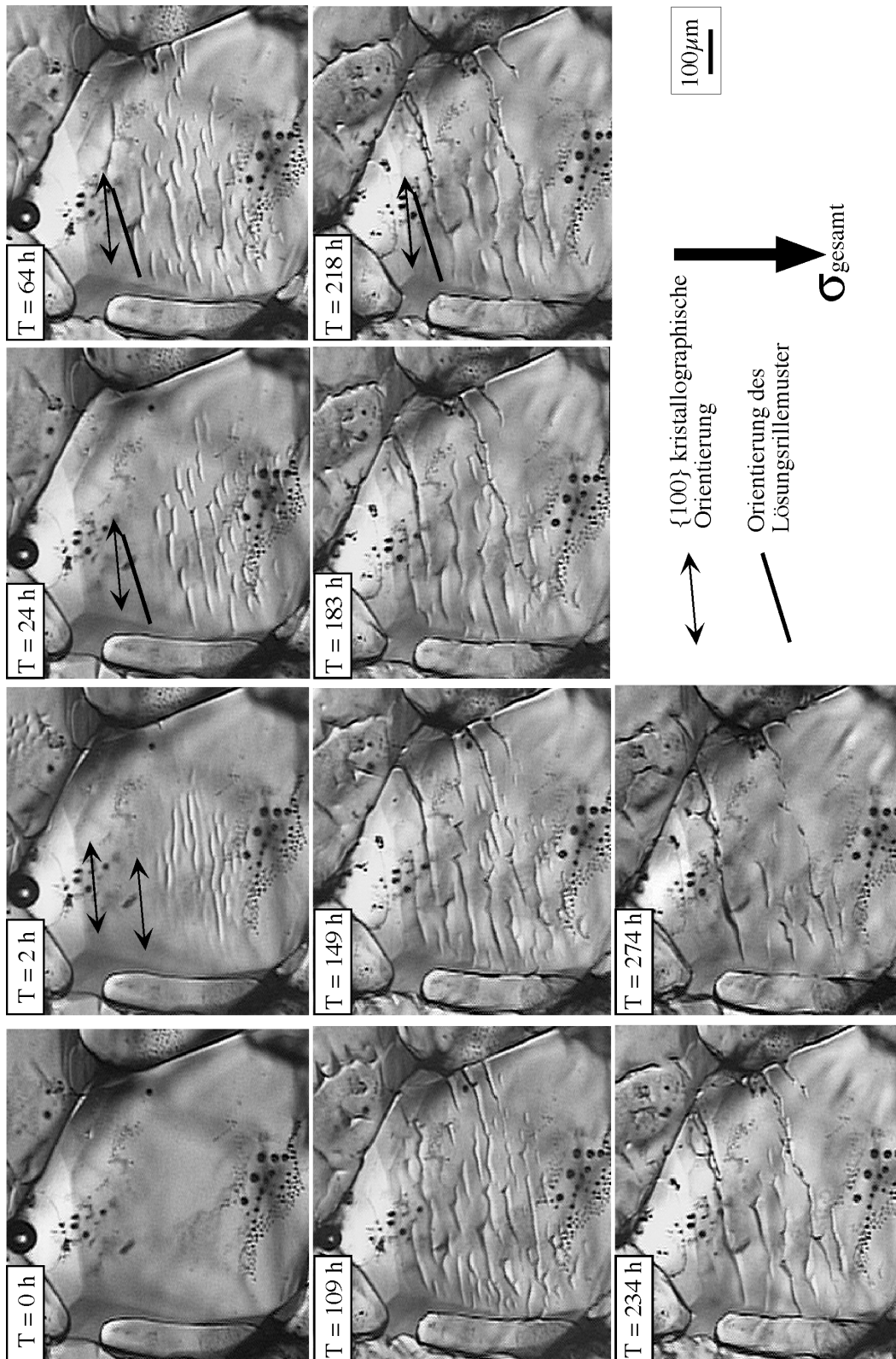


Abbildung 4.8: Zusammenfassende Darstellung der mikroskopischen Aufnahmen des Kornes (b) (Ausschnitte aus Abb. 7a bis 7e, vgl. Text)

Die Übersichtsaufnahmen in Abbildung 4.5 zeigen den Anfangs- und Endzustand der Probe. Man sieht deutlich, wie sich die beschriebenen Strukturen (Lösungsrillen und Risse) in fast allen Körnern bildeten. Mit der Zeit entwickelten sie sich und traten deutlicher und stärker hervor. Es kann auch beobachtet werden, daß Lösungsrillen unterschiedlicher Körner verschiedene Orientierungen haben.

Da der Verformungsbetrag sehr klein war, konnten außer den zuvor beschriebenen Strukturen keine großen strukturellen Änderungen in diesem Bereich beobachtet werden. Aus diesem Grund wurden die Übersichtsaufnahmen verschiedener Stadien der Deformation mit Hilfe des Computerprogramms "path match" (Bons & Jessell 1995) bearbeitet. Zu diesem Zweck wurden die Aufnahmen digitalisiert und miteinander verglichen. Aus dem Vergleich der Aufnahmen konnte ein Deformationsnetz erstellt werden. Anhand des berechneten und gezeichneten Deformationsgitters (Abb. 4.9) ließ sich feststellen, daß auch intergranulares Korngrenzgleiten mit kleinem Scherbetrag eine Rolle bei der Deformation dieser Probe gespielt hat. Weiterhin konnte mit Hilfe dieses Computerprogramms festgestellt werden, daß in den Bereichen, in denen zwei Körner gegeneinander gedrückt wurden, Auflösung stattgefunden hat. Diese Bereiche sind in Abbildung 4.9 durch zwei gegeneinander gerichtete Pfeile gekennzeichnet. Diese Drucklösungserscheinungen konnten jedoch ohne Hilfe dieses Computerprogramms mikroskopisch nicht erkannt werden.

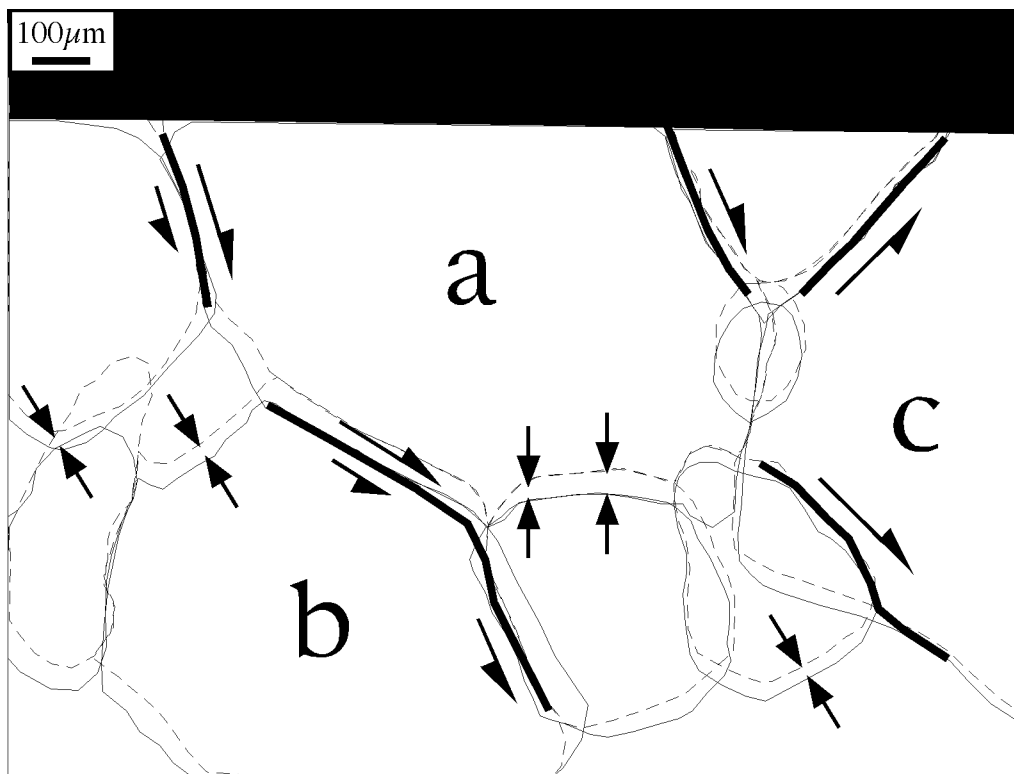


Abbildung 4.9: Schematische Darstellung des Ausschnitts aus Abbildung 4.3 nach Berechnung des Deformationsnetzes. Man erkennt, daß Korngrenzgleiten einen Deformationbeitrag leistet. Die gestrichelten Linien stellen die Position der Körner zu Beginn des Versuches dar, die durchgezogenen Linien entsprechen dem Zustand nach 149 Stunden.

4.5 Zusammenfassung und Diskussion

Eine kompaktierte, polykristalline NaClO_3 -Probe wurde in-situ bis zu 3% deformiert. Die (reine) Scherung der Probe wurden bei konstanter Raumtemperatur, in Anwesenheit einer NaClO_3 -gesättigten Lösung und unter verschiedenen, konstanten Auflasten durchgeführt.

Ein Bereich der Probe wurde kontinuierlich aufgenommen. Die Übersichtsaufnahmen der Abbildung 4.5 zeigen, daß alle Körner der Probe eine strukturelle Änderung der Kornoberflächen infolge der Beanspruchung aufweisen. Direkt nach Beginn des Versuches (nach 2 Minuten) bildeten sich Lösungsrillen auf den Kornoberflächen. Diese häuften sich auf den Flächen der Körner und bildeten linienartige Muster. Die Ausbildung von Lösungsrillen wurde schon in Experimenten von Morel 2000 und den Brok & Morel 2001 mit Kaliumalaun-Monokristallen beobachtet und erklärt. Diese Autoren haben gezeigt, daß ihre Bildung und Entwicklung in direktem Zusammenhang mit der lokalen kompressiven Spannung, die im Korn herrscht, stehen. Bei Morel 2000 und den Brok & Morel 2001 verliefen die Lösungsrillen immer ungefähr senkrecht zur lokalen kompressiven Spannung. Die Muster in den Körnern waren unterschiedlich orientiert. Dies deutet nach Morel 2000 und den Brok & Morel 2001 darauf hin, daß die lokale, maximale Spannung jedes Kornes unterschiedlich orientiert war (Abb. 4.5 und 4.7). Dies könnte ein wichtiger Paläostress-Indikator sein. Bildete die Richtung der lokalen kompressiven Spannung einen Winkel mit den niedrig indizierten Orientierungen der Körner, so bildeten die Auflösungsrillen eine treppenartige Struktur auf den Kornoberflächen (Morel 2000) (Aufnahme T = 24 h (Abb. 4.7a) und T = 64 h (Abb. 4.7b)).

Bei fortlaufender Deformation wanderten die Rillen auf der Oberfläche des Kornes. Dabei ordneten sie sich und verbanden sich zu Linien. Die Rillen vertieften sich langsam im Korn, und entwickelten sich zu Rissen (ab Aufnahme T = 149 h in Abb. 4.7c bis 4.7e). (Hillig & Charles 1965, Anderson & Grew 1976, Lajtai & Bielus 1986) führen dies auf zeitabhängige Stresskorrosionsprozesse zurück. Bei der weiteren Entwicklung der Risse kam es zur Fragmentierung der Körner. So entstanden neue, kleinere Fragmente und gleichzeitig wurde auch eine lokale Korngrößenreduktion der Probe erreicht. Die neu gebildeten Fragmente waren länglich, aber nicht parallel zur lokalen, maximalen kompressiven Spannung orientiert sondern senkrecht dazu.

Da es sich in diesem Versuch um sehr kleine Verformungsbeträge handelte, wurde mit Hilfe des Computerprogramms "*path match*" das Deformationsgitter errechnet und gezeichnet. Es zeigte sich, daß in diesem Versuch der Hauptdeformationprozeß Korngrenzgleiten war. Es wurden keine Strukturen beobachtet, die auf ein schnelles, sprödes Verhalten des Materials hinwiesen. Alle Prozesse beziehungsweise die Entwicklung der Strukturen waren zeitabhängig.

4.6 Folgerungen

Aus dem Versuch, der in diesem Kapitel vorgestellt wurde, lassen sich die nachstehenden Folgerungen ziehen:

Obwohl sich NaClO_3 bei Raumtemperatur und atmosphärischem Druck elastisch/spröde verhält, ist es gelungen, eine kompaktierte, polykristalline Probe aus diesem Material in situ in Anwesenheit einer wässrigen Lösung duktil zu deformieren, allerdings nur bis zu einem niedrigen Verformungsbetrag (3%). Dabei entstanden keine sichtbaren duktilen Scherzonen. Die Ergebnisse bieten dennoch wertvolle Informationen über die Prozesse, die bei duktiler Deformation und bei der Entstehung von Kataklastiten herrschen.

Morel 2000 und den Brok & Morel 2001 haben gezeigt, daß die freie Oberfläche gespannter Kristalle bezüglich Oberflächenperturbationen instabil ist. Die Anwesenheit dieser Perturbationen führt zur einer strukturellen Oberflächenänderung, die eine inhomogene Verteilung der Spannung auf dieser verursacht. Es bilden sich Lösungsrillen, die senkrecht zur lokalen, kompressiven Spannung orientiert sind. Diese Beobachtungen wurden bisher nur bei Kaliumalaun dokumentiert. Der hier vorgestellte Versuch zeigt, daß sich auch in Natriumchlorat Lösungsrillen auf gespannten Kornoberflächen bilden können.

Weiterhin befanden sich die Monokristalle in den Versuchen von Morel 2000 und den Brok & Morel 2001 in einer *leicht untersättigten* Lösung, um die Ausbildung der Lösungsrillen zu beschleunigen. In dem im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Versuch zeigte sich, daß auch bei Anwesenheit einer *gesättigten* Lösung – wie theoretisch vorhergesagt – Lösungsrillen ausgebildet werden. Während die oben genannten Autoren in ihren Versuchen *Einkristalle* verwendeten, wurde in diesem Versuch eine *polykristalline* Probe benutzt.

Bisher konnte die Bildung kataklastischer Strukturen aus Lösungsrillen noch nicht in situ dokumentiert werden. Morel 2000 bemerkte in seinen Versuchen allerdings, daß sich Kataklastite gebildet hatten. In den in situ Versuchen von den Brok, Zahid & Passchier (1998) wurde zwar die Entstehung von Lösungsrillen dokumentiert, es konnte jedoch kein Zusammenhang zwischen der Ausbildung der Lösungsrillen und der Ausbildung der Risse hergestellt werden. In der vorliegenden Arbeit konnte aber in situ die Entstehung von Rissen aus Lösungsrillen und die Weiterentwicklung der Risse zu kataklastischen Strukturen beobachtet werden.

Die Bruchfragmente, die durch kataklastische Deformation entstanden sind, zeigten eine Längserstreckung, die senkrecht zur Hauptverkürzungsrichtung war. Die Längserstreckung war eine Folge der Orientierung der Lösungsrillen und der Risse, die sich aus ihnen gebildet haben. Risse durch die lokale kompressive Spannung bzw. durch die Hauptverkürzungsrichtung bestimmt. Voll (1960) interpretierte längliche Subkörner nicht als Bruchfragmente, gerade weil sie eine Längserstreckung senkrecht zur maximalen Verkürzungsrichtung haben. In der vorliegenden Arbeit konnte jedoch gezeigt werden, daß durch kataklastische Deformation auch längliche Fragmente senkrecht zur Hauptverkürzungsrichtung entstehen können. Die Ausbreitung von Rissen senkrecht zur Verkürzungsrichtung stimmt außerdem mit der Aussage von Hppert & Egydio-silva (1996) überein, daß in natürlich deformierten Quarzen die Ausbreitung von Lösungsflächen senkrecht zur Hauptverkürzungsrichtung möglich ist.

Da sich die Lösungsrillen senkrecht zur Hauptverkürzungsrichtung bzw. zur Hauptspannung ausbildeten - was auch in den Versuchen von Morel 2000 und den Brok & Morel 2001 beobachtet wurde - besteht potentiell die Möglichkeit, sie als Stressindikatoren zu benutzen.

Es zeigte sich, daß intragranulare Mikrorißbildung eine Hauptrolle bei der duktilen Deformation dieser Probe spielte. Weiterhin konnte bewiesen werden, daß Korngrenzgleiten als Deformationsmechanismus auftreten kann. Es wurden keine Deformationsstrukturen beobachtet die auf schnelle, zeitunabhängige (superkritische), spröde Deformationsereignisse hinweisen. Die beobachteten Deformationsstrukturen lassen Rückschlüsse auf die Deformationsprozesse, die bei der Deformation der Proben in den Triaxialversuchen geherrscht haben, (insbesondere bei der Bildung kataklastischer Scherzonen (s. Kap. 3)) zu. Wäre es technisch realisierbar gewesen, höhere Verformungsbeträge bei den in situ-Versuchen zu erhalten, so hätten sich in diesem Fall wahrscheinlich diskrete Scherzonen gebildet, womit auch eine in situ Dokumentation der Bildung kataklastischer Scherzonen möglich gewesen wäre.

Da sich die Deformationsstrukturen hauptsächlich auf Kornoberflächen und/oder an Kornkontakten entwickelten, stellte sich die Frage, wie sich eine Korngrenze in Anwesenheit einer gesättigten Lösung unter Spannung verhält, und welchen Effekt dieses Verhalten auf die duktile Deformation haben kann. Um diese Fragen zu beantworten, wurden in situ-Indentationsversuche (Kap. 5) durchgeführt.

Kapitel 5

Indentationsversuche

5.1 Einleitung

Im allgemeinen können bei der Deformation polykristalliner Proben unter niedriggradigen Bedingungen und in Anwesenheit einer wässrigen Lösung in Porenräumen und Mikrorissen, ein oder mehrere Deformationsprozesse eine große Rolle spielen. Diese Prozesse wirken meist an Korn-Kontakten, an denen Wasser anwesend ist. Die Rolle dieser Prozesse und der Grad ihrer Einwirkung hängen von den Materialeigenschaften und den herrschenden Randbedingungen (wie z.B. Temperatur, Manteldruck und Spannung) ab. Inter-, intra- oder auch transgranulare Risse oder Rißsysteme können entstehen und sich während der fortschreitenden Deformation entwickeln.

Zur Untersuchung dieser Deformationsprozesse wurden in den letzten Jahren viele Indentationsversuche durchgeführt (Tada & Siever 1986, Gratier 1993, Gratier et al. 1999, den Brok & Melisa 1999, den Brok & Melisa 2000). In diesen Experimenten wurden meist zwei Objekte aus verschiedenen Materialien (beispielsweise Metall - Salz oder Quarz - Salz) gegeneinander gedrückt.

Um die Bestimmung des durch Spannung induzierten Prozesses zwischen Objekten gleichen Materials in Anwesenheit einer flüssigen Phase zu erleichtern, wurde das System auf zwei Kristalle reduziert (Ostapenko 1975, Hickman & Evans 1991, Martin et al. 1999, Ostapenko 1968, Schutjens & Spiers 1999). Hierbei wurden die Versuche entsprechend des Modells von Ostapenko (1968) durchgeführt (s.a. Kapitel 1, Abb. 1.2 und Kapitel 6)

In diesem Kapitel werden nun Indentationsversuche von Natriumchlorat-Kristallen präsentiert, die alle in Anwesenheit einer NaClO_3 -gesättigten Lösung und bei konstanter Raumtemperatur durchgeführt wurden. Ziel war es, die Auswirkung der Spannung auf der Korngrenze zweier gegeneinander gestresster NaClO_3 -Kristalle zu verstehen, und die Entstehung und Entwicklung von Strukturen zu beobachten.

5.2 Versuchsanordnung

In dieser Versuchsreihe wurde dasselbe Deformationsgerät wie bei den in situ-Deformationsversuchen (Kapitel 4) benutzt (Abb. 5.1). Bei dieser Versuchsart wird als Deformationsgefäß eine U-förmige, 1.10 ± 0.01 mm dicke V2A-Stahlplatte verwendet, die mit Loctite 350 UV-Kleber zwischen zwei Objektträger (50×50 mm²) geklebt wird. Der Objektträger hat eine Dicke von 1.58 ± 0.01 mm (Abb. 5.2).

Die Versuche wurden wie folgt durchgeführt: In das Deformationsgefäß wurden zwei NaClO_3 -Kristalle eingebracht. Beide Kristalle wurden aus einem "Mutterkristall" geschnitten. Sie wurden zuvor mit Hilfe von Schleifpapier (Korngröße 800 und 1200) und Ethylacetat, das als Schmiermittel diente, auf eine Dicke von 0.9 ± 0.2 mm abgeschliffen und anschließend glattpoliert. Der obere Kristall (Indenter), auf dem ein Stempel ruhte, hatte eine Breite von 1 - 2 mm und eine Länge von 2 - 4 mm. In allen Versuchen wurde den Proben eine NaClO_3 -gesättigte Lösung zugesetzt. Um Konvektions- und Gravitationseffekte in der umgebenden, gesät-

tigten Lösung zu verhindern (Wang & Hu 1996), wie sie in den Versuchen IndSC1, 3, 4 und 5 beobachten waren, wurden beim Versuch IndSC6 lose NaClO₃-Körner zugegeben. Es zeigte sich, daß Konvektionseffekte keinen Einfluß auf die Strukturen hatten, die sich in den Kontaktbereichen bildeten.

Die obere Öffnung der Deformationskammer wurde mit Silikonfett abgedichtet, um ein Verdampfen der Lösung zu vermeiden. Bei allen Versuchen wurde die Temperatur konstant auf $19 \pm 0.5^\circ\text{C}$ gehalten. Das Deformationsgefäß wurde an einem Mikroskop befestigt und auf den Stempel wurde ein Gewicht gelegt. Es wurden hier dieselben Aufnahme- und Auswertungstechniken verwendet, wie sie bei den Versuchen in Kapitel 4 besprochen wurden.

Da NaClO₃ unter den Versuchsbedingungen nur elastisch reagiert, waren die zu erwartenden Wegänderungen durch elastische Verformung in dieser Versuchsreihe sehr klein ($\sim 3 \mu\text{m}$). Die Untersuchungen von den Brok, Zahid & Passchier (1999) haben gezeigt, daß sich NaClO₃ bei einer Kompaktion ähnlich wie Kochsalz (NaCl) verhält und daß die Kompaktion von NaClO₃-Aggregaten bei Raumtemperatur und atmosphärischem Druck in Anwesenheit einer gesättigten Lösung hauptsächlich durch Drucklösung vonstatten geht. Weiterhin zeigten Gratier (1993) und Martin, Röller & Stöckhert (1999) daß die Drucklösungsprozesse in NaCl bei der Indentation mit einem kleinen Stempel sehr langsam von statten gehen. Die Indentation hatte eine Geschwindigkeit von bis $5 \mu\text{m}/\text{Tag}$. Deshalb wurde die Wegänderung mit Hilfe des Computerprogramms NIH-image (National Institutes of Health, USA) durch eine digitale Bildbearbeitung aufbereitet. Auf diese Weise konnten Wegänderungen bis zu $2 \mu\text{m}$ bestimmt werden. Mit dieser Methode wurde für alle Versuche die vertikale axiale Bewegung des Stempels berechnet. Die Bewegung wurde relativ zu einem fixen Punkt im unteren Kristall berechnet.



Abbildung 5.1: Deformationsgefäß mit Horizontalmikroskop

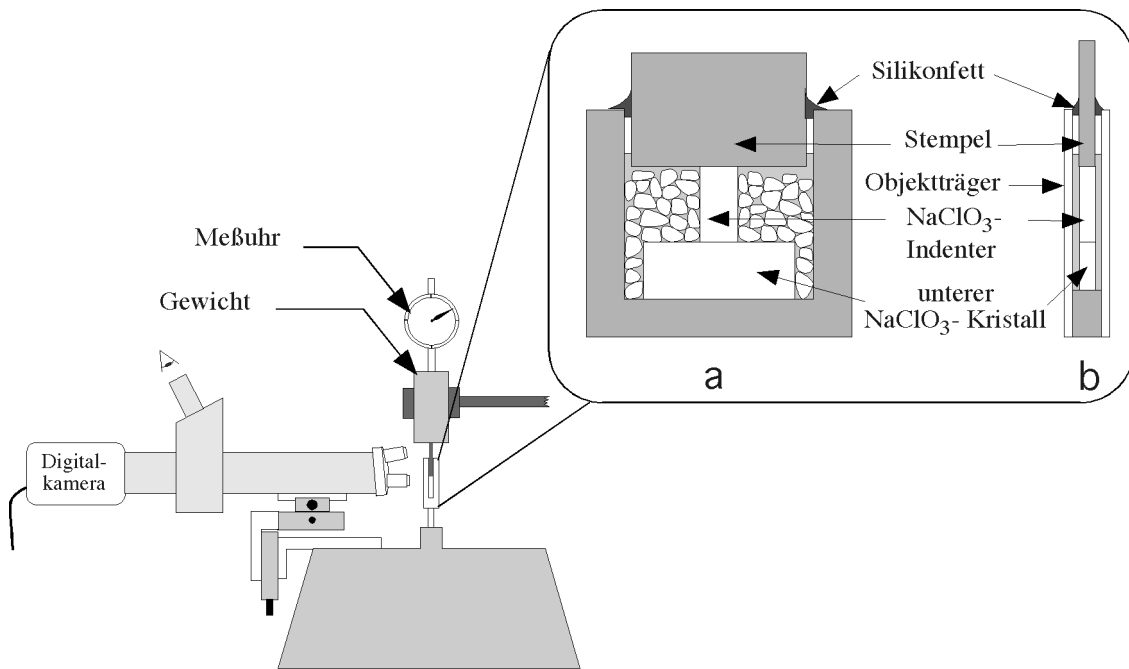


Abbildung 5.2: Schematische Darstellung des Horizontalmikroskops mit angebauten Deformationsgefäß. (a) Vorderansicht des Gefäßes, (b) Seitenansicht des Gefäßes (nicht Maßstabsgetreu).

5.3 Ergebnisse

5.3.1 Mechanische Daten

Während der Versuche fand an zwei Stellen Drucklösung statt: (i) oben, zwischen Metallstempel und Indenterkristall (Wegänderung Δb) und (ii) unten, am Kontakt der beiden Kristalle (Wegänderung Δa). Die Wegänderung zwischen dem Metallstempel und dem unteren Kristall entspricht der Bewegung des Metallstempels (Δl). Δl und Δb konnten gemessen werden; Δa wurde mit Hilfe der Beziehung $\Delta a = \Delta l - \Delta b$ berechnet. In Abbildung 5.3 sind diese Wegänderungen schematisch dargestellt.

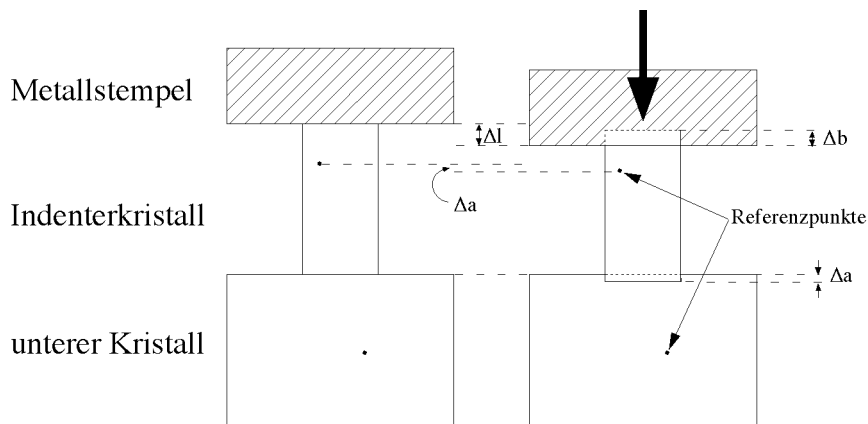


Abbildung 5.3: Schematische Skizze der Gesamt Bewegung des Metallstempels (Δl), der Relativbewegung zwischen Metallstempel und Indenterkristall (Δb) und der Relativbewegung zwischen Indenterkristall und unterem Kristall. Die Messungen wurden bezüglich Referenzpunkten, die sich in den Kristallen befanden, durchgeführt (nicht maßstabsgetreu).

Es wurden fünf Versuche durchgeführt. Die Versuche unterschieden sich durch die Auflast und das Maß der Indenterkristalle (s. Tabelle 5.1). Die unteren Kristalle hatten in allen Versuchen fast die gleichen Abmessungen: eine Breite von 5.5 ± 0.3 mm, eine Höhe von 2.5 ± 0.3 mm und eine Dicke von 1.0 ± 0.1 mm.

Da in Versuch IndSC1 bei 10.5 MPa nur der Kontaktbereich zwischen den beiden Kristalle aufgenommen werden konnte, konnte die Gesamtbewegung des Metallstempels nicht berechnet werden. In diesem Versuch wurde nur die Relativbewegung zwischen Indenter und unterem Kristall (Δa) durch die Aufzeichnungen bestimmt. In Versuch IndSC3, der bei 8 MPa durchgeführt wurde, ließ sich keine Wegänderung festgestellt ($\Delta l < 2$ μm). Bei den Versuchen IndSC4 und IndSC5, die bei 14.5 MPa bzw. 14.6 MPa durchgeführt wurden, konnte wiederum nur die Relativbewegung zwischen Indenterkristall und dem unteren Kristall (Δa) berechnet werden. Durch die Sequenzübersichtsaufnahmen des Versuchs IndSC6, in dem die Kristalle unter einer Spannung von 16.4 MPa standen, war es möglich Δl , Δb und Δa zu bestimmen. In Abbildung 5.4 sind die Relativbewegungen in Versuch IndSC6 graphisch dargestellt.

Tabelle 5.1: Tabellarische Darstellung der durchgeführten Versuche:

Versuch	Indenter- höhe [mm] \pm 0.01 mm	Indenter- breite [mm] \pm 0.01 mm	Indenter- dicke [mm] \pm 0.01 mm	Span- nung [MPa] \pm 0.3 MPa	Δb [μm] ± 2 μm	Δa [μm] ± 2 μm	Δl [μm] ± 2 μm	Versuchs- dauer [h]
IndSC1	4.00	2.20	0.97	10.5	?	38	?	89
IndSC3	3.33	1.62	0.94	8.0	<2	<2	<2	70
IndSC4	2.09	1.28	1.00	14.5	?	13	?	118
IndSC5	3.00	1.12	0.91	14.6	?	13	?	69
IndSC6	2.50	1.25	0.98	16.4	83	40	123	618

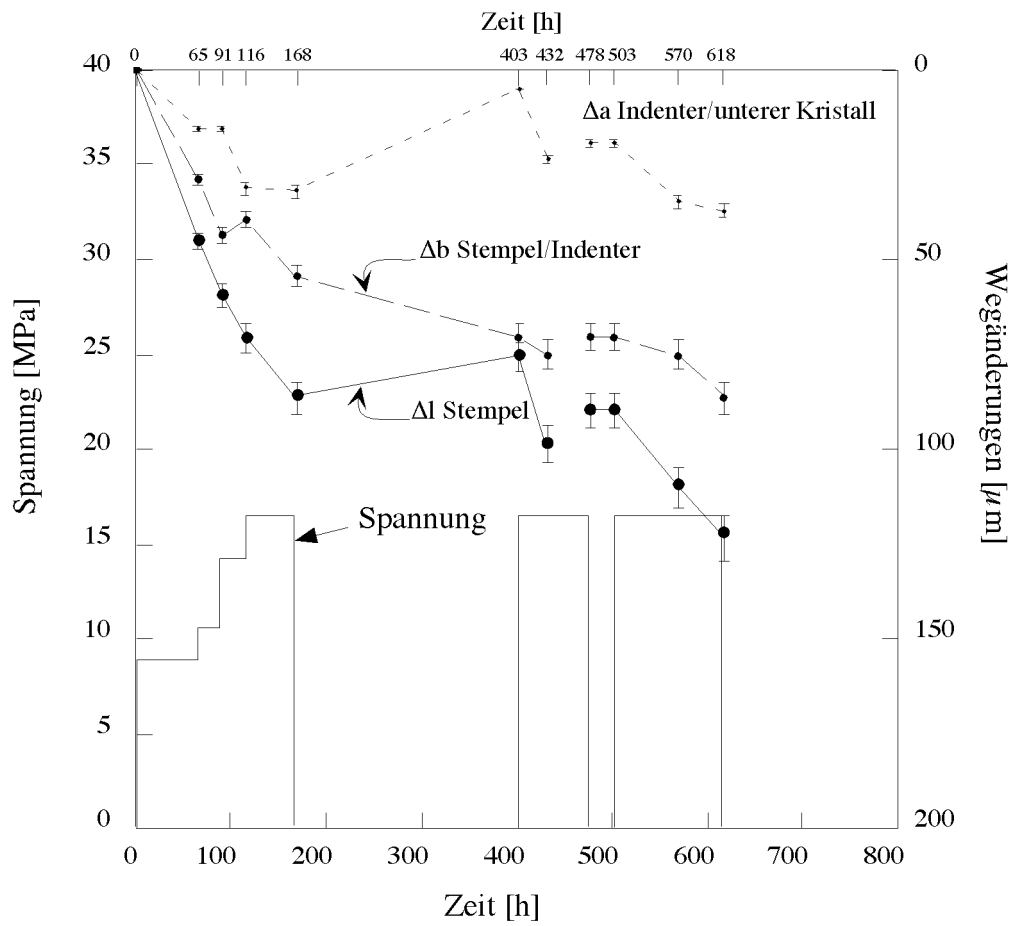


Abbildung 5.4: Graphische Darstellung des Versuchsablaufs von IndSC6. Gegen die Zeit sind die Spannung und die Wegänderungen in vertikaler Richtung des Stempels, des Stempel/Indenterkontakts und der Indenter/unterer Kristall-Grenze dargestellt. Gemessen wurde Δl und Δb , während Δa aus der Differenz ($\Delta l - \Delta b$) berechnet wurde. Man sieht, daß Δb größer als Δa ist, was bedeutet, daß der größte Teil der Wegänderung am Stempel/Indenterkontakt lokalisiert ist.

5.3.2 Mikroskopische Beobachtungen

Durch den Aufbau dieser Versuche konnten während ihrer Durchführung zwei Hauptbereiche festgestellt werden, in denen strukturelle Änderungen zu beobachten waren: (i) oben, am Metallstempel/Indenter-Kontakt, also am Kontakt zwischen Metall und Natriumchlorat und (ii) unten, an dem Kontakt zwischen dem Indenterkristall und dem unteren Kristall, also zwischen zwei Natriumchlorat-Kristallen.

Da das Augenmerk auf dem Verhalten der Korngrenze zweier, gegeneinander gestresster Kristalle lag, wurde das Mikroskop bei allen Versuchen auf den Korn-Kontaktbereich fokussiert. Von diesem Bereich wurden kontinuierlich (1 Bild pro Stunde) Bilder aufgenommen. Übersichtsaufnahmen des gesamten Indenterkristalls bzw. des Metallstempel/Indenterkristall-Kontaktes wurden in unregelmäßigen Zeitabständen gemacht.

In keinem der Versuche wurde die Bruchfestigkeitsgrenze von Natriumchlorat überschritten. Lokale, spröde Reaktionen der Kristalle wurde jedoch beobachtet. Dies konnte aber auf die Unregelmäßigkeiten der Kristalloberflächen zurückgeführt werden. Beim Auflegen des Gewichtes konnten keine durchgreifenden, schnellen strukturellen Änderungen beobachtet werden. Solche Strukturen hätten beispielsweise durch abrupte Spannungserhöhung oder Schock verursacht werden können.

Da die Ergebnisse der durchgeführten Versuche stark unterschiedlich sind, werden diese einzeln vorgestellt und besprochen. Zusammenfassend, konnten folgende Phänomene beobachtet werden: (i) Die Deformation konzentrierte sich auf die Korngrenzen, (ii) Kataklasten bildeten sich, (iii) zwei Arten von Rißbildung konnten unterschieden werden: die subkritischen, zeitabhängigen Risse und die superkritischen, zeitunabhängigen Risse und (iv) Fragmentbildung fand statt.

5.3.2.1 Versuch IndSC1

Erst nach 25 Stunden wurden in Versuch IndSC1 die ersten mikroskopischen Änderungen am Korn-Kontakt beobachtet. Auf der rechten Seite des Indenters entstand ein Riß (Aufnahme T = 25 h in Abb. 5.5). Unmittelbar nach dessen Entstehung bildeten sich Lösungsrillen in dem so entstandenen Bruchfragment. In Abbildung 5.6 ist eine zusammenfassende Darstellung für die strukturelle Entwicklung der unteren Seite des Fragmentes zu sehen. Die Lösungsrillen bildeten sich in diesem Fragment senkrecht zur maximalen kompressiven Spannung, genau wie von den Brok & Morel (2001) beobachtet und in Kapitel 4 beschrieben. Im Verlauf des Versuches wurden diese Rillen immer ausgeprägter. Sie verliefen ungefähr parallel zu $\{100\}$ und bewegten sich während des Versuchs im Fragment des Indenterkristalls (Abb. 5.6). Durch ihre Ausbreitung bildeten sich immer mehr kleine Bruchfragmente, was zu einer langsamen, kataklastischen Deformation des Kontaktbereiches führte (ab Aufnahme T = 54 h in Abb. 5.6).

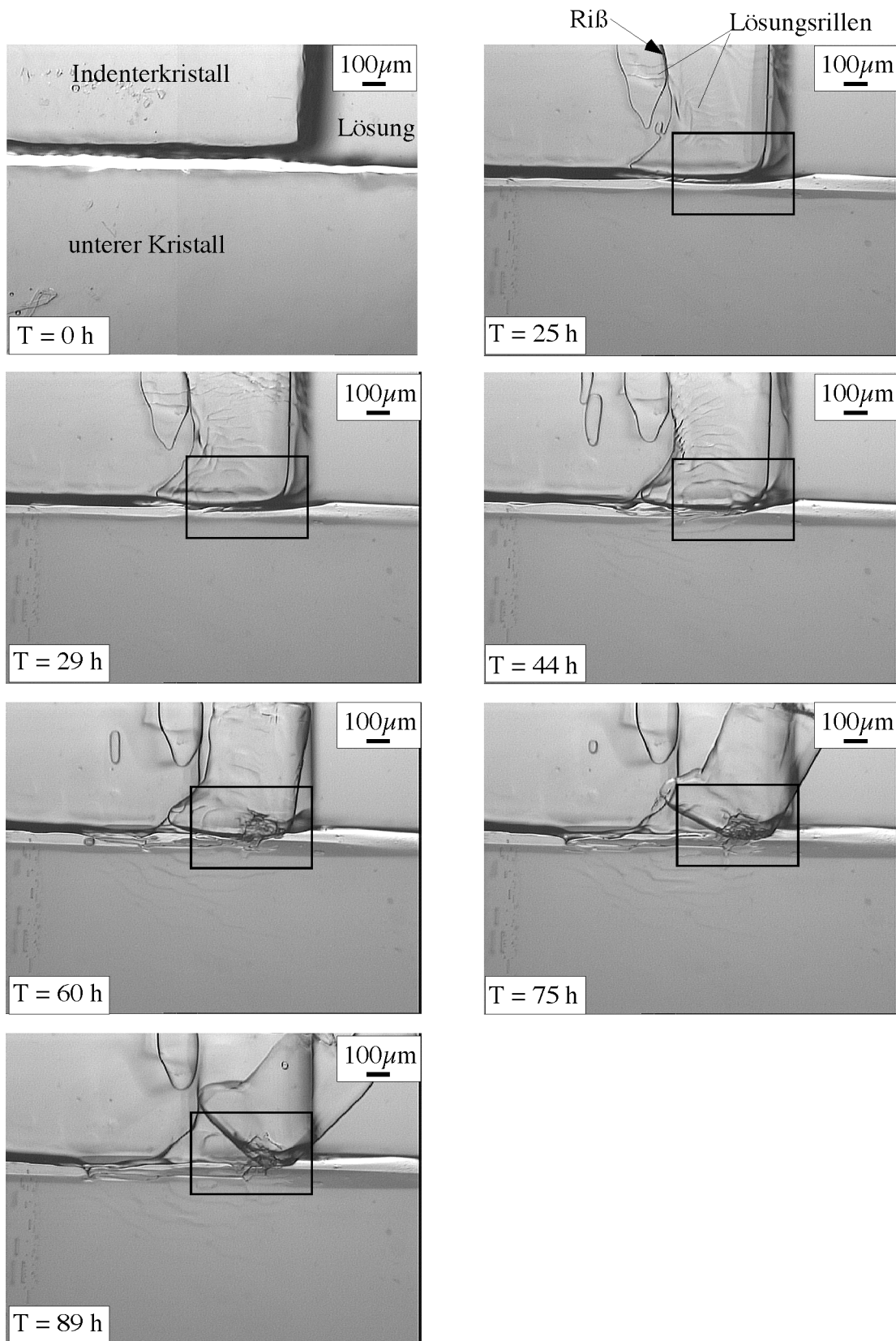


Abbildung 5.5: Sequenzaufnahme des Versuches IndSC1: Die Versuchsdurchführung fand bei Raumtemperatur und unter einer errechneten, vertikalen kompressiven Spannung von 10.5 ± 0.2 MPa statt. Die markierten Ausschnitte sind in Abb. 5.5 vergrößert zu sehen.

Am Ende des Versuchs wurden die Kristalle voneinander getrennt und die Struktur der Kontaktfläche von Indenter und unterem Kristall am unteren Kristall unter dem Mikroskop studiert. Die Form dieser Kontaktfläche war nicht mehr eben, sondern wellig (Abb. 5.7). Ein Längsprofil dieser Kontaktfläche verdeutlicht die Form dieser Struktur, die aus zwei Aufwölbungen besteht, die durch Vertiefungen begrenzt sind (Abb. 5.7c). Die Aufwölbungen sind höher als die ursprüngliche Kontaktfläche, was den Schluß zuläßt, daß sie durch Korngrenzmigration von der Kontaktfläche nach oben entstanden sind. Auch in IndSC3 wurde eine ähnliche Struktur beobachtet (s. Abb. 5.8). Die Vertiefungen müssen dagegen durch Auflösungsprozesse verursacht worden sein. Wie in Abbildung 5.7 zu sehen, sind alle Vertiefungen durch einen Kanal mit dem Außenbereich des Kontaktes verbunden. In der Seitenansicht ist zu sehen, daß die Kanäle sich dort gebildet haben, wo Risse leicht durch Erhöhung der Spannung entstehen können.

Die beobachteten Strukturen in diesem Versuch können, wie folgt, zusammengefaßt werden:

1. Bildung von sich bewegenden Lösungsrillen senkrecht zur Spannungsrichtung
2. langsame Entwicklung kataklastischer Strukturen
3. Verschwinden der Lösungsrillen bei Entlastung und teilweises Verheilen der kataklastischen Strukturen
4. Unregelmäßige Strukturierung der Kristall-Kontaktfläche bestehend aus (i) unregelmäßigen Lösungskanälen, (ii) Einkerbungen, die Ansätze für Risse sind, (iii) Aufwölbungen, die auf Korngrenzmigration hinweisen.

Auf den Aufwölbungen waren auch Kataklaststrukturen zu sehen. Diese Unregelmäßigkeiten erhöhten die effektive Diffusivität dieser Korngrenze.

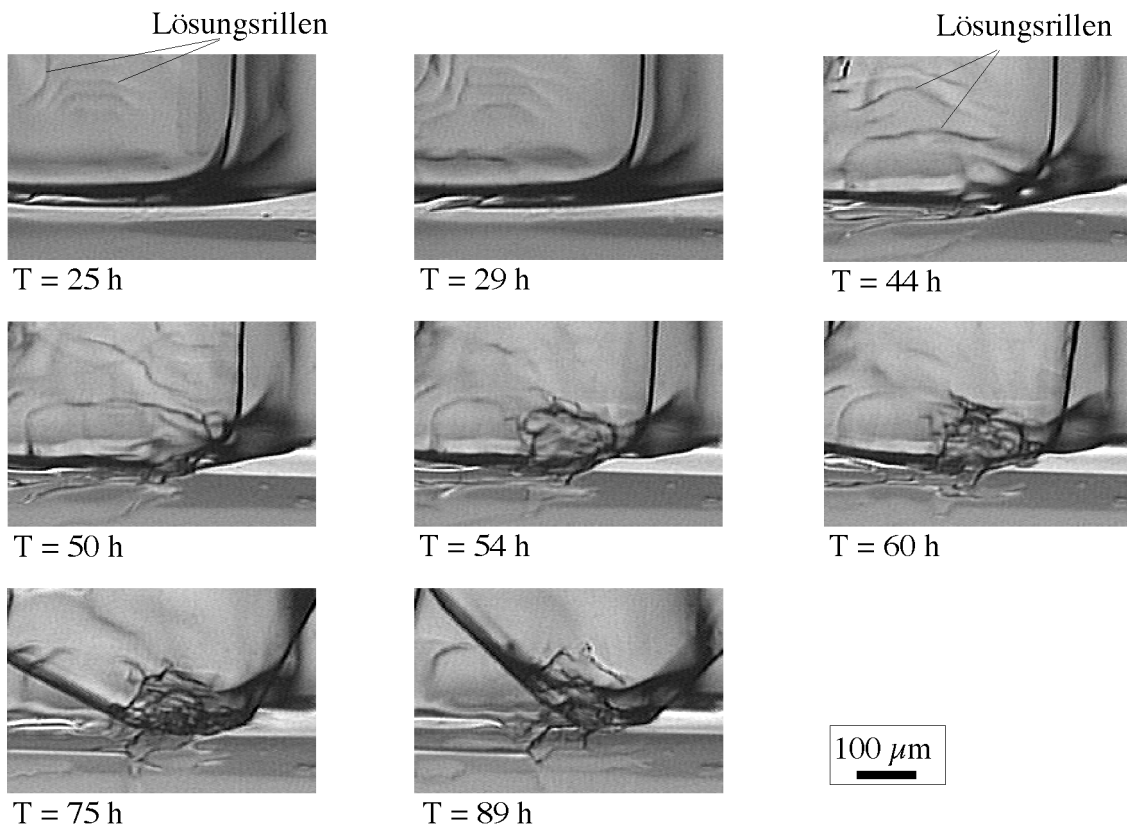


Abbildung 5.6

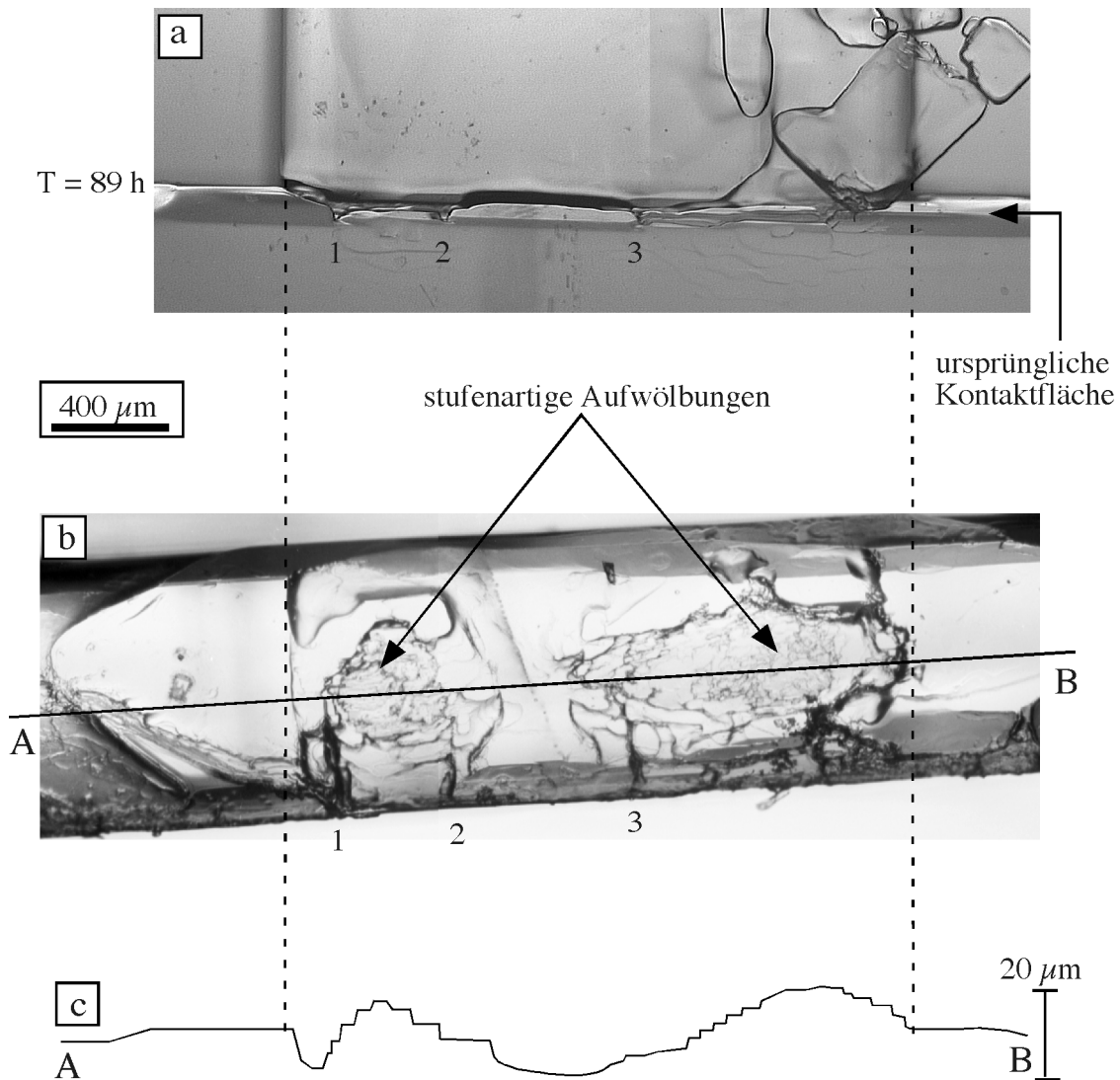


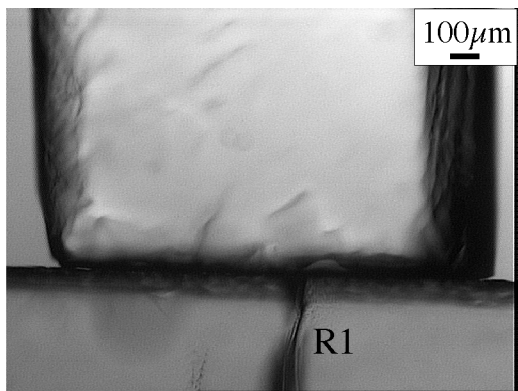
Abbildung 5.7: Übersichtsaufnahme des Versuches IndSC1 nach dem Ende des Experiments: a) In situ-Seitenansicht b) Ex situ-Aufsicht des Korn-Kornkontaktes des unteren Kristalls c) schematisiertes Profil AB aus b der Kristalloberflächen; die stufenartigen Aufwölbungen müßten durch Korngrenzmigration vom unteren in den oberen Kristall entstanden sein. Die Nummern 1, 2 und 3 in 5.6a und 5.6b sind V-förmige Einkerbungen.

Abbildung 5.6: Zusammenfassende Darstellung der Ausschnitte in Abb. 5.5. Nach 25 Stunden bildeten sich Lösungsrillen. Mit der Zeit und unter Spannung wanderten Sie nach unten (vgl. Aufnahme $T = 25$ h und Aufnahme $T = 44$ h). Am unteren Eck des Indenterkristalls bildeten sich mehrere Lösungsrillen, die sich mit der Zeit vertieften. Sie verursachten eine kataklastische Deformation. Diese ist in Aufnahme $T = 60$ h deutlich zu sehen. In dieser Aufnahme löste sich das Korn, das sich in dem Indenterkristall gebildet hatte. Das Korn stand nicht mehr unter Spannung und die Lösungsrillen verschwanden (vgl. Aufnahme $T = 89$ h).

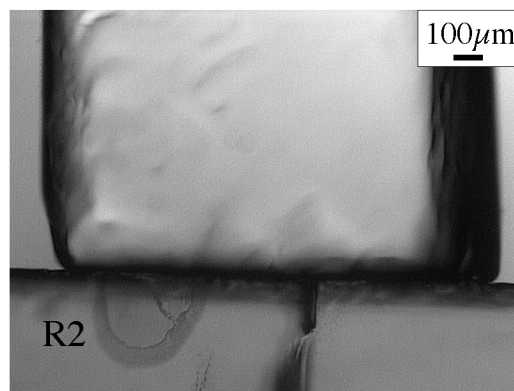
5.3.2.2 Versuch IndSC3

In Versuch IndSC3 (Abb. 5.8) hatte der untere Kristall schon vor Versuchsbeginn einen Ri (im Bild "R1"). Dies hatte aber offensichtlich keinen Einflu auf den weiteren Versuchsverlauf, denn erst nach 7 Stunden wurden die ersten Deformationstrukturen in dem unteren Kristall sichtbar. Es bildete sich ein muschelartiger Ri (im Bild "R2") direkt unterhalb des Indenterkristalls. Wie in Aufnahme T = 8 h zu sehen, begann dieser Ri direkt nach seiner Bildung zu heilen. Dies ist besser in der Filmaufnahme des Versuches zu sehen (s. Film IndSC3 im Anhang). Nach vier Stunden waren nur noch Flssigkeitseinschlsse brig. Whrend der Heilung des Risses entwickelten sich im Indenterkristall mehrere Strukturen (ein gerader Ri, neue Bruchfragmente und Lsungsritzen; ab Aufnahme T = 8 h in Abb. 5.8). Die Lsungsritzen entstanden zuerst auf der Oberflche aller Bruchfragmente. Mit der Zeit huften sich diese Ritzen im Indenterkristall und wurden ausgeprgter. Sie orientierten sich immer senkrecht zur lokalen kompressiven Spannung. Bei und nach ihrer Entstehung wurden die Bruchfragmente immer kleiner. Dies konnte whrend des Versuches durch die Korngrenzenwanderung dieser Fragmente dokumentiert werden. Eine genaue Beobachtung des Fragments "A" zeigt, da aus einem runden Fragment (Aufnahme T = 8 h) durch Auflsung ein kantiges Korn gebildet wurde, dessen Oberflchen kristallographisch orientiert waren (Aufnahme T = 68 h). Diese Entwicklung knnte die Entstehung der Aufwlbungen in der Kontaktflche der Kristalle in Versuch IndSC1 erklren.

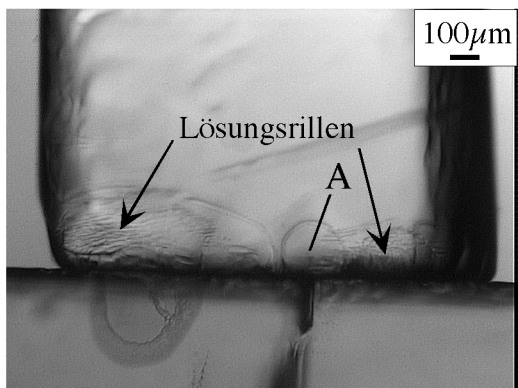
Abbildung 5.8: Sequenzaufnahme des Versuches IndSC3: Die Versuchsdurchfhrung fand bei Raumtemperatur und unter 8.0 ± 0.2 MPa statt. Zu sehen ist eine zeitabhngige Fragmentbildung. Die Fragmente lsen sich auf und nehmen eine eckige Form an (s. beispielsweise Korn "A") (Erklrung im Text).



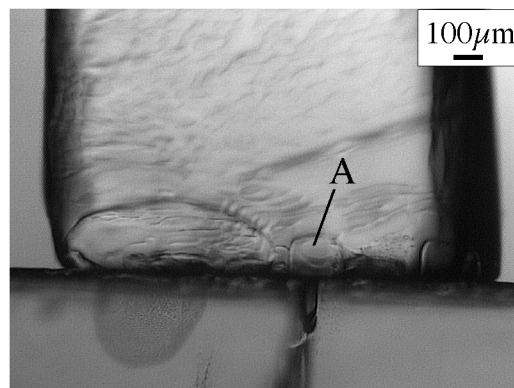
T = 0 h



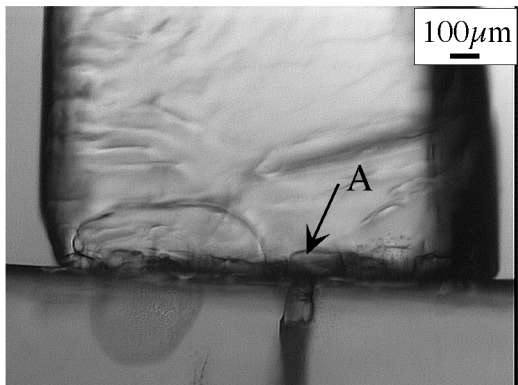
T = 7 h



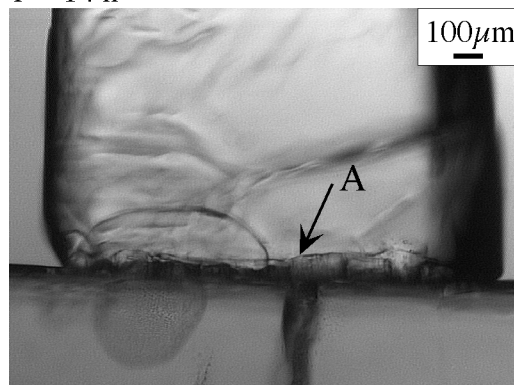
T = 8 h



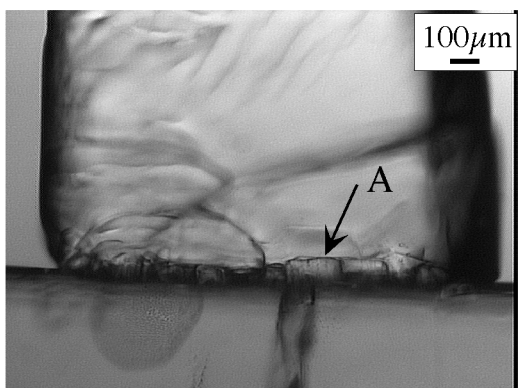
T = 14 h



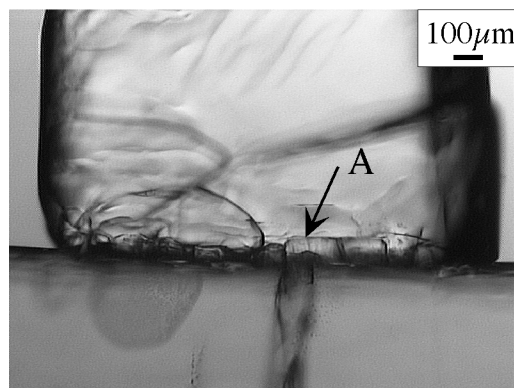
T = 32 h



T = 52 h



T = 64 h



T = 68 h

Abbildung 5.8

5.3.2.3 Versuch IndSC4

bei Versuch IndSC4 (Abb. 5.9) wurde, wie auch bei den anderen Versuchen, erst auf die Oberfläche beider Kristalle fokussiert. Nach 46 Stunden konnten immer noch keine Veränderungen an den Oberflächen beobachtet werden. Beim Einstellen der Fokussierungsebene (s. Skizze in Abb. 5.9) konnten aber Abweichungen der ursprünglich planparallelen Ebenen am dem Korn-Kontakt festgestellt werden. Wie in Aufnahme T = 46 h (innen, rechten Spalte der Abb. 5.9) zu sehen ist, hat sich der Kontakt von einer geraden zu einer unregelmäßigen Form verändert. Auch nach 118 Stunden hatte sich die Struktur des Kontaktes an der Oberfläche (außen) nicht verändert. Sie blieb während des gesamten Versuchablaufs gerade und unverändert. Dagegen konnte man intern beobachten, daß die Unregelmäßigkeiten in Bewegung waren (s. Filmaufnahme IndSC4 in Anhang). Die Wellung wurde deutlicher. An der rechten Seite des Indenters (s. Pfeil im Aufnahme T = 118 h) wurde die Entwicklung eines Risses beobachtet. Dieser Riß hatte sich aus dem Scheitel einer Welle nach oben entwickelt. Er war ständig in Bewegung, wie im Film deutlich zu sehen ist (s. Film IndSC4 im Anhang).

In diesem Versuch fand eine strukturelle Änderung der Kontaktflächen beider Kristalle statt. Diese konnte aber nur im inneren Bereich dieses Kontaktes festgestellt werden. Die planparallele Fläche wurde wellig und bewegte sich ständig. Die Wellenlänge wurde im Laufe der Zeit und unter Spannung größer. Am Scheitel einer Welle bildete sich ein Riß, der während seiner Entwicklung ebenfalls ständig in Bewegung war.

Abbildung 5.9: Sequenzaufnahme des Versuches IndSC4: Die Versuchsdurchführung fand bei Raumtemperatur und unter 14.5 ± 0.3 MPa statt.

Linke Spalte: Aufnahme des äußeren Bereiches. rechte Spalte: Aufnahme des inneren Bereiches. Rechts Oben: schematische Darstellung der optischen Einstellung bei der sequenziellen Aufnahme des Versuches. Die Bildung des Risses in Aufnahme T = 118 (innen) kann in der Filmaufnahme IndSC4 besser beobachtet werden(s. Anhang).

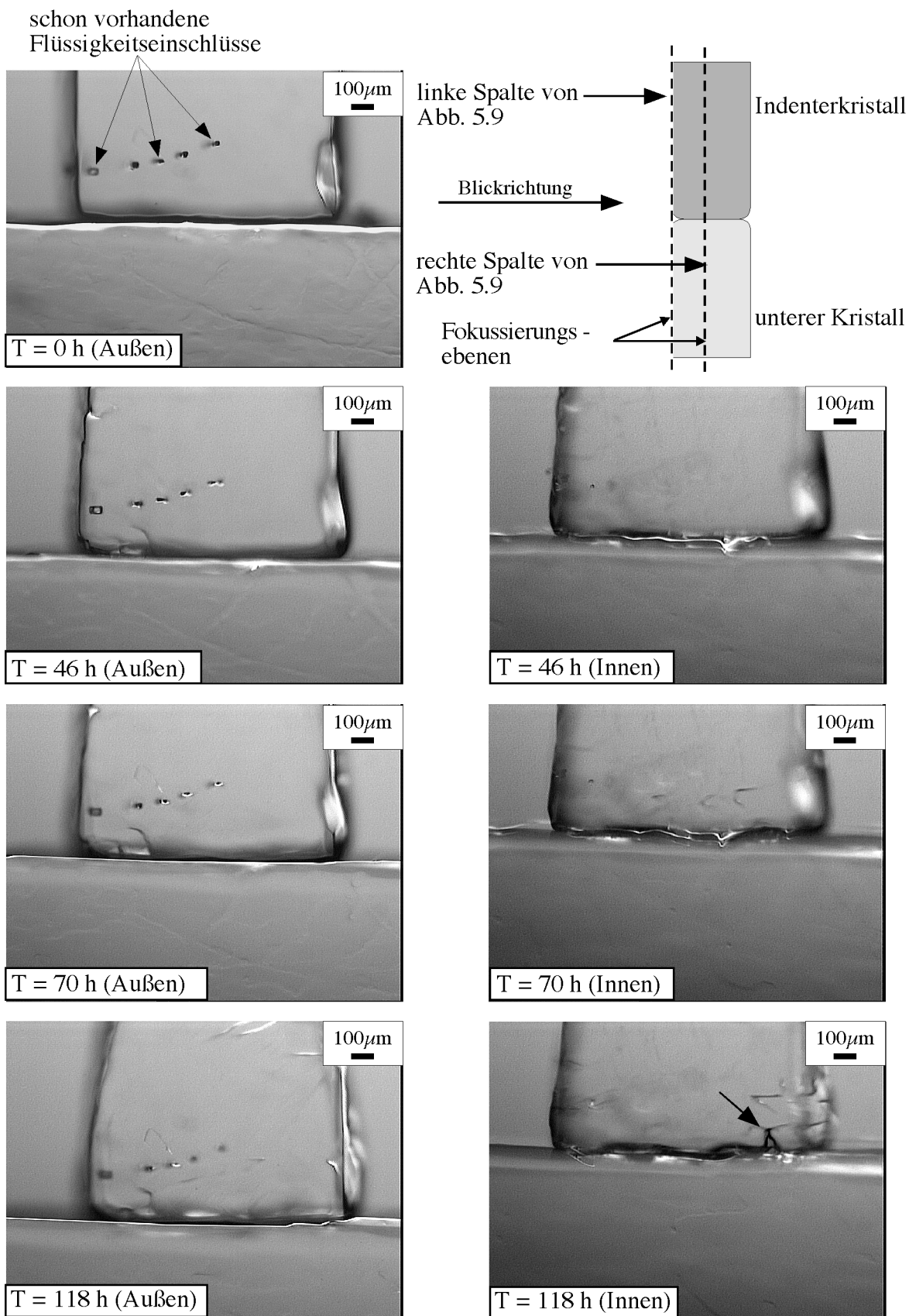


Abbildung 5.9

5.3.2.4 Versuch IndSC5

Eine Stunde nach Versuchsbeginn schien es, daß der Indenterkristall in den unteren Kristall einzudringen begann. Tatsächlich aber wuchs der untere Kristall, in Folge der durch Konvektions- und Gravitationsprozesse induzierten Ausfällung, aus der umgebenden NaClO₃-gesättigten Lösung nach oben. Im oberen Bereich der Zelle fand Auflösung statt. Das aufgelöste Material sank gravitativ nach unten und präzipitierte auf der Oberfläche des unteren Kristalls. Im weiteren Verlauf des Versuches fand am unteren Kristall fortlaufend Ausfällung statt, was sich im Weiterwachsen des Kristalls nach oben zeigte. Dadurch entstand der Eindruck, daß der Indenterkristall in den unteren Kristall eindrang. Die tatsächliche Indentation betrug nur 13 µm.

Nach 5 Stunden (Pfeil in Aufnahme T = 5 h in Abb. 5.10) bildeten sich auf der Fläche des unteren Kristalls Lösungsrillen unterhalb des Indenters aus. Diese Rillen wanderten im Verlauf des Versuches auf der Fläche in Richtung des Bereiches, in dem die Korngrenze unregelmäßig war (s. ab Aufnahme T = 1 h). In diesem unregelmäßigen Bereich bildeten sich neue, sehr kleine V-förmige Einkerbungen aus. Hätten sie sich weiter entwickeln können, wären an ihren Spitzen Risse in Abhängigkeit von der Zeit gebildet worden. Auf der rechten oberen Seite des Indenters (Pfeil in Aufnahme T = 38.5 h) bildeten sich Lösungsrillen. Aus einer dieser Lösungsrillen entstand senkrecht zur Spannungsrichtung abrupt ein großer Riß (Aufnahme T = 39 h). Dieser Riß begann direkt nach seinem Auftreten zu heilen. In Aufnahme T = 39 h sieht man, wie sich ein neues, großes Fragment B im Indenter gebildet hat. In Film IndSC5 (s. Anhang) kann man deutlicher als auf den in Abbildung 5.10 gezeigten Bildern erkennen, wie sich Fragment B während des Versuchsverlaufs verkleinert.

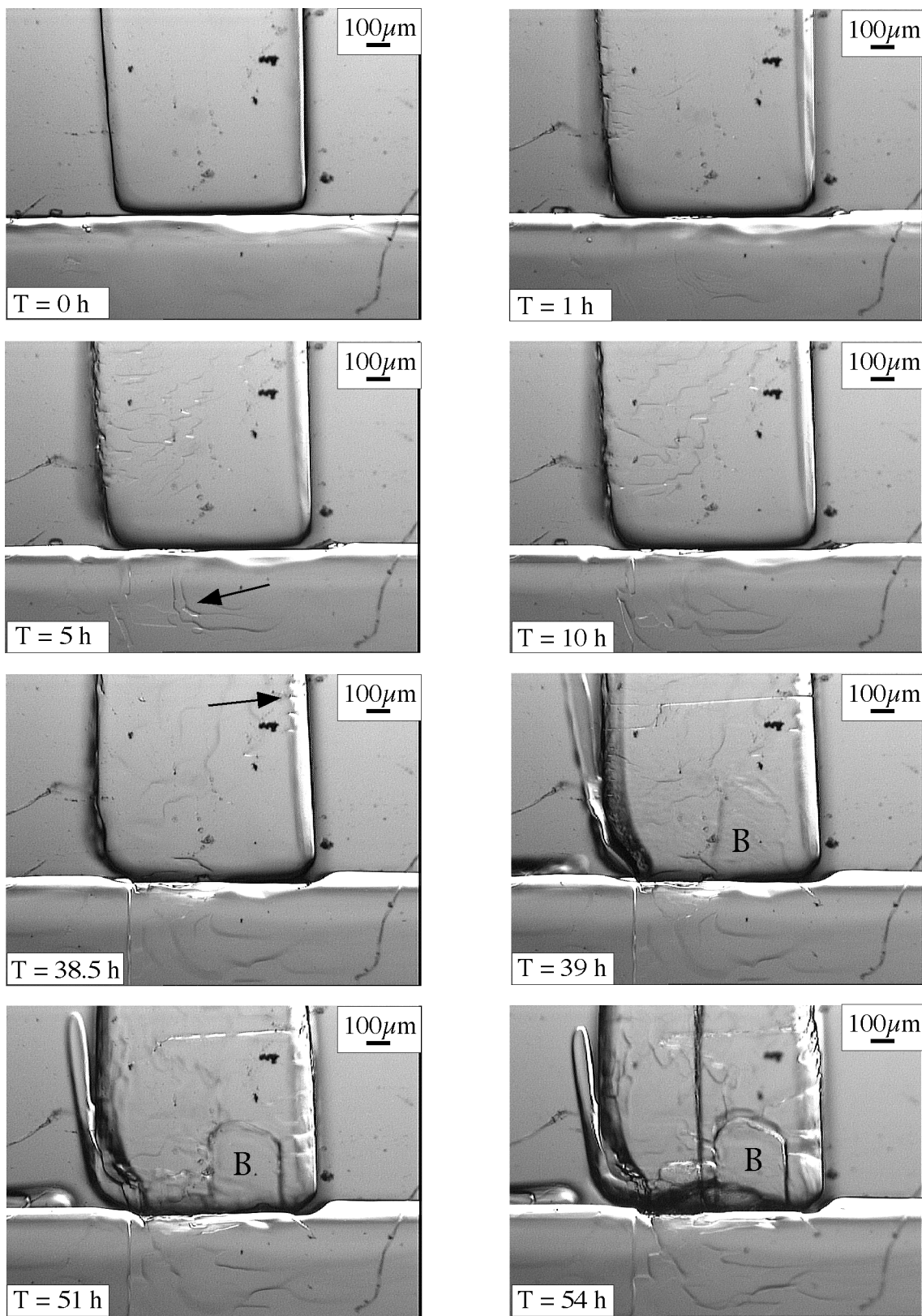


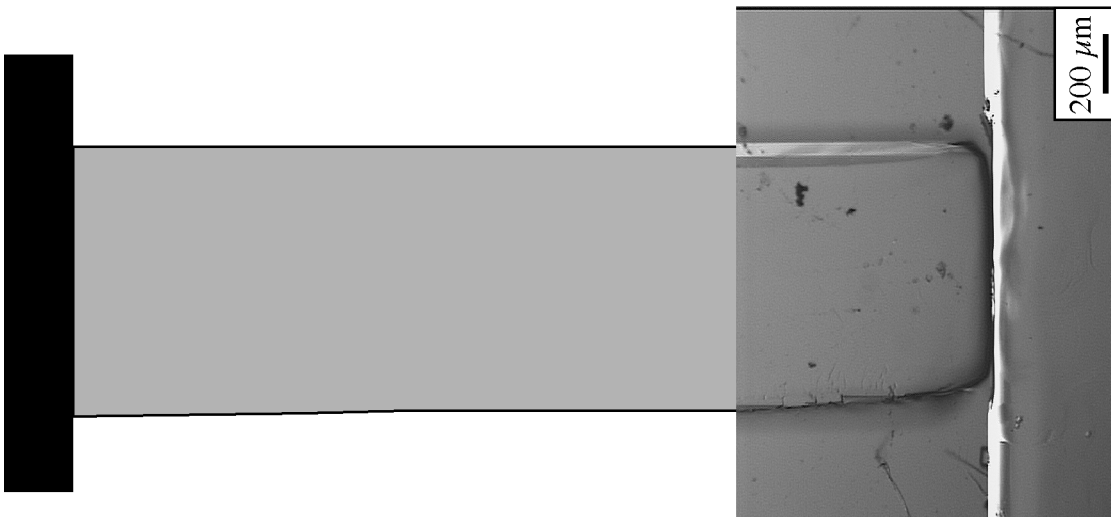
Abbildung 5.10: Sequenzaufnahme des Versuchs IndSC5: Die Versuchsdurchführung fand bei Raumtemperatur und bei einer Spannung von 14.6 ± 0.3 MPa statt.

In der Sequenz-Übersichtsaufnahme (Abb. 5.11) ist der Gravitations- und Konvektionseffekt auf den Versuchsaufbau zu sehen. Während die geometrische Form im unteren Bereich des Indenters erhalten blieb, wurde der Indenter im oberen Bereich infolge von Auflösung - da hier die Lösung, durch Gravitation und Konvektion übersättigt war - schmaler. Weil der Indenter im oberen Bereich aber nun schmaler wurde, verringerte sich somit auch die Kontaktfläche zum Stempel. Die Folge war eine Spannungserhöhung im oberen Bereich des Indenters, während die Spannung im unteren Teil ungefähr gleich blieb, wobei es an den Seitenwänden des Indenters zur Ausfällung von Material als Folge der Übersättigung der Lösung kam. Die Sättigungsunterschiede waren gravitationsbedingt (Wang & Hu 1996) und verursachten dadurch Konvektion. Im oberen Bereich erhöhte sich die Spannung auf die Probe solange, bis die Festigkeitsgrenze des Kristalls überschritten wurde (kritische Spannung). Es bildete sich parallel zur Spannungsrichtung ein Riß, was schließlich zum Bruch des Indenters führte (Aufnahme T = 54 h in Abb. 5.10).

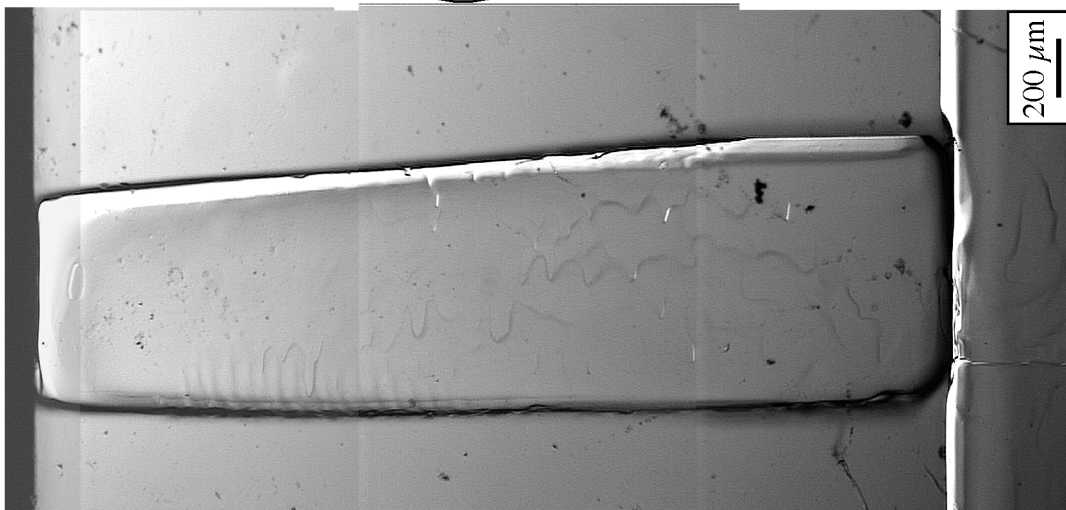
Zusammenfassend läßt sich feststellen, daß es auch in diesem Versuch zur Ausbildung von Lösungsrillen kam, die immer senkrecht zur Spannungsrichtung orientiert waren. Ausgehend von diesen Rillen entstand im Indenter ein zeitunabhängiger, spröder Riß, der den Indenter allerdings nicht vollständig durchlief. Dieser Riß heilte unter Spannung im Laufe der Zeit wieder aus. Im Kontaktbereich beider Kristalle entstanden dagegen in Abhängigkeit von der Zeit Fragmente, die sich im Laufe des Versuchs, ebenfalls in Abhängigkeit von der Zeit, wieder verkleinerten.

Um die in diesem Versuch beobachteten Auflösungserscheinungen infolge von Gravitations- und Konvektionsprozessen zu vermeiden, wurden in Versuch IndSC6 der umgebenden Lösung lose NaClO_3 -Körner zugesetzt. Durch Zugabe dieser Körner sollten die oben genannten, unerwünschten Prozesse verhindert werden.

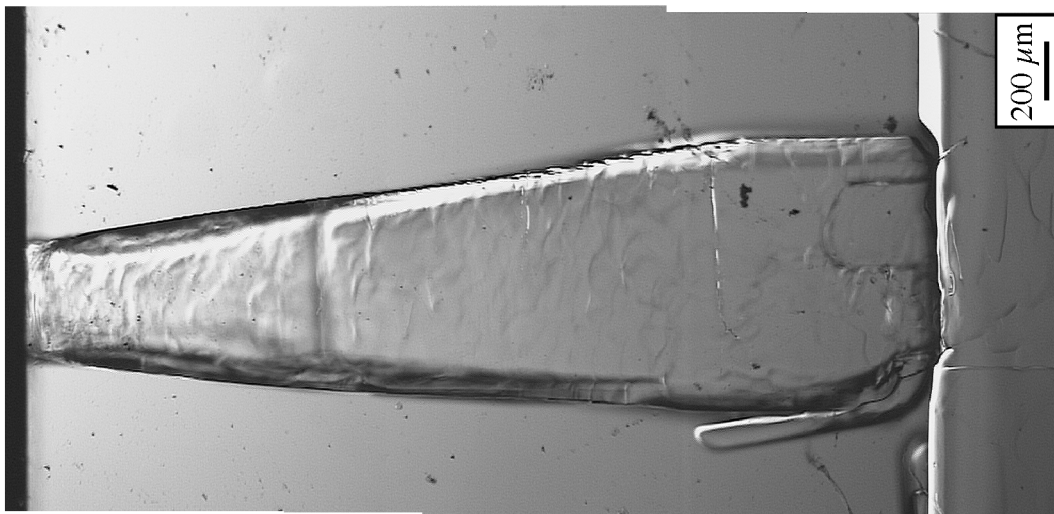
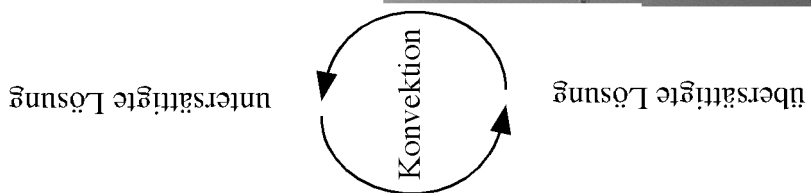
Abbildung 5.11: Sequenzielle Übersichtsaufnahme des Versuches IndSC5: Erkennbar sind gravitative und konvektive Effekte in der Lösung auf den Indenter und den unteren Kristall. Durch den Gravitationseffekt auf die Lösung kommt es im oberen Bereich der Kammer zu Übersättigung, was zur Auflösung des oberen Bereiches des Indenters führt.



T = 0



T = 29.5 h



T = 51.5 h

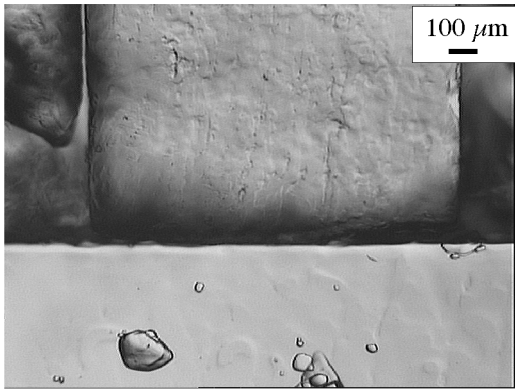
5.3.2.5 Versuch IndSC6

Wie bereits erwähnt, wurden die Versuche IndSC1 bis 5 in Anwesenheit einer NaClO₃-Lösung durchgeführt, in der Konvektion auftreten konnte. In Versuch IndSC6 wurden deshalb lose NaClO₃-Körner zugefügt. Diese Körner verhinderten alle Konvektionsprozesse in der gesättigten Lösung. An den Körnern konnten keine Lösungs- und/oder Fällungsstrukturen beobachtet werden. Ihre Form blieb im Verlauf des Versuchs unverändert.

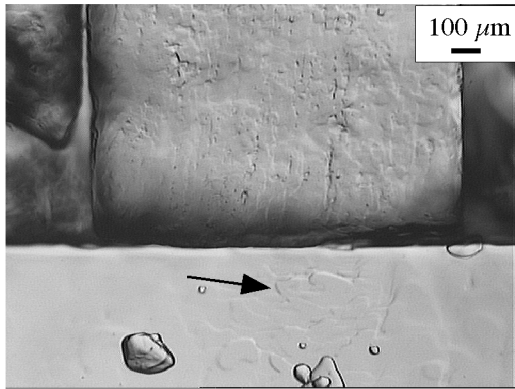
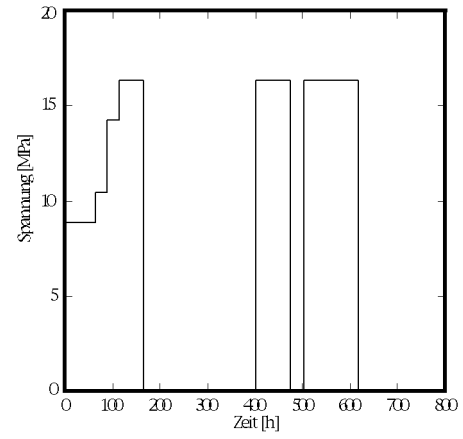
In Versuch IndSC6 wurde die Spannung zu Beginn innerhalb von 120 Stunden in vier Schritten erhöht: von 8.8 ± 0.2 MPa, auf 10.4 ± 0.2 MPa, dann auf 14.2 ± 0.3 MPa und schließlich auf 16.4 ± 0.3 MPa (graphische Darstellung in Abb. 5.4). Nach 52 Stunden unter 16.4 MPa wurde die Probe für etwa 235 Stunden entlastet. Ziel war es, zu überprüfen, ob es in dieser Zeit zu Heilungsprozessen kommen würde und ob die gebildeten Strukturen verschwinden würden, wie zum Teil in Versuch IndSC1 zu beobachten war. Danach wurde die Spannung wieder erhöht, nun aber nicht schrittweise, sondern direkt auf 16.4 ± 0.3 MPa. Nach 31 Stunden wurde die Probe erneut entlastet, in diesem Fall für 71 Stunden. Anschließend wurde die Spannung bis zum Ende des Versuches wieder auf 16.4 MPa gebracht. Dieses Be- und Entlasten der Kristalle wurde immer zum selben Zweck durchgeführt, nämlich um eventuelle auftretende Heilungsprozesse beobachten zu können.

Nach einer Stunde unter einer Spannung von 8.8 MPa konnten die ersten mikrostrukturellen Änderungen an der Oberfläche des unteren Kristalls festgestellt werden (Pfeil in Aufnahme $T = 1$ h in Abb. 5.12a). Es handelte sich hierbei um unregelmäßig verteilte und orientierte Lösungsrillen, die sich unterhalb des Indenters entwickelten. Nach zwei Stunden konnte die Entstehung eines Risses im unteren Kristall beobachtet werden (Pfeile in Aufnahme $T = 2$ h). Es handelt sich hierbei um einen Riß, der zur Bildung eines neuen großen Fragments im unteren Kristall führte. Das Fragment war genauso breit wie der Indenterkristall und lag direkt unter diesem. Dieser Riß wurde im Versuchsverlauf nicht geheilt. Er behielt, während das Kristall unter Spannung stand, seine wellige Anfangsform bei (vgl. Aufnahmen von $T = 60$ h bis $T = 168$ h der Abb. 12a und 12b). Der Riß stellte die Korngrenze zwischen dem neuen Fragment und dem umgebenden Kristall dar. Es entwickelten sich Lösungsrillen auf diesem neuen Fragment, die im Laufe der Zeit ausgeprägter und deutlicher wurden. Aus diesen Lösungsrillen bildeten sich (wie bei Aufnahme $T = 30$ h in Abb. 5.12a) Mikrorisse, die ihrerseits neue Fragmente am Korn-Kontaktbereich bildeten. Wie in den folgenden Aufnahmen (bis Aufnahme $T = 168$ h in Abb. 5.12b) zu sehen, entwickelten sich die Lösungsrillen und Mikrorisse senkrecht und parallel zur Spannungsrichtung und verblieben in dieser Orientierung. Nachdem die Kristalle zum ersten Mal entlastet wurden, blieben die Mikrorisse und die kleinen Fragmente am Korn-Korn-Kontakt erhalten. Nur die Oberflächenstrukturen (Lösungsrillen) verschwanden schnell, wie in Aufnahme $T = 237$ h der Abb. 5.12b zu sehen ist. Während dieser Entlastungsphase sah man, daß sich die Form der Grenze zwischen dem großen Fragment und dem unteren Kristall veränderte, während sie unter Spannung homogen blieb. Die wellige Struktur dieser Grenze ging zu einer kleineren, viereckigen Form über (ab Aufnahme $T = 403$ h der Abb. 12b). Im weiteren Verlauf des Versuches blieb diese Form konstant. Auffallend ist das Fehlen von Flüssigkeitseinschlüssen.

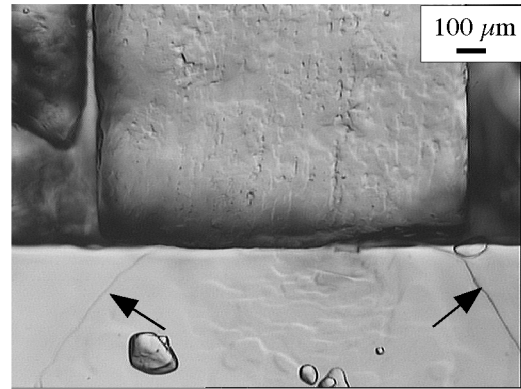
Abbildung 5.12a: Sequenzaufnahme des Versuches IndSC6 Teil 1: Die Versuchsdurchführung fand bei Raumtemperatur statt. (Abbildungen 5.12a, b und c stellen ein sequenzielle Aufnahme des Versuchs dar. Jeweils rechts Oben ist der Versuchsverlauf graphisch dargestellt (Spannung gegen Zeit)).



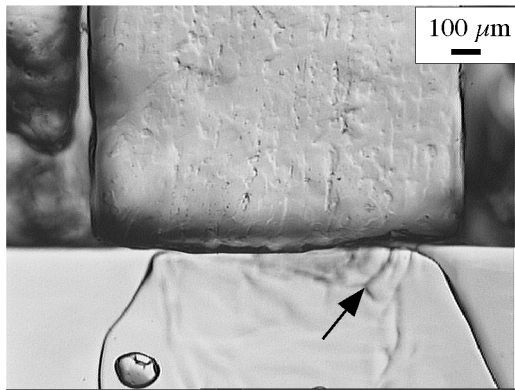
T = 0



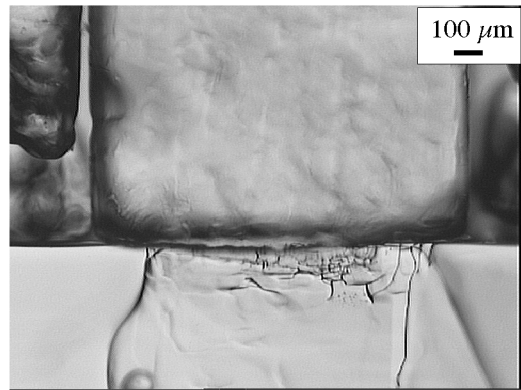
T = 1 h



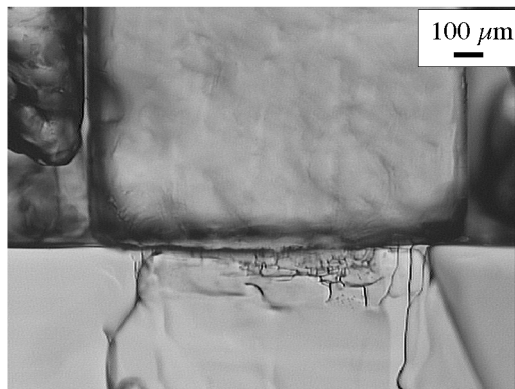
T = 2 h



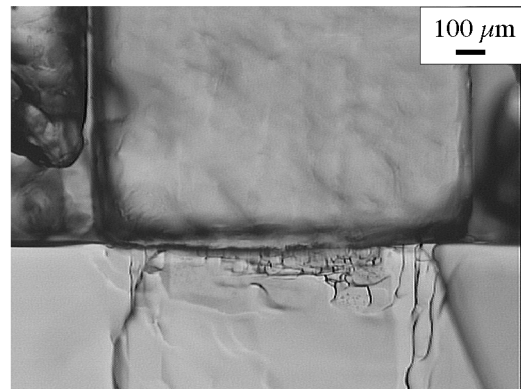
T = 30 h



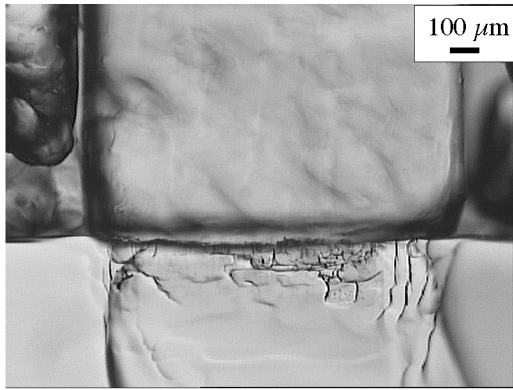
T = 66 h



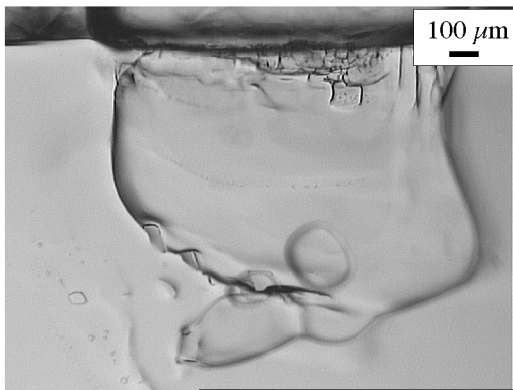
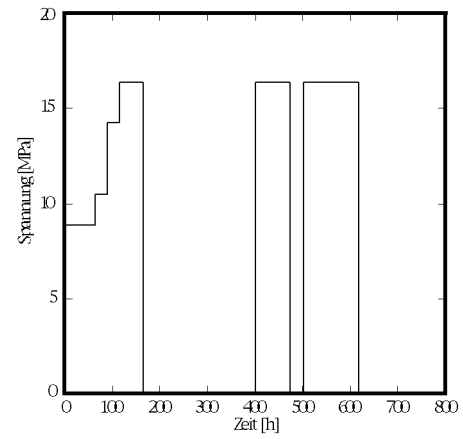
T = 99 h



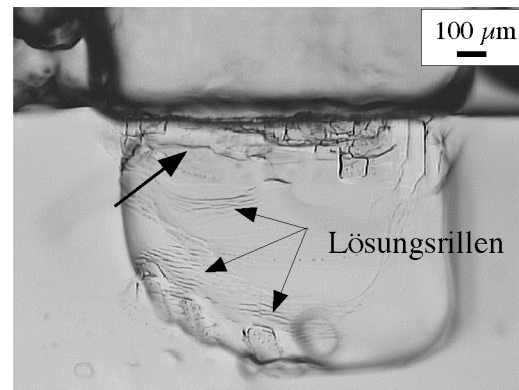
T = 116 h



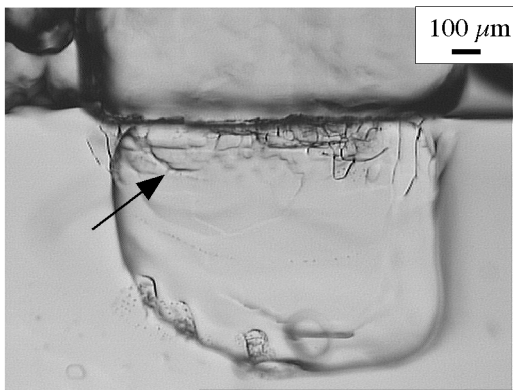
T = 168 h



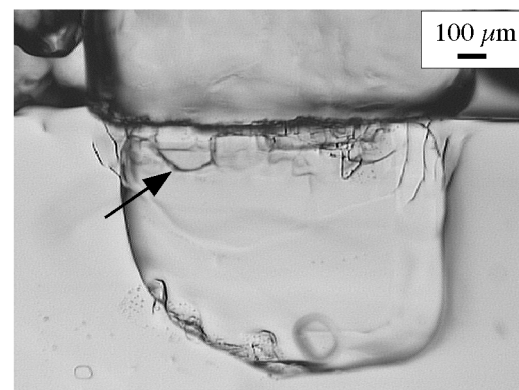
T = 237 h



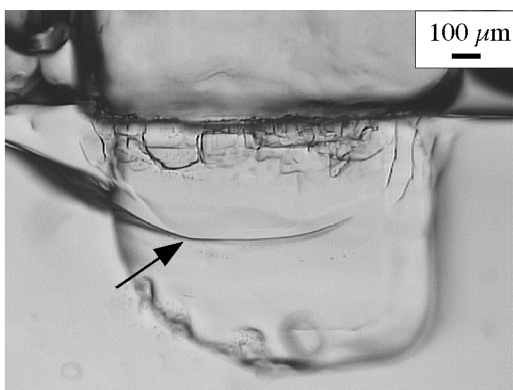
T = 403 h



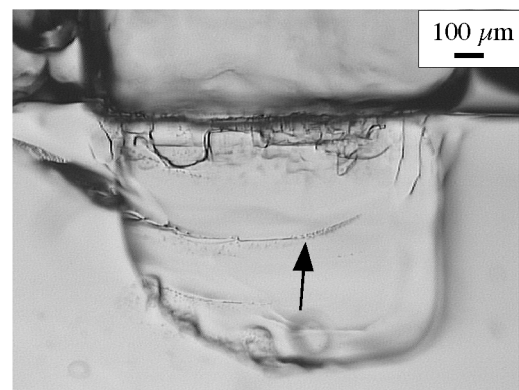
T = 431 h



T = 476 h

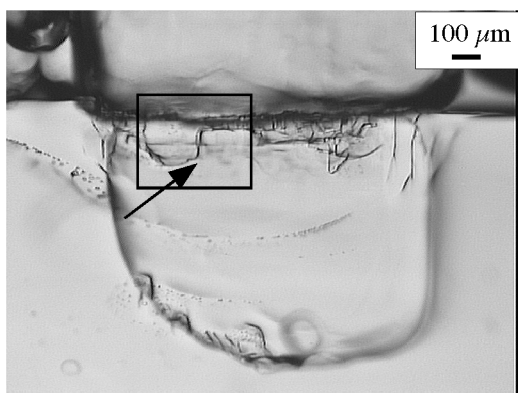


T = 476 h + 2'

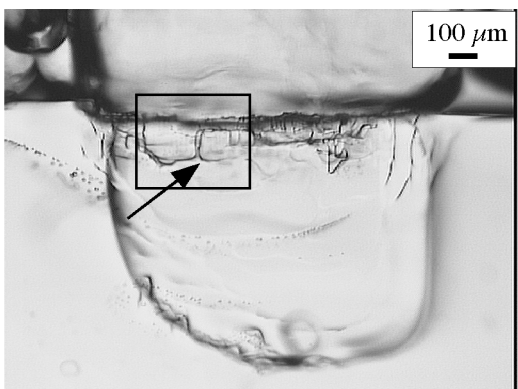
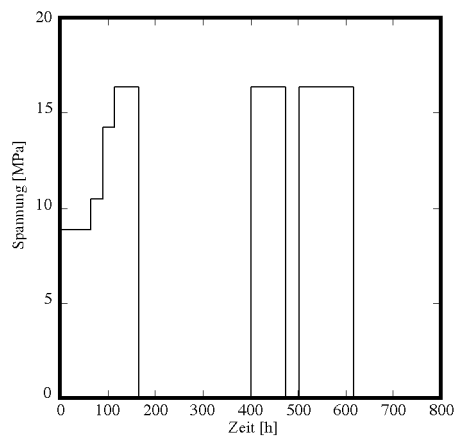


T = 478 h

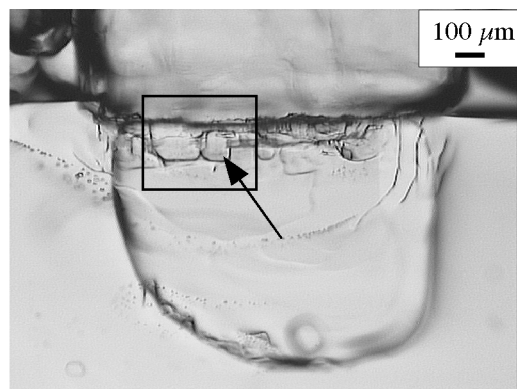
Abbildung 5.12b: Sequenzaufnahme des Versuches IndSC6 Teil 2



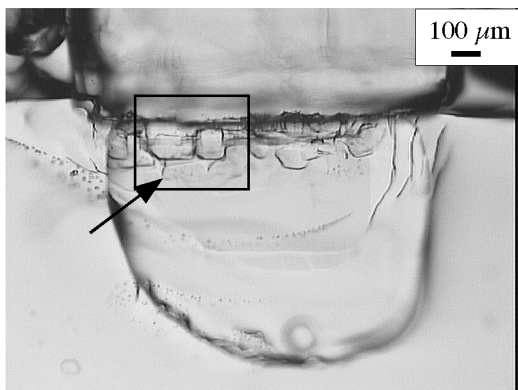
T = 503 h



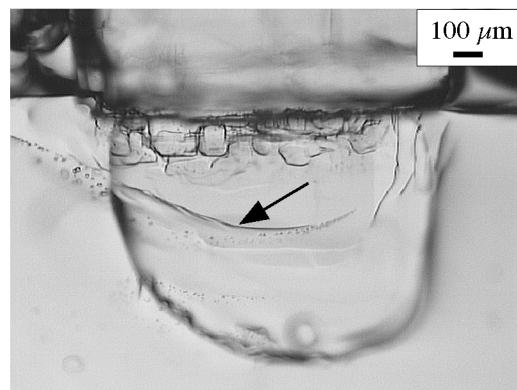
T = 519 h



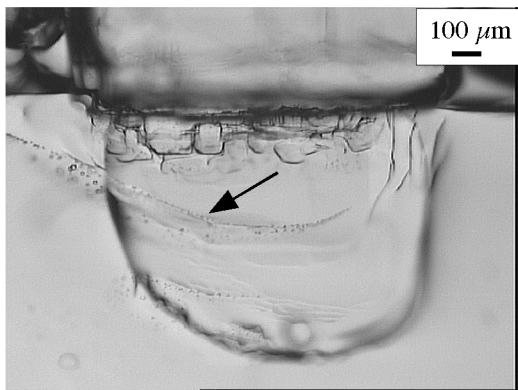
T = 570 h



T = 618 h



T = 618 h + 1'



T = 619 h

Abbildung 5.12c: Sequenzaufnahme des Versuches IndSC6 Teil 3. Die markierten Ausschnitte sind in Abb. 5.13 vergrößert zu sehen.

Beim erneuten Einwirken der Spannung (16.4 MPa) auf die Probe entstanden neue Lösungsrillen. Aufnahme T = 403 h zeigt die Rillen, die unmittelbar nach der Einwirkung der Spannung schon vorhanden waren. Die Lösungsrillen standen senkrecht zur lokalen kompressiven Spannung und subparallel zueinander. Es war zu erkennen, wie sich manche Risse aus den Lösungsrillen entwickelten (s. Pfeile in den Aufnahmen T = 403 h bis T = 476 h). Die Vernetzung der Rillen verursachte die Bildung von Bruchstücken. Unmittelbar nach der Aufnahme T = 476 h wurde die Probe entlastet. In Aufnahme T = 476 h + 2 min sieht man die Bildung eines Entlastungsrisses (Pfeil in Aufnahme T = 476 + 2' h, Abb. 5.12b). Dieser Ri heilte sehr rasch. Zwei Stunden nach seiner Entstehung waren nur noch Flssigkeitseinschlsse brig. Whrend der Zeit, in der die Kristalle nicht unter Spannung standen, blieben im Kontaktbereich die Fragmente und Risse erhalten.

Ab T = 503 h wurde die Probe wieder unter Spannung gebracht (16.4 MPa). Whrend der Belastungszeit konnte links unterhalb des Indenters die Entstehung neuer Fragmente verfolgt werden (Pfeil in Aufnahme T = 503 h bis T = 618 h in Abb. 5.12c). Abbildung 5.13 ist eine zusammenfassende Darstellung der Entwicklung eines Fragmentes. Hierbei zeigt sich ganz deutlich, da die Mikrorisausbreitung und das Umbiegen in kristallographische Orientierungen folgen.

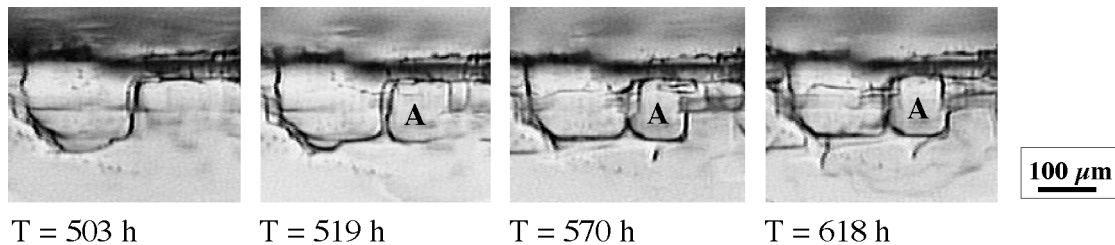


Abbildung 5.13: Ausschnitt aus den Sequenzaufnahmen der Abbildung 5.12c: die Ausbildung, Weiterentwicklung und Rotation eines Risses entlang kristallographischer Orientierungen, wodurch ein neue Fragment (A) entsteht. In Aufnahme T = 618 h erkennt man unterhalb der beiden Fragmente die Entstehung zweier Risse und ihre vertikale Ausbreitung.

Die Aufnahme T = 618 h + 1 min der Abbildung 5.12c zeigt die Entstehung eines Risses bei Wiederentlastung. Dieser neue Ri verluft parallel zu einem alten (Flssigkeitseinschlssspur) verluft. Nach einer Stunde war der Riss verheilt und es blieben erneut nur Flssigkeitseinschlsse brig, die die Anwesenheit dieses Risses dokumentierten (Pfeil in Aufnahme T = 619 h). 24 Stunden spter wurden eine bersichtsaufnahme des Versuches und zwei Detailaufnahmen des Korn-Kontaktbereiches gemacht. Diese sind in Abbildung 5.14 zu sehen. Man erkennt die neu entstandenen Fragmente.

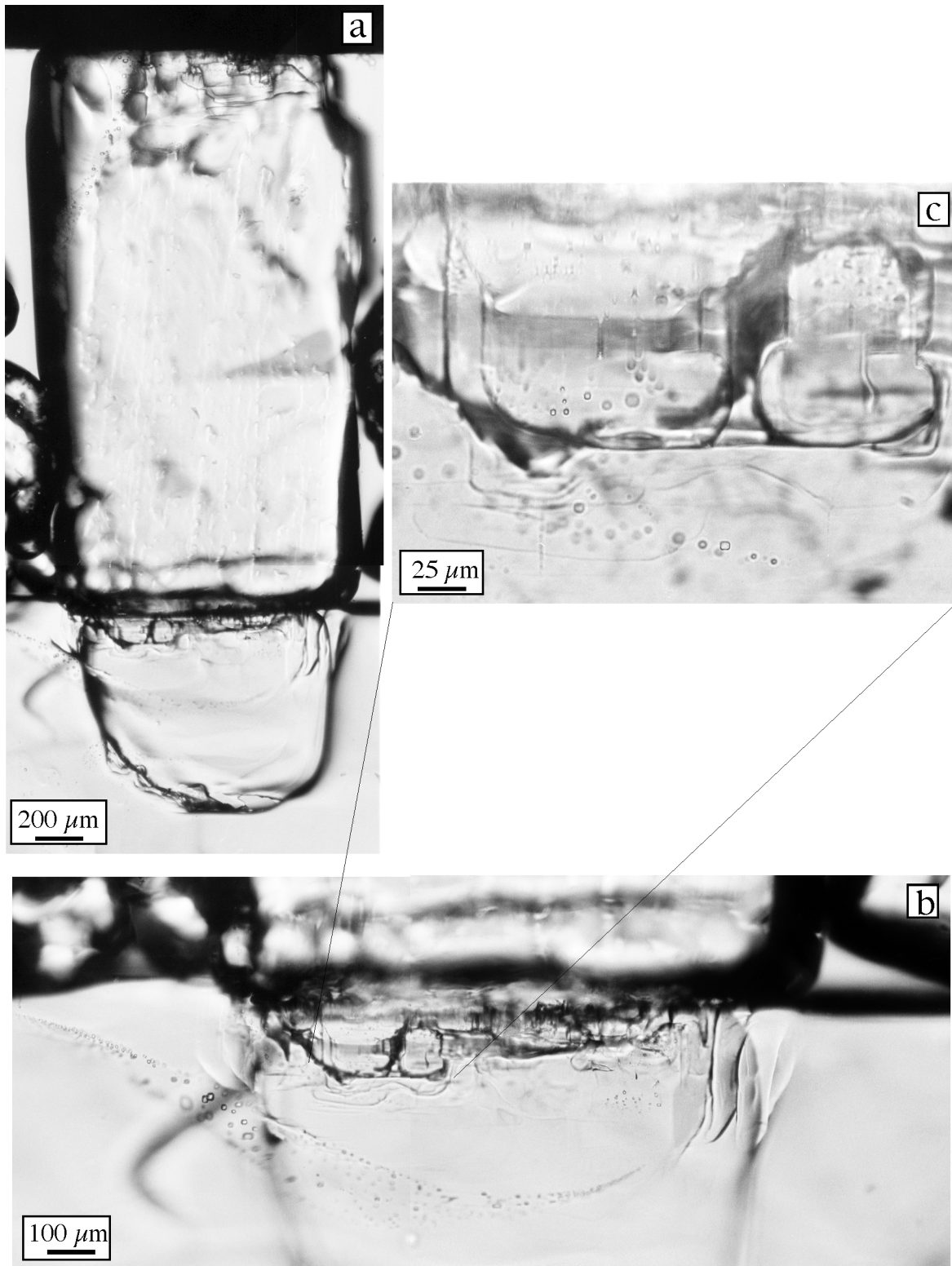


Abbildung 5.14: Mikroskopische Aufnahmen des Versuches IndSC6 im Endzustand ($t = 642$ h). a) Übersichtsaufnahme. b) Vergrößerung des Indenter/Kornkontaktes. c) Detailaufnahme von Fragmenten im Kontaktbereich (beachte: Die Korngrenzen der Fragmente sind kristallographisch orientiert).

Die Aufnahmen in Abbildung 5.15 zeigen den unteren Bereich derselben Fragmente, die in Abbildung 5.13 zu sehen sind. Aufnahme (a) in Abbildung 5.15 zeigt die Fragmente unter Spannung. Aufnahme (b) zeigt denselben Ausschnitt 24 Stunden nach der Entlastung. Man erkennt, wie sich zwei Risse (1 und 2 in Aufnahme a) in dem unteren Kristall bei Belastung vertiefen. Nach der Entlastung erkennt man in Aufnahme b, daß sich die Risse fast vollständig zurückgebildet haben. Riß 2 ist ganz verschwunden und Riß 1 ist nur noch anhand einer Spur von Flüssigkeitseinschlüssen zu erkennen.

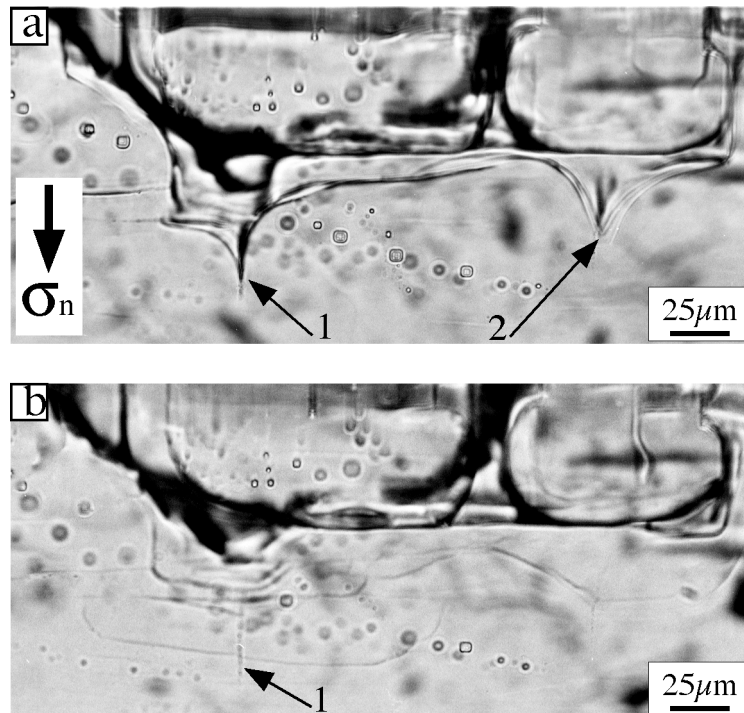


Abbildung 5.15: Mikroskopische Detail-Aufnahme des Korn-Kornkontaktbereiches in Versuch IndSC6: (a) zwei Mikrorisse (1 und 2) die, als die Probe unter Spannung stand, anwesend waren. Diese Risse waren aber 24 Stunden nach der Entlastung der Probe (b) fast ganz verschwunden. Bei Riß 1 ist eine Spur von Flüssigkeitseinschlüssen übrig geblieben. Von Riß 2 ist nichts mehr zu sehen.

In Abbildung 5.16 sind Sequenzaufnahmen des oberen Bereichs des Indenterkristalls zu sehen. Diese Seite des Indenters, die sich im Kontakt zum Metallstempel befand, änderte sich strukturell schnell im Vergleich zur unteren Seite. Die obere Kante des Indenterkristalls war am Anfang des Versuches nicht gerade. Dies führte dazu, daß der Kontakt zwischen dem Metallstempel und dem Kristall klein war. Die Spannung war somit in diesem Kontaktbereich höher. Die obere Seite des Indenters wurde kataklastisch deformiert. In Aufnahme T = 116 h der Abbildung 5.16 sieht man die Bildung eines Risses, der im weiteren Verlauf des Versuchs heilte. Es blieben nur Flüssigkeitseinschlüsse, die auf die Anwesenheit dieses Risses hindeuteten.

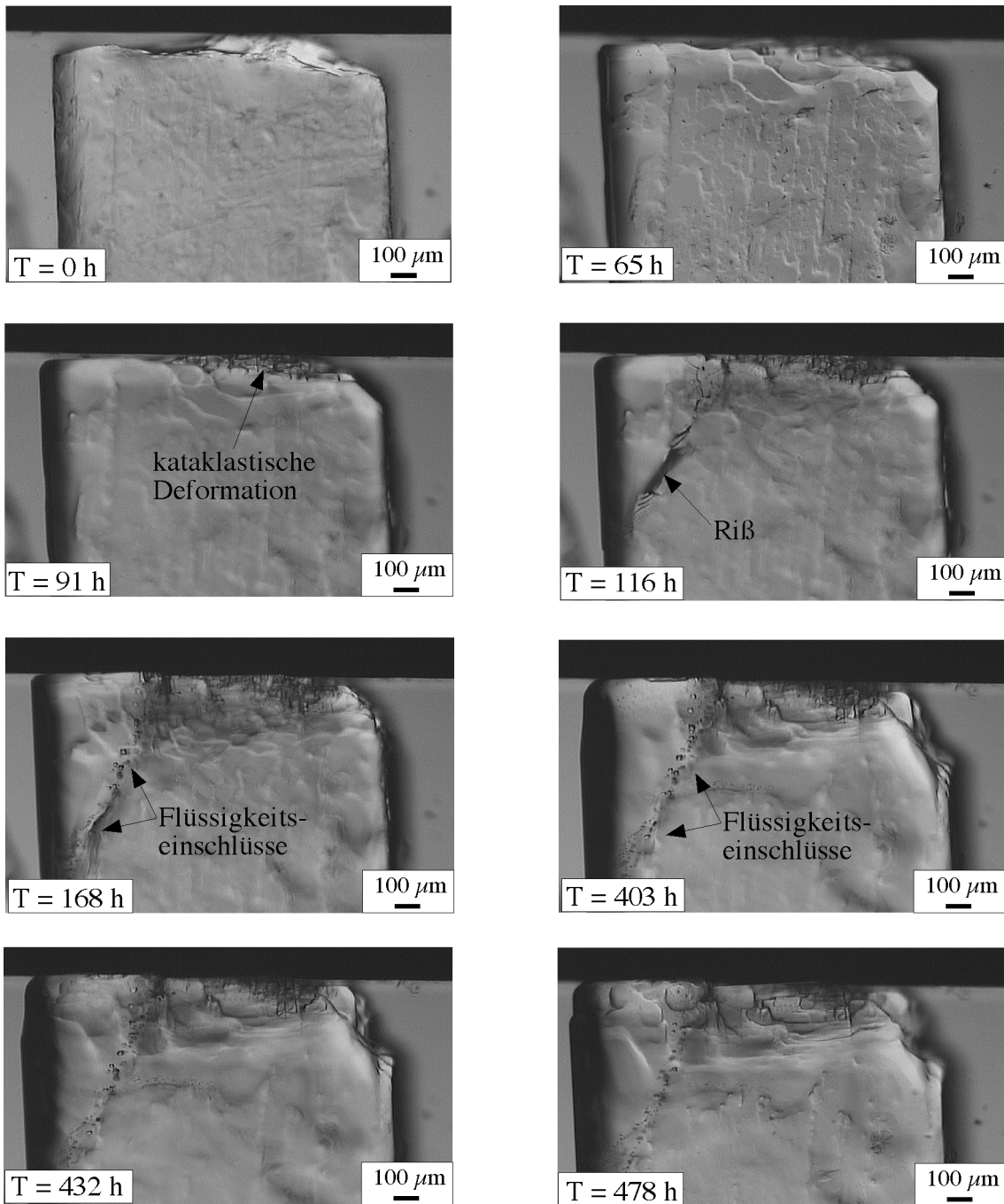


Abbildung 5.16: Sequenzübersichtsaufnahme des Kontaktbereiches zwischen dem Metallstempel und dem Indenterkristall. Am Anfang des Versuches war die obere Kante des Indenterkristalls uneben. Der Kontakt zwischen Metallstempel und Kristall war klein, wodurch dieser Bereich unter höheren Spannungen stand als der Abb. 5.4 angegeben. Die obere Seite des Indenterkristalls wurde kataklastisch deformiert. Es entstand dabei auch ein spröder Riß, der allerdings im Verlauf des Versuches geheilt wurde. Es blieben nur Flüssigkeitseinschlüsse übrig.

5. 4 Zusammenfassung und Diskussion

Bei den Indentationsversuchen konzentrierte sich die Deformation auf den Kontaktbereich zwischen Metallstempel und Indenterkristall bzw. auf den Kontakt zwischen Indenterkristall und unterem Kristall. In diesen Kontaktbereichen entstanden kataklastische Strukturen durch Rißbildung. Die Rißbildung vollzog sich auf zwei Arten: (i) Ausbildung zeitunabhängiger Risse und (ii) Bildung zeitabhängiger, langsam gebildeter Risse. Parallel zur Hauptspannungsrichtung konnten keine langen, vertikalen Risse beobachtet werden. Vielmehr zeigten die Risse einen bogigen Verlauf, wodurch Fragmente abgespalten wurden. Die langsam gebildeten Risse entwickelten sich auf den Kontaktflächen aus den Lösungsrillen. In der Regel waren die Lösungsrillen senkrecht zur Hauptspannung orientiert, wurden aber auch parallel zu dieser ausgebildet. Unter Spannung schienen sich die Lösungsrillen zu vertiefen und zu Rissen weiterzubilden, während sie bei Entlastung verschwanden. Die Lösungsrillen und Risse - also die Grenzen der Fragmente - waren beweglich. Die zuerst entstandenen rundlichen Fragmente schienen sich im Laufe der Zeit zu idiomorphen, eckigen Formen weiterzuentwickeln.

In allen Versuchen waren die Flächen der Kristalle am Kontaktbereich im Anfangszustand nicht exakt eben. Diese Unebenheit hatte eine inhomogene Verteilung der kompressiven Spannung entlang des Kontaktes zur Folge. Dies verursachte nicht die Entwicklung einer welligen Struktur des Kontaktbereiches (wie in Versuch IndSC4) sondern die Entstehung von Spannungskonzentrationen und dadurch von Lösungsrillen auf den Flächen unter niedrigerer normaler Spannung. Das sind die Flächen, die parallel zur gesamten kompressiven Spannung der Kristalle orientiert sind, direkt ober- und/oder unterhalb dieser Bereiche.

Die morphologische Oberflächeninstabilität der gespannten Kristalle wird durch die elastische Verformungsenergie verursacht (Barvosa-Carter et al. 1998, Morel 2000, den Brok & Morel 2001). Entstehen diese Rillen und bleiben die Kristalle unter (konstanter) Spannung, entwickeln sie sich zeitabhängig zu Mikrorissen. Diese Prozesse sind als "*stress corrosion microcracking*" (SCM) bekannt (Hillig & Charles 1965, Anderson & Grew 1976). Die Verbreitung der Risse ist das Ergebnis einer spannungabhängigen Korrosionsreaktion an ihrer Spitze. Diese Korrosionsreaktion ist ihrerseits abhängig von der Oberflächenenergie und der lokalen Spannung (Hillig & Charles 1965, Barvosa-Carter et al. 1998). Die Mikrorisse verbreiten sich immer entlang einer günstigen kristallographischen Orientierung, bis sie einen anderen Mikroriß (senkrecht) treffen und sich vernetzen oder umbiegen (Abb. 5.16a). Bei einer Entlastung bleiben die Mikrorißspitzen nur erhalten, wenn das Gleichgewicht zwischen der lokalen Spannung und der Oberflächenenergie günstig ist (Heidug 1991, Heidug & Leroy 1994, Yang & Srolovitz 1994). Ist diese Bedingung nicht erfüllt, so bilden sich diese Mikrorißspitzen sehr schnell zurück, wie z.B. in Abbildung 5.15 zu sehen. Nur noch die zurückgebliebenen Fluideinschlüsse zeugen von dem ehemaligen Mikroriß.

Durch Vernetzungs- und/oder Umbiegungsprozesse entstehen neue Subkörner. Die Fragmentbildung zwischen zwei gespannten Kristallen wurde bei Ostapenko (1968) beschrieben. Er beschreibt weiter, daß der Kontaktbereich aus mikrokristallinen Fragmenten besteht und dadurch eine hohe Porosität hat. Die Fragmente ihrerseits haben eine höhere Oberflächenenergie. Dies führt dazu, daß diese Fragmente sich unter Spannung auflösen. Dieser Prozeß wurde in den hier vorgestellten Versuchen nur beobachtet, wenn die Fragmente durch zeitunabhängige Risse entstanden waren.

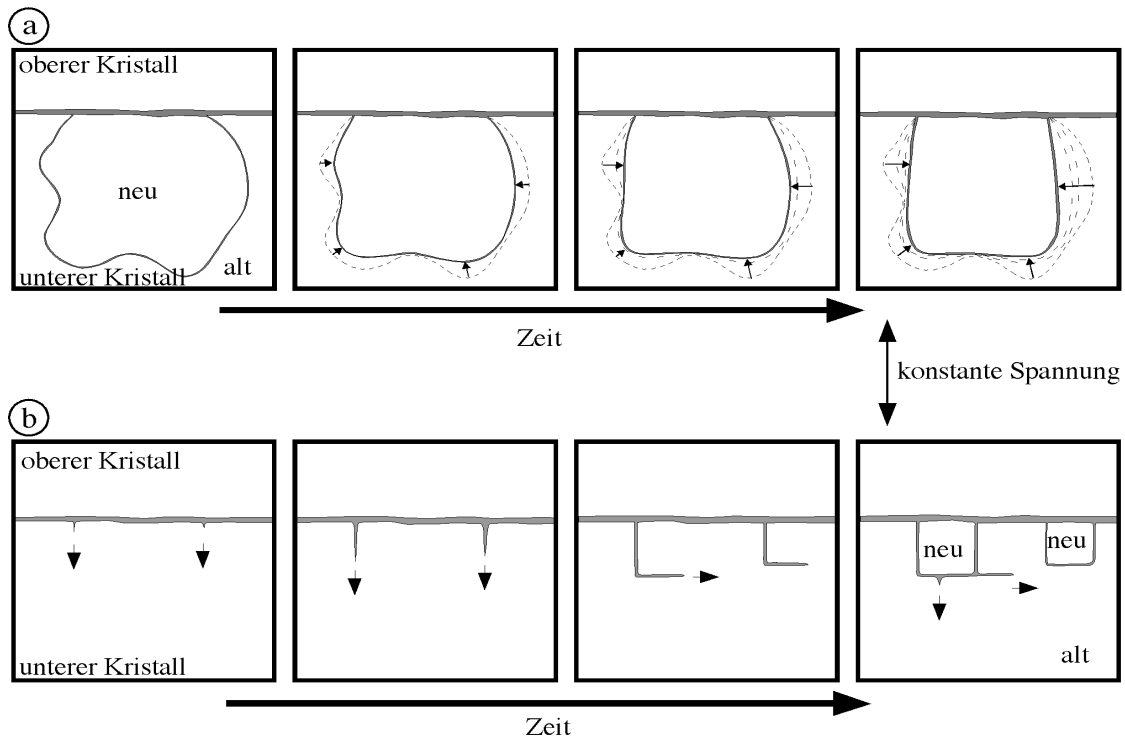


Abbildung 5.17: Schematische Darstellung zweier Modelle für die Bildung subidiomorpher Körner in Kontaktbereich zweier gegeneinander gespannten Kristalle, (a) durch Rißwanderung, (b) durch Stresskorrosion. In dem ersten Modell entstehen die Fragmente durch muschelartige, spröde Risse. Diese Risse wandern bis sie eine gerade, energetisch günstigere Form erlangen. In dem Stresskorrosionsmodell entstehen die Fragmente zeitabhängig und behalten ihre Form bei.

Bei Versuch IndSC3, 5 und 6 wurden manche Fragmente durch die Entstehung spröder, zeitunabhängiger Risse gebildet. Die Risse umschlossen die Fragmente und heilten nicht im Verlauf der Versuche. Die Fragmente verkleinerten sich unter Spannung. Als Folge von Materialtransferprozessen entstanden aus rundlichen kantige Fragmente, deren Facetten kristallographisch orientierten Flächen entsprachen (Abb. 5.17a). Diese Korngrenzmigration war spannungsgetrieben. In Versuch IndSC6 wurden diese Prozesse auch im ungespannten Zustand beobachtet. Dies könnte auf Relaxationsspannungen zurückgeführt werden. Daß sich, bei Entlastung der Probe in Versuch IndSC6, spröde Risse und Lösungsrillen in dem Großen Fragment gebildet haben, ist ein Beweis für die Einwirkung dieser Relaxationsspannung (siehe Aufnahme T = 476 h + 2', Abb. 5.12b).

Die kleineren Fragmente, die durch zeitabhängige Mikrorißbildung im Indenter/unterer Kristall-Kontaktbereich in Versuch IndSC6 entstanden sind, änderten bei Entlastung weder ihre Form noch ihre Größe. Während ihrer Ausbreitung hatten die Mikrorisse, die diese Fragmente bildeten, günstigere kristallographische Orientierungen. Dies führte zur Bildung von neuen, kristallographisch orientierten, niedrig energetischen Flächen, die gleichzeitig die Korngrenzen der neuen Fragmente darstellten (Abb. 5.17b). Unter Spannung konnten diese Fragmente ihrerseits wieder geteilt werden.

Man erkennt somit, daß durch zwei unterschiedliche Prozesse neue, idiomorphe Fragmente entstehen können, deren Entstehung aber fälschlicherweise als Folge von Rekristallisation interpretiert werden kann.

5.5 Folgerungen

Das Modell von Ostapenko (1968) stellt, wie in der Einleitung beschrieben, das Verhalten zweier gegeneinander gespannter Kristalle in Anwesenheit einer fluiden Phase dar. Der Korn-Korn-Kontakt deformiert kataklastisch, und es entstehen neue, kleine Fragmente. Diese zeichnen sich durch eine höhere Oberflächenenergie aus, und lösen sich infolgedessen unter Spannung auf.

In den hier vorgestellten Versuchen fand, in Abhängigkeit von der Zeit, auch eine kataklastische Deformation der Korn-Kontakte der gegeneinander gespannten Kristallen statt.

Die Fragmente, die dabei entstanden, bildeten sich auf zwei Arten: zum einen durch schnelle spröde und muschelartige Risse, zum anderen durch zeitabhängige Stresskorrosionsprozesse. Im ersten Fall verkleinerten sich die runden Fragmente und nahmen eckige Formen an, im zweiten Fall entstanden Fragmente mit kristallographisch orientierten Flächen, die sich nicht verkleinerten.

Die ungeraden Risse (bzw. die Korngrenzen der runden Fragmente) wanderten solange, bis sie eine gerade Fläche bildeten (Abb. 5.17a). Dabei hinterließen sie keine Spuren. Die Fragmente, die durch Stresskorrosion entstanden, behielten dagegen ihre Form bei (Abb. 5.17b).

Durch die Bildung von Fragmenten und Korngrenzwanderung kann also die Entstehung subidiomorpher Körner in Korn-Kontaktbereichen erklärt werden. Dies steht im Gegensatz zum Nukleationsmodell von Hippert & Egydio-silva (1996). Dieses Modell beschreibt das Wachstum idiomorpher Körner in einem mit einer übersättigten Lösung gefüllten Hohlraum (Abb. 5.18).

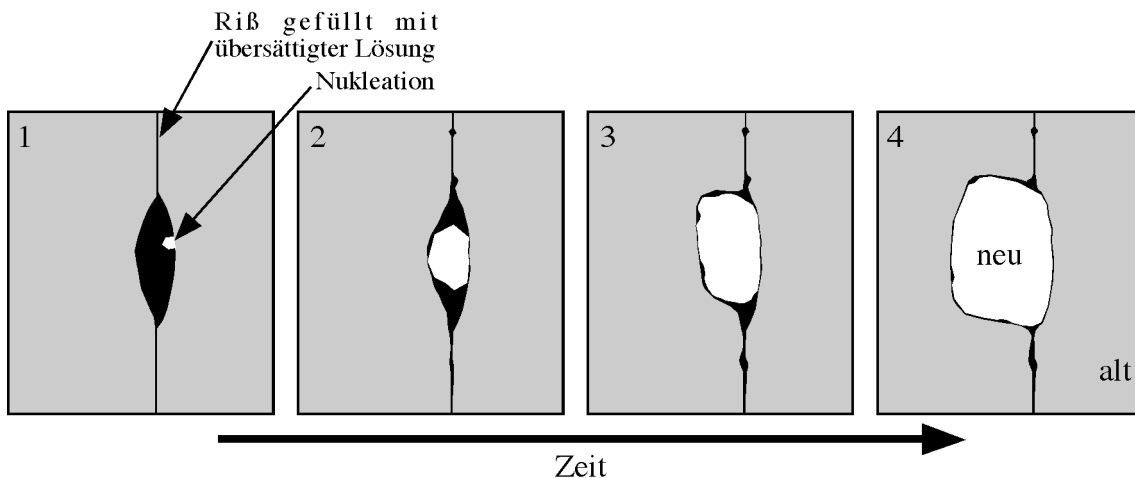


Abbildung 5.18: Schematische Darstellung des Nukleationsmodell (nach Hippert & Egydio-Silva, 1996). Durch lokale Lösungs- und Ausfällungsprozesse an einem Kristallisationskeim kann in einem mit übersättigter Lösung gefüllten Hohlraum ein neues Korn wachsen (Stadium 1). In Stadium 2 wächst das Korn so lange, bis es die wand des Hohlraums erreicht hat. Durch weiteres Wachstums wird die Lösung aus dem Hohlraum gedrückt wobei der Kontakt zwischen Korn und Wänden des Hohlraums wasserfrei wird. Dadurch werden die Lösungs- und Ausfällungsprozesse gestoppt (Stadium 3). Das Wachstum des Korns geht durch Korngrenzwanderung, die von der Verformung induziert wird, weiter. Dabei sollte die Dichte der Gitterfehler die treibende Kraft für diesen Prozeß sein (Stadium 4).

In der Versuchsreihe der vorliegenden Arbeit wurde außerdem beobachtet, daß spitze, spröde Risse (wie bei der Entlastung in Versuch IndSC6) im entspannten Zustand heilen.

Zusammenfassend läßt sich sagen, daß im Korn-Kontaktbereich Massentransfer stattfand, der durch Drucklösungs- und Fällungsprozesse gesteuert wurde. Zuerst bildeten sich Lösungsrillen. Unter Spannung und in Abhängigkeit von der Zeit entwickelten sich diese zu Rissen weiter. Ihr Schärfwerden und ihre Verbreitung wurden durch Stresskorrosion induziert. Die Risse konnten sich vernetzen und dadurch Fragmentbildung implizieren. Die Lösungsrillen heilten in ungespanntem Zustand. Mit dieser Reihenfolge der strukturellen Entwicklung von Korn-Kontaktbereichen zweier gegeneinander gespannter NaClO_3 -Kristalle in Anwesenheit einer gesättigten Lösung könnte also die zeitliche und strukturelle Entwicklung einer kataklastischen Deformation beschrieben und besser verstanden werden. Weiterhin muß bedacht werden, daß die Lösungsrillen, Mikrorißspitzen und Kanäle solange anwesend waren, solange die Probe unter Spannung stand. Allerdings verschwanden sie sobald die Probe entlastet wurde. Das bedeutet, daß Korngrenzstrukturen, wie sie heute in natürlichen Proben beobachtet werden, ein anderes Erscheinungsbild aufweisen könnten, wenn sie unter Spannung stehen würden.

Desweiteren ist das Migrationsverhalten der Risse, das dem von Korngrenzen entspricht, eine wichtige Eigenschaft. Die Folge dieses Migrierens ist, daß der kataklastische Charakter der Risse verloren geht, und die resultierende Mikrostruktur an Rekristallisation und Subkörner erinnert, ohne daß die entsprechenden Prozesse tatsächlich stattgefunden haben.

Kapitel 6

Diskussion und Folgerungen

Das Ziel der vorliegenden experimentellen Arbeit war die mikrostrukturelle Untersuchung der zeitabhängigen kataklastischen Deformation naß kompaktierter Aggregatproben eines elastisch/spröden Gesteinsanalogmaterials (Natriumchlorat, NaClO_3) zu untersuchen.

Bei den Experimenten wurde eine NaClO_3 -gesättigte Lösung als Fluidphase eingesetzt, um den Materialtransport in Poren und Mikrorissen in den verschiedenen Versuchsaufbauten studieren zu können. Die Druck- und Temperaturbedingungen, sowie die Verformungsrate wurden dabei so gewählt, daß Drucklösung als dominanter Verformungsmechanismus auftrat. Es war die Aufgabe, in den verschiedenen Versuchsaufbauten die entstandenen Mikrostrukturen zu untersuchen, und die Beteiligung anderer Verformungsmechanismen zu bestimmen und zu verstehen. Folgende Schritte wurden unternommen, um dieses Ziel zu erreichen: (i) Triaxial-Methode und (ii) in situ-Methode. Bei letzterer wurden die Deformation einer polykristallinen Probe und Indentationsversuche durchgeführt.

Die Entstehung von Kataklasiten während der triaxialen Deformation der Proben war eines der wichtigsten Ergebnisse. Dünnschliffbeobachtungen zeigten, daß sich die Kataklasite inter- und intragranular bildeten. Die intergranularen Kataklasite bildeten sich ausgehend vom Rand der Körner und entwickelten sich meist entlang von Bahnen senkrecht zur Hauptverkürzungsrichtung in diesen Körner weiter. Diese kataklastischen Scherzonen waren mit Fragmenten belegt, die durch die Vernetzung von Rissen entstanden waren. Die Risse propagierten durch Auflösung entlang Flächen, die parallel oder senkrecht zu niedrig indizierten Flächen und zur Hauptverkürzungsrichtung orientiert waren. Durch die Rißausbreitung bildeten sich Fragmente, die eine maschenartige Struktur darstellten. Während der Deformation wuchsen die Fragmente und erhielten eine subidiomorphe, polygonale Form. Das Wachstum dieser Fragmente ist auf Massentransportprozesse zurückzuführen.

Die mechanischen Daten lieferten wichtige Information über das rheologische Verhalten während der duktilen Deformation dieser Proben. Die Spannungs-Verformungskurven der Deformation von Proben unterschiedlicher Korngröße in Anwesenheit von Wasser bei einer Verformungsrate von 10^{-6}s^{-1} und bei konstantem Manteldruck ($C_p = 5 \text{ MPa}$) hatten in den verschiedenen Versuchen das gleiche Muster. Alle wiesen einen Yield-Punkt auf. Dieser konnte mit der Entstehung der kataklastischen Scherzonen in Verbindung gebracht werden. Nach dem Yield-Punkt wurden die Proben schwächer, behielten jedoch eine bestimmte Festigkeit weiterhin bei. Anschließend härteten die Proben. Die Härtung der Proben stand mit dem beobachteten Wachstum der Fragmente in den kataklastischen Scherzonen in Zusammenhang.

Weiterhin lieferten die mechanischen Daten wertvolle Informationen über das rheologische Verhalten dieser Proben während der Deformation. Es zeigte sich, daß dieses Verhalten stark vom Wassergehalt, von der Verformungsrate und der Korngröße der Proben abhängig war.

Die in situ-Deformation bei reiner Scherung der kompaktierten, polykristallinen Natriumchlorat-Probe zeigte Ergebnisse, die mit den Versuchen von Morel (2000) und den Brok & Morel (2001) vergleichbar sind. Bei diesen Versuchen wurden allerdings Kaliumalaun-Einkristalle in Anwesenheit einer leicht untersättigten Lösung uniaxial gespannt. In Anwesenheit einer gesättigten Lösung bildeten sich bei der Deformation polykristalliner NaClO_3 -Proben auf den Kornoberflächen in den Bereichen, die unter Spannung standen, Lösungsrillen. Diese Rillen

wanderten ständig auf der Oberfläche der Körner, behielten dabei aber immer ihre kristallographische Orientierungen bei. Die Lösungsrillen vertieften sich in den Körnern und entwickelten sich durch Stresskorrosion zu Rissen weiter. Bei einer Entlastung der Probe verschwanden die Lösungsrillen. Infolge der Reißentwicklung und ihrer Vernetzung entstanden neue Fragmente in der Probe. Der Verformungsbetrag des durchgeführten Versuchs war nicht hoch genug, um die Ausbildung kataklastischer Scherzonen zu ermöglichen.

Um ein besseres Verständnis des Verhaltens einer Korngrenze und der Bildung von Fragmenten bei der Deformation zu erlangen, wurden in situ-Indentationsversuche nach dem Modell von Ostapenko (1968) durchgeführt. Dabei wurde das Verhalten der Kontaktfläche zweier gegeneinander gespannter Kristalle in Anwesenheit einer gesättigten Lösung beobachtet und studiert. Die kataklastische Deformation der Kontaktfläche beider Kristalle war ebenfalls ein wichtiges Ergebnis der vorliegenden Untersuchungen. An den Korn-Kontakten entstanden durch Reißbildung neue Fragmente. Dabei konnten zwei Reißtypen unterschieden werden: (i) spröde, zeitunabhängige Risse und (ii) zeitabhängige Risse. Die Fragmente, die durch spröde, zeitunabhängige Risse gebildet wurden, waren, bedingt durch die muschelige Ausbildung der Risse, krummlinig. Die Risse migrierten und wurden dadurch begradigt. Infolgedessen bekamen die Fragmente eine energetisch günstigere Form, die sie im weiteren Verlauf des Versuches behielten. Diese Risse heilten nicht. Nur spitze und scharfe Risse, die nicht den gesamten Kristall durchzogen und so neue Fragmente bildeten, heilten.

Die Fragmente, die durch zeitabhängige Risse gebildet wurden, entstanden langsam. Zuerst bildeten sich Reißspitzen an den Oberflächen. Diese propagierten entlang kristallographischer Orientierungen und bogen um, wodurch neue, polygonale Fragmente entstanden. Diese Fragmente änderten ihr Form nicht mehr, wahrscheinlich weil ihre Facetten bereits bei der Entstehung energetisch günstigen Formen hatten.

Somit konnten, durch die beiden oben genannten Reißbildungsprozesse, subkornähnliche Fragmente gebildet werden. Der Beitrag kristallplastischer Deformation kann ausgeschlossen werden, weil Natriumchlorat bei den Versuchsbedingungen nicht plastisch deformiert

Bedeutung für die Geologie

Die Bildung von Subkörnern in natürlich deformierten Gesteinen (Abb. 6.1a) wird häufig als das Ergebnis einer kristallplastischen Deformation angesehen. Nach Poirier & Nicolas (1975) und Poirier (1985) haben Subkörner im Anfangsstadium ihrer Entstehung eine kristallographische Mißorientierung, die typischerweise in der Größenordnung von ca. 1° liegt. Diese kann bei weiterer Verformung größer werden und Winkel von etwa 10° bis 15° annehmen. Die Folge sind Rotationsbewegungen, durch die neue, rekristallisierte Körner entstehen können. Dieser Prozeß ist als Rotationsrekristallisation bekannt (Poirier & Nicolas 1975, Poirier 1985) (Abb. 6.1b).

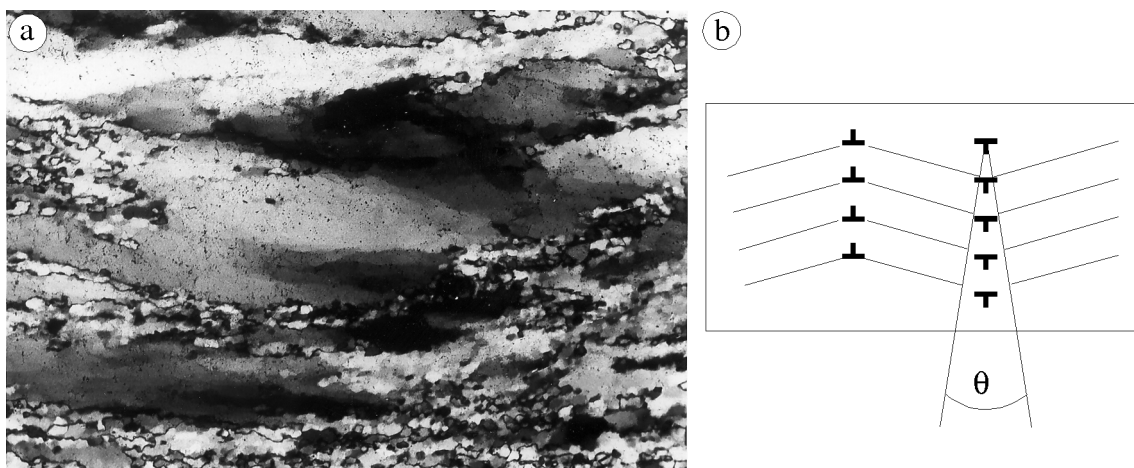


Abbildung 6.1: (a) Mikroskopische Aufnahme unter gekreuzten Nicols: Typisches Gefüge einer dynamischen Rekristallisation von Quarz (Breite des Bildes entspricht 1.8 mm). Zu sehen sind Relikte eines größeren alten Quarzkorns, das unzulöse Auslöschung und längliche Subkörner aufweist. Im Randbereich sind kleineren, dynamisch rekristallisierten Körnern entwickelt (Passchier & Trouw (1996), Abb. 3.16). (b) Schematische Illustration einer durch Rotationsrekristallisation entstandenen Subkorngrenze. Während der kristallplastischen Deformation ordnen sich die Gitterversetzungen in „low energy“ Versetzungsnetzwerke („dislocation walls“) an. Dadurch rotiert das Gitter an beide Seiten der so entstandenen Subkorngrenze. Gitterebenen des Kristalls rotieren bis zu einem Winkel q ($10^\circ \leq \theta \leq 15^\circ$) dadurch entsteht eine Subkorngrenze (nach Poirier & Nicolas (1975)).

In der vorliegenden Arbeit hat sich gezeigt, daß subkornähnliche Fragmente auch durch subkritische (langsame) Kataklastik entstehen können. Basierend auf den Ergebnissen von (Morel 2000, den Brok & Morel 2001), dem Deformationsmodell von (Ostapenko 1968), den Kenntnissen über Stresskorrosion (Anderson & Grew 1976, Atkinson & Meredith 1981) und den Beobachtungen, die in dieser Arbeit gemacht wurden, läßt sich ein mögliches Modell für die Bildung intergranularer, kataklastischer Scherzonen wie folgt entwerfen (Abb. 6.2):

Getrieben von Gradienten in der lokalen, elastischen Verformungsenergie können sich auf Kornoberflächen, die mit einer gesättigten Lösung in Kontakt stehen, Lösungsrillen bilden (Abb. 6.2a2). In den Lösungsrillen, geht Material dort in Lösung, wo die Spannung am höchsten ist. Je mehr sich nun dort löst, desto höher wird an dieser Stelle die Spannungs-konzentration und desto mehr Material geht an dieser Stelle in Lösung (Abb. 6.2a3). Dieser positiven Rückkopplung wird durch die Zunahme der Oberflächenspannung entgegengewirkt, was mit einer Zunahme der Rillentiefe einhergeht. Ist die Spannung hoch genug, so können sich die Lösungsrillen zu subkritischen Rissen vertiefen. Die so entstandenen Risse pflanzen sich bevorzugt parallel zu $\{100\}$ Richtungen fort. Die Risse können während ihrer Fortpflanzung ihre Richtung ändern und/oder sich mit anderen Rissen vernetzen. Somit werden neue, subkornähnliche Bruchfragmente gebildet (Abb. 6.2a4 und 6.2b). Die Fragmente können auch durch superkritische, schnelle Risse entstehen. Breitet sich diese Rißstruktur im Korn weiter aus, so bildet sich eine kataklastische Scherzone, die mit subkornähnlichen Fragmenten belegt ist. Die Fragmente können ihrerseits durch Korngrenzmigration größer oder kleiner werden und eine (sub-) idiomorphe Form annehmen. Ihre Größe erschwert die weitere Deformation entlang

dieser kataklastischen Scherzone. Dies ist in den mechanischen Daten des rheologischen Verhaltens der Proben durch das Auftreten einer Härtingsphase zu sehen (texturale Härtung). Durch Scherbeanspruchung können die großen Fragmente nun ihrerseits brechen, was eine weitere Bewegung entlang der kataklastischen Scherzone vereinfacht.

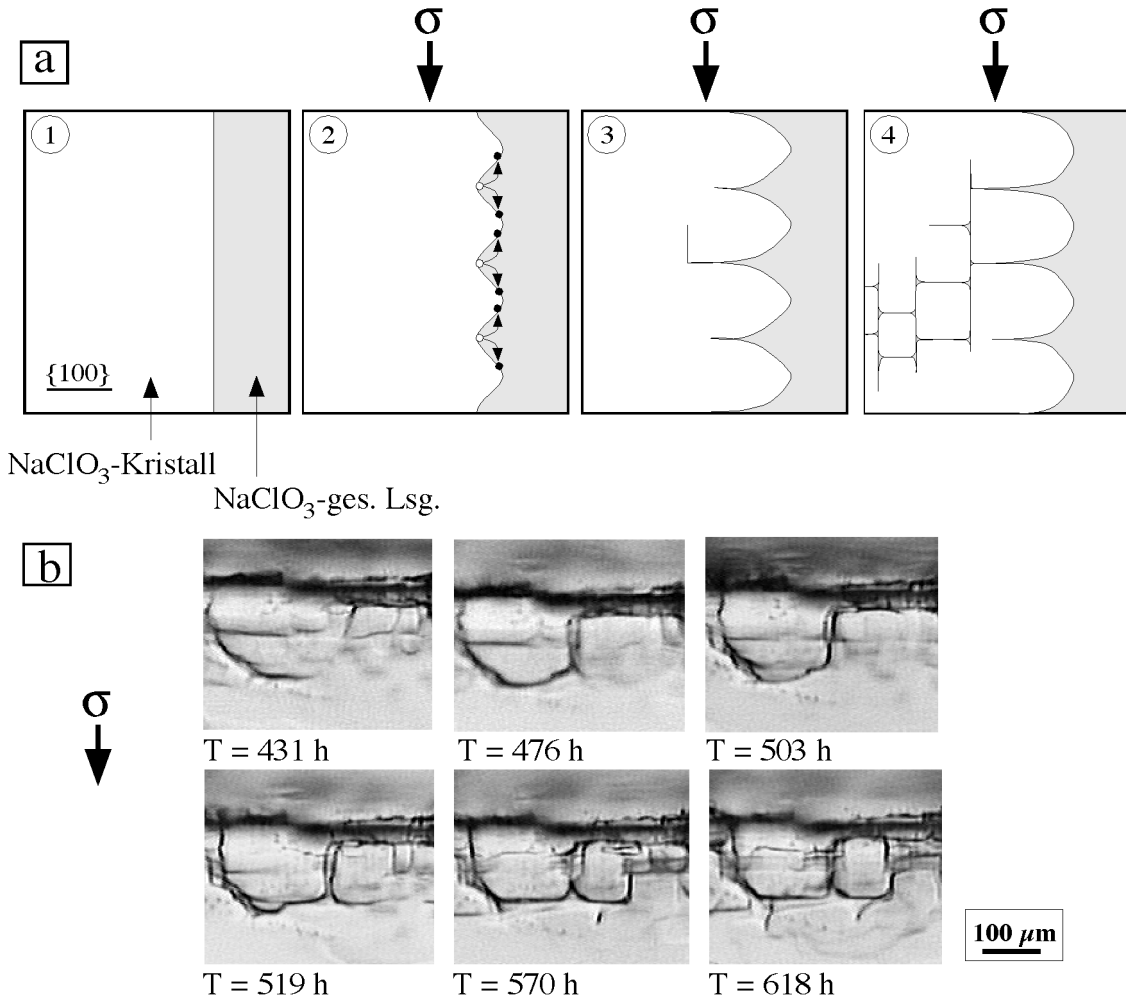


Abbildung 6.2:(a) Schematische Darstellung (Querschnitt) der Entwicklung einer intergranularen Kataklaststruktur unter konstanter Spannung in Anwesenheit einer gesättigten Lösung. Im Anfangsstadium (1) ist die Oberfläche des Kristalls, der in Kontakt mit einer gesättigten Lösung steht, glatt. Beim Einwirken einer konstanten Spannung auf diesen Kristall beginnen sich Lösungsrillen zeitabhängig zu bilden (2). Die Lösungsrillen vertiefen sich parallel zu {100}-Richtungen des Kristalls und entwickeln sich zu Rissen (3). Die Ausbreitung und Vernetzung der Risse führt zur Bildung subkornähnlicher Fragmente (4).

(b) Sequenz von Aufnahmen eines Bereiches des Korn-Korn-Kontaktes des Indentationsversuchs (IndSC6): Ausbildung und Weiterentwicklung unter Spannung von Rissen entlang kristallographischer Orientierungen, wodurch neue Fragmente entstehen. Die Risse verfolgen während ihrer Fortpflanzung immer kristallographische Richtungen und sind sowohl parallel als auch senkrecht zur Hauptspannung gerichtet.

Die Fragmentbildung zwischen zwei gespannten Kristallen wurde bei Ostapenko (1968) beschrieben. Er beschreibt weiter, daß der Kontaktbereich dieser Kristalle kataklastisch deformiert und deshalb aus mikrokristallinen Fragmenten besteht (Abb. 6.3a). Die Fragmente ihrerseits haben eine höhere Oberflächenenergie. Dies führt dazu, daß diese Fragmente sich unter Spannung auflösen. Dieser Prozeß wurde in den hier vorgestellten Versuchen beobachtet. Die Bruchfragmente entstanden sowohl durch zeitabhängige als auch durch zeitunabhängige Risse (Abb. 6.3b).

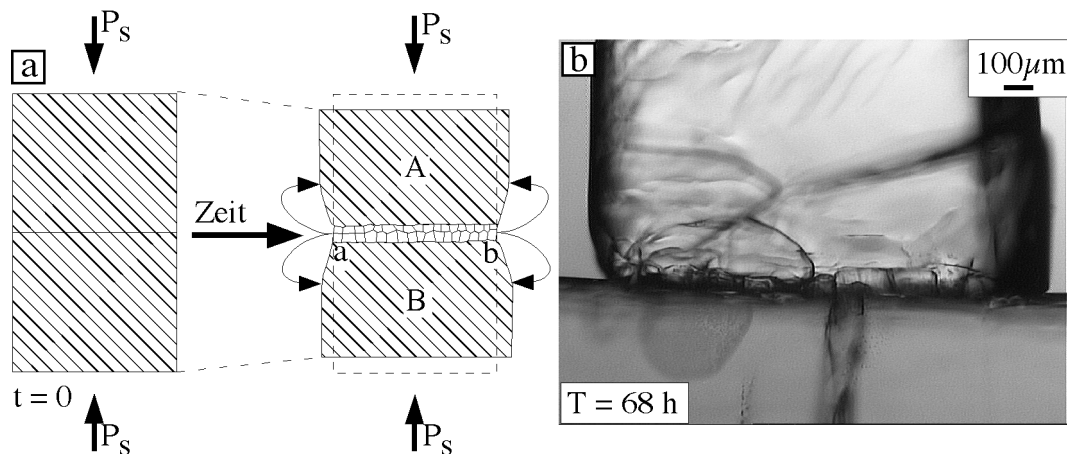


Abbildung 6.3: (a) schematische Illustration des Ostapenko-Modells. Zwei gegeneinander gespannten Kristalle mit Bildung einer kataklastischen Subkornzone im Kontaktbereich. Die neu gebildeten Subkörner sind klein, haben eine höhere Oberflächenenergie und lösen sich deshalb auf. (b) In Versuch IndSC3 zeigt sich eine ähnliche Struktur in einer NaClO_3 -Probe nach einer Belastung von 8 MPa über eine Zeitspanne von 68 Stunden in Anwesenheit einer gesättigten Lösung.

Die strukturellen Ergebnisse dieser Arbeit liefern, in Übereinstimmung mit (den Brok 1992, Nyman et al. 1992, den Brok et al. 1998, van Daalen et al. 1999) einen weiteren Beweis dafür, daß subkornähnliche Fragmente, die im allgemeinen als das Ergebnis einer kristallplastischen Deformation interpretiert werden, durch Lösungs- und Ausfällungsprozesse sowie Stresskorrosion entstehen können. Diese Prozesse spielen die Hauptrolle bei der Entstehung von Kataklastenstrukturen. Die Betrachtung dieser Ergebnisse und ihre Übertragung auf die Deformationsstrukturen in natürlich deformierten kontinentalen, oberkrustalen Gesteine der Erde, würde die Interpretation der Mikrostrukturen in diesen Bereichen stark ändern. Dies hätte eine wesentliche Veränderung des Verlaufs der Gesteinsfestigkeitskurven in den Spannungsprofilen der

Erdoberkruste zur Folge. Bisher wurden diese Profile von verschiedenen Autoren (z.B. (Brace & Kohlstedt 1980, Carter & Tsenn 1987, Ord & Hobbs 1989)) auf der Annahme basierend, daß kristallplastische Deformation der dominierende Deformationsprozeß in der kontinentalen Erdoberkruste ist, modelliert.

Ein weiterer Aspekt, der berücksichtigt werden muß, ist die Tatsache, daß Lösungsrillen, Mikrorisse und Kanäle so lange geöffnet sind so lange die Probe unter Spannung steht. Sobald die Probe entlastet wird, verschwinden die genannten Strukturen. Dies würde bedeuten, daß natürliche Proben, die heute untersucht werden, an der Erdoberfläche möglicherweise andere Korngrenzstrukturen als in ihrem Gesteinverband aufweisen.

Daneben zeigte sich in den hier durchgeführten Versuchen, daß die Lösungsgrillen senkrecht zur kompressiven Normalspannung entstehen. Bilden sich aus diesen Rillen Risse, so sind diese ebenfalls, entgegen aller Erwartungen, senkrecht zur kompressiven Normalspannung orientiert. Dies wurde bereits von Norris und Vemula (1998) modelliert (s. Abb. 1.4). Auch Hippert und Egidio-silva (1996) haben dies bereits in natürlich deformierten Quarzen beobachtet und als Modell vorgeschlagen. Die Ausbildung der Risse senkrecht zur kompressiven Normalspannung führt zur Bildung länglicher Fragmente, deren Längsachse senkrecht zur Spannung orientiert ist.

Da man, wie in der vorliegenden Arbeit gezeigt, mit Lösungs- und Ausfällungsprozessen sowie Stresskorrosion viele Deformationsstrukturen, die in deformierten, oberkrustalen Gesteinen auftreten, erklären kann, läßt sich ein Gesteinsfestigkeitsprofil der oberen Erdkruste nicht ideal und zuverlässig modellieren. Es sind weitere experimentelle Untersuchungen des mechanischen Verhaltens von Analogmaterialien und Analysen von der Deformationsstrukturen in natürlich deformierten Gesteinen erforderlich. Man sollte sich bei diesen Untersuchungen auf das Zusammenspiel von Kornwachstum, Mikrorißbildung und Korngrenzstruktur in Abhängigkeit von Temperatur, Verformungsrate, Porendruck, Spannung und Korngröße konzentrieren. Bei den Analog-Versuchen sollten anisotrope, elastisch/spröde Analoga (wie z.B. Kaliumdihydrogenphosphat) benutzt werden. Der Vorteil dabei wäre die mikroskopische Dokumentation von möglicherweise auftretenden Deformationsstrukturen wie undulöser Auslöschung, Rotation von Fragmenten und Deformationslamellen. Außerdem wäre ein Versuchsaufbau vorteilhaft, bei dem in situ höhere Verformungsbeträge bei der Probendeformation erreicht werden könnten.

Anhang

CD: Anhang.html

Filmaufnahmen der in situ-Versuche

1 - In situ-Deformationsversuch

2 - In situ-Indentationsversuche:

2.1 - IndSC1

2.2 - IndSC3

2.3 - IndSC4

2.4 - IndSC5

2.5 - IndSC6

2.5.1 - IndSC6 Teil 1

2.5.2 - IndSC6 Teil 2

2.5.3 - IndSC6 Teil 3

2.5.4 - IndSC6 Teil 4

2.5.5 - IndSC6 Teil 5

Literaturverzeichnis

- Anderson, O. L. & Grew, P. 1976. Stress corrosion theory of crack propagation with applications to geophysics. *Rev. Geophys. Space Phys.* 15, 77-104.
- Atkinson, B. K. & Meredith, P. G. 1981. Stress corrosion cracking of quartz: a note on the influence of chemical environment. *Tectonophysics* 77, T1-T11.
- Barvosa-Carter, W., Aziz, M. J., Gray, L. J. & Kaplan, T. 1998. Kinetically Driven Growth Instability In Stressed Solids. *Physical Review Letters* 81(7), 1445-1448.
- Berry, J. P. 1972. Fracture of polymeric glasses. In: *An Advanced Treatise* (edited by Libowitz). Academic, New York, 37-92.
- Boccaccini, A. R., Ondracek, G., Mazilu, P. & Windelberg, D. 1993. On the effective young's modulus of elasticity for porous materials: Microstructure modelling and comparison between calculated and experimental values. *Journal of the Mechanical Behavior of Materials* 4(2), 119-128.
- Böhm, A. 1882. Über die Gesteine des Wechsels. *Mineralog. und petrogr. Mitth.* 1882, 197-214.
- Bons, P. D. & den Brok, S. W. J. 2000. Crystallographic preferred orientation development by dissolution-precipitation creep. *Journal of Structural Geology* 22, 1713-1722.
- Bons, P. D. & Jessell, M. W. 1995. Strain analysis in deformation experiments with pattern matching or a stereoscope. *Journal of Structural Geology* 17, 917-921.
- Bosworth, W. 1981. Strain-induced preferential dissolution of halite. *Tectonophysics* 78, 509-525.
- Brace, W. F. & Kohlstedt, D. L. 1980. Limits on Lithospheric Stress Imposed by Laboratory Experiments. *Journal of geophysical research* 85(B11), 6248-6252.
- Carter, N. L. & Tsenn, M. C. 1987. Flow properties of continental lithosphere. *Tectonophysics* 136, 27-63.
- Chen, P.-S., Wilcox, W. R. & Shlichta, P. J. 1979. Free convection about a rectangular prismatic crystal growing from a solution. *Int. J. Heat Mass Transfer* 22, 1669-1679.
- Clydesdale, G., Roberts, K. J. & Telfer, G. B. 1998. Prediction of the polar Morphology of Sodium chlorate using a surface-specific attachment energy Model. *J. Phys. Chem. B* 102, 7044-7049.
- Costin, L. S. 1983. A microcrack model for the deformation and failure of brittle rock. *Journal of Geophysical Research. B* 88(11), 9485-9492.
- Das, S. & Scholz, C. H. 1981. Theory of time-dependent rupture in the Earth. *Journal of Geophysical Research. B* 86(7), 6039-6051.
- Davidge, R. W. & Pratt, P. L. 1964. Plastic deformation and workhardening in NaCl. *Phys. Stat. Sol.* 6, 759-776.
- den Brok, S. W. J. 1992. An experimental investigation into the effect of water on the flow of quartzite. Unpublished PhD thesis, Universiteit Utrecht.
- den Brok, S. W. J. 1998. Effect of microcracking on pressure solution strain rate: The Gratz grain-boundary model. *Geology* 26(10), 915-918.
- den Brok, S. W. J. & Melisa, G. 1999. Pressure solution indentation experiments on K-alum single crystals. In: *Deformation Mechanisms, Rheology and Microstructures*, Neustadt an der Wienstrasse, Germany.
- den Brok, S. W. J. & Melisa, G. 2000. An experimental example of chemical reaction driven solution transfer creep. In: *EGS XXV General Assembly*, Nice, France.
- den Brok, S. W. J. & Morel, J. 2001. The effect of elastic strain on the microstructures of free surfaces of stressed minerals in contact with a aqueous solution. *Geophysical research letters* 28, 603-606.
- den Brok, S. W. J., Zahid, M. & Passchier, C. W. 1998. Cataclastic solution creep of very soluble brittle salt as a rock analogue. *Earth and Planetary Science Letters* 163, 83-95.
- den Brok, S. W. J., Zahid, M. & Passchier, C. W. 1999a. Pressure solution compaction of sodium chlorate and implications for pressure solution in NaCl. *Tectonophysics* 307, 297-312.
- den Brok, S. W. J., Zahid, M. & Passchier, C. W. 1999b. Stress induced grain boundary migration in very soluble brittle salt. *J. Struct. Geol.* 21, 147-151.
- Eisbacher, G. H. 1991. *Einführung in die Tektonik*. Enke, Stuttgart.
- Farver, J. & Yund, R. 2000. Silicon diffusion in a natural quartz aggregate: constraints on solution-transfer diffusion creep. *Tectonophysics* 325, 193-205.

- Gal, D. & Nur, A. 1998. Elastic strain energy as a control in the evolution of asymmetric pressure-solution contacts. *Geology* 26(7), 663-665.
- Gal, D., Nur, A. & Aharonov, E. 1998. Stability analysis of a pressure-solution surface. *Geophysical research letters* 25(8), 1237-1240.
- Gratier, J. P. 1993. Experimental pressure solution of halite by an indenter technique. *Geophys. Res. Letters* 20(15), 1647-1650.
- Gratier, J. P. & Guiguet, R. 1986. Experimental pressure solution-deposition on quartz grains: the crucial effect of the nature of the fluid. *J. Struct. Geol.* 8, 845-856.
- Gratier, J. P., Renard, F. & Labaume, P. 1999. How pressure solution creep and fracturing processes interact in the upper crust to make it behave in both a brittle and viscous manner. *Journal of Structural Geology* 21, 1189-1197.
- Gratz, A. J. 1991. Solution-transfer compaction of quartzites: Progress toward a rate law. *Geology* 19, 901-904.
- Griggs, D. T. & Bell, J. F. 1938. Experiments bearing on the orientation of quartz in deformed rocks. *Geol. Soc. Am. Bull.* 49, 1723-1746.
- Groshong, R. H. 1988. Low-temperature deformation mechanisms and their interpretation. *Geological Society of America Bulletin* 100, 1329-1360.
- Harrison, M. J. & Onasch, C. M. 2000. Quantitative assessment of low-temperature deformation mechanisms in a fold quartz arenite, Valley and Ridge Province, West Virginia. *Tectonophysics* 317, 73-91.
- Hausshühl, S. 1983. *Kristallphysik*. Physik-Verlag, Weinheim.
- Heidug, W. K. 1991. A thermodynamic analysis of the conditions of equilibrium at nonhydrostatically stressed and curved phase boundary. *J. of Geophys. Res.* 96, 21,909-21,921.
- Heidug, W. K. & Leroy, Y. M. 1994. Geometrical evolution of stressed and curved solid-fluid phase boundaries. 1. Transformation kinetics. *J. of Geophys. Res.* 99(B1), 505-515.
- Herring, C. 1951. Some theorems on the free energies of crystal surfaces. *Phys. Rev.* 82(1), 87-93.
- Heydari, E. 2000. Porosity Loss, Fluid Flow, and Mass Transfer in Limestone Reservoirs: Application to the Upper Jurassic Smackover Formation, Mississippi. *The American Association of Petroleum Geologists* 84(1), 100-118.
- Hickman, S. H. & Evans, B. 1991. Experimental pressure solution in halite: the effect of grain/interphase boundary structure. *J. Geol.Soc.London* 148, 549-560.
- Hillig, W. & Charles, R., J. 1965. Surfaces, Stress-Dependent Surface Reactions, and Strength. In: *High-strength Materials* (edited by Zackey, V., F). John Wiley & sons, inc., New York, 682-705.
- Hippert, J. & Egidio-silva, M. 1996. New polygonal grains formed by dissolution-redeposition in quartz mylonite. *Journal of Structural Geology* 18(11), 1345-1352.
- Kerrich, R., La Tour, T. E. & Barnett, R. L. 1981. Mineral reactions participating in intragranular fracture propagation: implications for stress corrosion cracking. *Journal of Structural Geology* 3(1), 77-87.
- Lajtai, E. Z. & Bielus, L. P. 1986. Stress corrosion cracking of Lac du Bonnet Granite in tension and compression. *Rock Mechanics and Rock Engineering* 19(2), 71-87.
- Lehner, F. K. 1995. A model for intergranular pressure solution in open systems. *Tectonophysics* 245, 153-170.
- Leroy, Y. M. & Heidug, W. K. 1994. Geometrical evolution of stressed and curved solid-fluid phase boundaries. 2. Stability of cylindrical pores. *J. of Geophys. Res.* 99(B1), 517-530.
- Mandl, G., de Jong, L. N. J. & Maltha, A. 1977. Shear Zones in Granular Material. *Rock Mechanics* 9, 95-144.
- Martin, B., Röller, K. & Stöckert, B. 1999. Low-stress pressure solution experiments on halite single-crystals. *Tectonophysics* 308, 299-310.
- Martin, R. J. 1972. Time-dependent crack growth in quartz and its application to the creep of rocks. *J. Geophys. Res* 77, 1406-1419.
- Martin, R. J. & Durham, W. B. 1975. Mechanisms of crack growth in quartz. *J. Geophys. Res* 80, 4837-4844.
- McLaren, A. C. & Hobbs, B. E. 1972. Transmission electron microscope investigation of some naturally deformed quartzites. In: *Flow and fracture of rocks* (edited by Heard, H. C., Borg, I. Y., Carter, N. L. & Raleigh, C. B.) 16. *Geophys. Monogr.*, 55-66.
- Means, W. D. 1977. A deformation experiment in transmitted light. *Earth and Planetary Science Letters* 35, 169-179.
- Meyer, R. J. 1928. Natrium. *Gmelins Handbuch der anorganische Chemie*. deutsche chemische Gesellschaft, Verlag Chemie, Weinheim an der Bergstraße und Berlin.

- Morel, J. 2000. Experimental investigation into the effect of stress on dissolution and growth of very soluble brittle salts in aqueous solution. Unpublished PhD thesis, Johannes Gutenberg-Universität.
- Morel, J. & den Brok, S. W. J. 2001. Increase in dissolution rate of sodium chlorate induced by elastic strain. *J. Cryst. Growth* 222, 637-644.
- Müller, W. H. & Briegel, U. 1977. Experimentelle Untersuchungen an Anhydrit aus der Schweiz. *Eclogae geol. Helv.* 70(3), 685-699.
- Ngwenya, B. T., Elphick, S. C., Main, I. G. & Shimmiel, G. B. 2000. Experimental constraints on the diagenetic self sealing capacity of faults in high porosity rocks. *Earth and Planetary Science Letters* 183, 187-199.
- Norris, A. N. & Vemula, C. 1998. Crevice Formation in Thin Plates by Stress Driven Mass Rearrangement. In: *Fracture and Strength of Solids. Part I: Fracture Mechanics of Materials* (edited by Tong, P., Zhang, T. Y. & Kim, J. K.). *Key Engineering Materials* 145-149, 151-160.
- Nye, J. F. 1992. *Physical properties of crystals. Their representation by tensors and matrices.* Oxford University Press, London.
- Nyman, M. W., Law, R. D. & Smelik, E. A. 1992. Cataclastic deformation mechanism for the development of core-mantle structures in amphibole. *Geology* 20(455-458).
- Ord, A. & Hobbs, B. E. 1989. The strength of the continental crust, detachment zones and the development of plastic instabilities. *Tectonophysics* 158, 269-289.
- Ostapenko, G. T. 1968. Recrystallization of minerals under stress. *Geochemistry Intern.* 6, 183-186.
- Ostapenko, G. T. 1975. Theories of local and absolute chemical potential, their experimental testing and application of the phase rule to the systems with nonhydrostatically stressed solid phases. *Geochemistry Intern.*, 126-135.
- Passchier, C. W. & Trouw, R. A. J. 1996. *Microtectonics.* Springer Verlag, Berlin.
- Paterson, M. S. 1973. Nonhydrostatic thermodynamics and its geological applications. *Rev. Geophys. Space Phys.* 11, 355-389.
- Poirier, J. P. 1985. *Creep of crystals.* Cambridge university press, Cambridge.
- Poirier, J. P. & Nicolas, A. 1975. Deformation-induced recrystallization due to progressive misorientation of subgrains, with special reference to mantle peridotites. *Journal of Geology* 83, 707-720.
- Raj, R. 1982. Creep in polycrystalline aggregates by matter transport through a liquid phase. *J. of Geophys. Res.* 87(B6), 4731-4739.
- Renner, J. & Rummel, F. 1996. The effect of experimental and microstructural parameters on the transition from brittle failure to cataclastic flow of carbonate rocks. *Tectonophysics* 258, 151-169.
- Riley, N. A. 1947. Structural petrology of the Baraboo quartzite. *J. Geology* 55, 453-475.
- Ring, U. & Brandon, M. T. 1999. Ductile deformation and mass loss in the Franciscan Subduction Complex: implications for exhumation processes in accretionary wedges. In: *Exhumation Processes: Normal Faulting, Ductile Flow and Erosion* (edited by Ring, U., Brandon, M. T., Lister, G. S. & Willett, S. D.) 154. Geological Society, London, 55-86.
- Ring, U., Brandon, M. T. & Ramthun, A. 2001. Solution-mass-transfer deformation adjacent to the Glarus thrust, with implications for the tectonic of the Alpine wedge in eastern Switzerland. *Journal of Structural Geology*, (in press).
- Ristic, R. I., Shekunov, B. Y. & Sherwood, J. N. 1997a. The influence of synchrotron radiation-induced strain on the growth and dissolution of brittle and ductile materials. *Journal of crystal growth*, 179, 205-212.
- Ristic, R. I., Sherwood, J. N. & Shripathi, T. 1997b. The influence of tensile strain on the growth of crystals of potash alum and sodium nitrate. *Journal of crystal growth*, 179, 194-204.
- Ristic, R. I., Sherwood, J. N. & Wojciechowski, K. 1988. Assessment of the strain in small sodium chlorate crystals and its relation to growth rate dispersion. *Journal of Crystal Growth* 91, 163-168.
- Rutter, E. H. 1976. The kinetics of rock deformation by pressure solution. *Phil. Trans. R. Soc. London A283*, 203-219.
- Rutter, E. H. & Wanten, P. H. 2000. Experimental study of the compaction of phyllosilicate-bearing sand at elevated temperature and with controlled pore water pressure. *J. Sedim. Res.* 70(1), 107-116.
- Schmid, S. M. & Handy, M. R. 1991. Towards a Genetic Classification of Fault Rocks: Geological Usage and Tectonophysical Implications. In: *Controversies in modern geology* (edited by Müller, D. W., McKenzie, J. A. & Weissert, H.). Academic Press, London.
- Schutjens, P. 1991. Experimental compaction of quartz sand at low effective stress and temperature conditions. *J. Geol. Soc. London* 148, 527-539.

- Schutjens, P. M. T. M. & Spiers, C. J. 1999. Intergranular Pressure Solution in NaCl: Grain-to-Grain Contact Experiments under the Optical Microscope. *Oil & Gas Science and Technology - Rev. IFP* 54(6), 729-750.
- Schwarz, S. & Stöckhert, B. 1996. Pressure solution in siliclastic HP-LT metamorphic rocks-constraints on the state of the stress in deep levels of accretionary complexes. *Tectonophysics* 255, 203-209.
- Shimizu, I. 1995. Kinetics of pressure solution creep in quartz: theoretical considerations. *Tectonophysics* 245, 121-134.
- Sibson, R. H. 1982. Fault zone models, heat flow, and the depth distribution of earthquakes in the continental crust of the United States. *Bulletin of the Seismological Society of America* 73, 151-163.
- Simmons, G. & Wang, H. 1971. *Single Crystal Elastic Constants and Calculated Aggregate Properties: A Handbook*. The MIT Press, Cambridge.
- Simon, B. 1978. Kinetics of growth and dissolution of sodium chlorate, in diffusion and convection regimes. *Journal of crystal growth* 43, 640-642.
- Spiers, C. J. & Brzesowsky, R. H. 1993. Densification behaviour of wet granular salt: theory versus experiment. In: *Seventh Symposium on Salt*. Elsevier, Amsterdam, 83-92.
- Spiers, C. J., Peach, C. J., Brzesowsky, R. H., Schutjens, P. M. T. M., Liezenberg, J. L. & Zwart, H. J. 1989. Long-term rheological and transport properties of dry and wet salt rocks. *Nuclear Science and Technology*. Office for Official Publications of the European Communities, Luxembourg.
- Spiers, C. J., Schutjens, P. M. T. M., Brzesowsky, R. H., Peach, C. J., Liezenberg, J. L. & Zwart, H. J. 1990. Experimental determination of constitutive parameters governing creep of rock salt by pressure solution. In: *Deformation Mechanisms, Rheology and Tectonics* (edited by Knipe, R. J. & Rutter, E. H.) 54. *Geol. Soc. London*, 5-49.
- Spiers, C. J. & Takeshita, T. 1995. Influence of fluids on deformation processes in rocks. *Tectonophysics* 245(3-4), 117-300.
- Spiers, C. J., Urai, J. L., Lister, G. S., Boland, J. N. & Zwart, H. J. 1986. The influence of fluid-rock interaction on the rheology of salt rock. *Nuclear Science and Technology*. Office for Official Publications of the European Communities, Luxembourg, 131.
- Sprunt, E. S. & Nur, A. 1977. Destruction of porosity through pressure solution. *Geophysics* 42, 726-741.
- Srolovitz, D. J. 1989. On the stability of surfaces of stressed solids. *Acta Metallurgica* 37, 621-625.
- Stüwe, K. 2000. *Geodynamik der Lithosphäre*. Springer, Berlin.
- Tada, R. & Siever, R. 1986. Experimental knife-edge pressure solution of halite. *Geochim. Cosmochim. Acta* 50, 29-36.
- Tada, R. & Siever, R. 1989. Pressure solution during diagenesis. *Ann. Rev. Earth Planet. Sci.* 17, 89-118.
- Tapponier, P. & Brace, W. F. 1976. Development of stress-induced microcracks in westerly granite. *Int. J. Rock Mech. Min. Sci. Geomech. Abstr.* 13, 103-112.
- Urai, J. L. 1983. Deformation of wet salt rocks. Unpublished Phd thesis, Rijks University.
- van Daalen, M., Heilbronner, R. & Kunze, K. 1999. Orientation analysis of localized shear deformation in quartz fibres at brittle-ductile transition. *Tectonophysics* 303, 83-107.
- Viswanathan, R. 1966. Elastic constants of sodium chlorate single crystals by pulse-echo method. *Journal of Applied Physics* 37, 884-888.
- Voll, G. 1960. New work on petrofabrics. *Liverpool & Manchester Geol. J.* 2, 503-567.
- von Engelhardt, W. & Haussühl, S. 1965. Festigkeit und Härte von Kristallen. *Fortschr. Miner.* 42, 5-49.
- Wang, W. & Hu, W. R. 1996. Concentration distribution in crystallization from solution under microgravity. *Journal of crystal growth* 160, 398-405.
- Wang, W. & Suo, Z. 1997. Shape change of a pore in a stressed solid via surface diffusion motivated by surface and elastic energy variation. *J. Mech. Phys. Solids* 45, 709-729.
- Waza, T., Kurita, K. & Mizutani, H. 1980. The effect of water on the subcritical crack growth in silicate rocks. *Tectonophysics* 67, 25-34.
- Weinschenk, E. 1902. Über die Plasticität der Gesteine. *Centralblatt für Mineralogie, Geologie und Paleontologie* 1902, 161-171.
- Weyl, P. K. 1959. Pressure solution and the force of crystallisation. A phenomenological theory. *J. Geophys. Res.* 64, 2001-2025.
- Wiederhorn, S. M. & Bolz, L. H. 1970. Stress Corrosion and Static Fatigue of Glass. *Journal of The American Ceramic Society* 53(10), 543-548.
- Wilcox, W. R. 1993. Transport phenomena in crystal-growth from solution. *Progr. Cryst. Growth Characterization Mater.* 26, 153-194.

Yang, W. H. & Srolovitz, D. J. 1994. Surface morphology evolution in stressed solids: surface diffusion controlled crack initiation. *J. Mech. Phys. Solids* 42, 1551-1574.

Zahid, M. 1998. Drucklösung in Natriumchlorataggregaten: Eine experimentelle Untersuchung über Druck-lösung in einem leicht löslichen und spröden Gesteinanalogs material. Unpublizierte Diplomarbeit, Johannes Gutenberg-Universität.

Lebenslauf

Name	Mohsine ZAHID
Geburtsdatum	17.01.1968
Geburtsort	Casablanca, Marokko
Familienstand	verheiratet
Staatsangehörigkeit	marokkanisch
Wohnort	Im Wiesengarten 10, 65385 Rüdesheim/Rhein

Schulbildung

1974-1979	École Primaire Maintenant, Casablanca, Marokko
1979-1983	Collège 2 Mars, Casablanca, Marokko
1983-1987	Lycée Mohamed V, Casablanca, Marokko Baccalauréat Sciences expérimentales

Universitätsbildung

1987-1990	1 Jahr Physik & Chemie 2 Jahre Biologie & Geologie Université Hassan II, Casablanca, Marokko
1991-1992	Deutschkurs an der Johannes Gutenberg Universität Mainz PNdS
1992-1998	Studium der Geologie/Paläontologie an der Johannes Gutenberg Universität Mainz
1998	Abschluß als Diplom Geologe
1998-2001	Promotionsstudium im Graduierten Kolleg des Institutes für Geowissenschaften, Johannes Gutenberg Universität Mainz