

Experimentelle Verformung von natürlichen Quarzeinkristallen

—

Einfluss der Wasserneuverteilung auf die Deformation und mikrostrukturelle Untersuchungen

Inauguraldissertation

zur

Erlangung der Würde eines Doktors der Philosophie

vorgelegt der

Philosophisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät

der Universität Basel

von

von Anja Thust

aus Tambach-Dietharz (Thüringen), Deutschland

Frankfurt am Main, Mai 2014

Genehmigt von der Philosophisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät auf Antrag von

Prof. Dr. Renée Heilbronner, Prof. Dr. Claudia Trepmann
(Mitglieder des Dissertationskomitees)

Basel, den 27.03.2012

Prof. Dr. Martin Spiess
Dekan der Philosophisch –
Naturwissenschaftlichen Fakultät

„Es ist ein lobenswerter Brauch, wer was Gutes bekommt, der bedankt sich auch.“
(Wilhelm Busch)

Mein besonderer Dank gilt Frau Prof. Dr. Renée Heilbronner und Herrn Prof. Dr. Holger Stünitz für die Möglichkeit, diesen interessanten und anspruchsvollen Themenkomplex zu bearbeiten, für die überaus gute Betreuung, ein allzeit offenes Ohr sowie für ihr Vertrauen und ihre Unterstützung.

Weiterhin danke ich Frau Prof. Dr. Claudia Trepmann für die Übernahme des Korreferates.

Ein riesiges Dankeschön geht an Herrn Dr. Alexandre Tarantola (Universität Nancy) für seine Unterstützung und die viele Arbeit rund um die Fluids wie auch die hilfreichen Diskussionen. In diesem Zusammenhang bin ich ebenfalls Herrn Prof. Larryn Diamond (Universität Bern) zu Dank verpflichtet.

Ein weiteres Dankeschön geht an Herrn Prof. Dr. Marco Herwegh (Universität Bern) für die Einarbeitung am REM sowie seine Bereitschaft für aufkommend Fragen zur Verfügung zu stehen. Darüber hinaus bedanke ich mich sowohl bei Herrn Prof. Karl Ramseyer für seine Diskussionsbereitschaft rund um den Quartz als auch bei Frau Dr. Katja Lehmann und Frau Dr. Jolien Linckens für ihre Hilfe am REM.

Ferner möchte ich Herrn Prof. Dr. Harald Behrens danken für die Einarbeitung, Betreuung sowie die Hilfestellungen bei der FTIR-Spektroskopie.

Ein ganz besonderer Dank geht zudem an Herrn Dr. Rüdiger Kilian für den unfassenden Austausch rund um den lieben Quarz und die netten Computer – DANKE! Auch Matej sei an dieser Stelle rechtherzlich gedankt.

Weiterhin möchte ich mich bei der Arbeitsgruppe rund um Prof. Dr. Andreas Kronenberg (Texas A&M Universität) bedanken, für die tolle Zeit in College Station und die zahlreichen Meetings sowie die Möglichkeit, Einblicke in die Arbeit andere Laboratorien zu erhalten.

Schließlich spreche ich allen Mitgliedern des Geologisch-Paläontologischen Instituts Basel für ihre große Hilfsbereitschaft und die schöne Zeit am Institut meinen Dank aus. Wie auch allen Tromsøten, danke für die freundliche Aufnahme und die schöne Zeit im hohen Norden.

Ein Dankeschön richtet sich an den Schweizerischen Nationalfonds zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung für die Finanzierung dieses Projektes und an die Freiwilligen Akademischen Gesellschaft Basel für die finanzielle Unterstützung zur Fertigstellung dieser Arbeit.

Last but not least soll ein riesengroßes Dankeschön an meine Freunde, meine Eltern und meine Oma gehen, die immer hinter mir gestanden haben und für mich da waren besonders in den schwierigen Zeiten, Danke!

Kurzfassung

Quarz ist eins der häufigsten Minerale der Erdkruste und bestimmt maßgeblich deren Eigenschaften. Auf Grund dessen und durch seine einfache chemische Zusammensetzung ist Quarz ein sehr häufig studiertes Mineral, sowohl in der Natur als auch in experimentellen Arbeiten. Griggs und Blacic (1965) beschrieben in ihren Experimenten an Quarzeinkristallen, dass Wasser einen deutlichen Effekt auf das Verformungsverhalten von Quarz hat und eine dramatische Verringerung der mechanischen Stärke bewirkt. Kristalle, welche ohne Wasser verformt wurden hingegen, waren verglichen dazu um vieles stärker. Diese Beobachtung führte zur Theorie des „hydrolytic weakening“.

Das Ziel dieser Arbeit ist es die Einflüsse von Temperatur, Umschließungsdruck und Wassergehalt auf die Verformung von natürlichen Quarzeinkristallen genauer zu untersuchen. Hierzu wurden axiale Kompressionsexperimente in einen modifiziertem Griggs-Typ Deformationsapparat bei Temperaturen von 700°C bis 1000°C, Umschließungsdrucken von 700 MPa, 1000 MPa und 1500 MPa und konstanter Verformungsrate von $\sim 10^{-6} \text{s}^{-1}$ durchgeführt. Als Ausgangsmaterial diente eine Zone eines natürlichen Quarzeinkristalls mit einer optisch konstanten Dichte an Flüssigkeitseinschlüssen. Aus diesem Material wurden Zylinder von $\sim 6,5$ mm Durchmesser und Längen zwischen 10 mm und 13.5 mm in zwei unterschiedlichen Orientierungen entnommen: 1) normal zu einer der Prismenflächen ($\perp m$) und 2) 45° zur [c]-Achse sowie 45° zu einer $\langle a \rangle$ -Richtung (O^+), um so für 1) die größt mögliche Scherspannung für die symmetrischen Prismen $\langle a \rangle$ Gleitsysteme und für 2) die größt mögliche Scherspannung für basales $\langle a \rangle$ Gleiten sowie für Prismen [c] Gleiten zu erhalten um diese Gleitsysteme zu aktivieren.

Anhand der mechanischen Daten konnten für beide Orientierungen bei 900°C Differentialspannungen zwischen 150 MPa und 250 MPa bestimmt werden. Bei niedrigeren Temperaturen sind die Differentialspannungen entsprechend höher (800°C – ~ 800 MPa $\perp m$ bzw. 550 MPa O^+ , 700°C – ~ 1600 MPa $\perp m$ bzw. 1400 MPa O^+). Variationen des Umschließungsdrucks führten zu nur sehr geringen Änderungen in der Differentialspannung. Mikrostrukturell sind die deformierten Proben beider Orientierungen vor allem durch undulöse Auslöschung, Deformationslamellen und Deformationsbänder gekennzeichnet. Rekristallisation neuer Quarzkörner findet nur vereinzelt und isoliert statt. Die Mikrostrukturen als auch die jeweiligen Probenformen nach der Deformation und die Differentialspannungen sind eindeutige Hinweise auf

kristallplastische Verformung durch Versetzungsgleiten. Die Probenform, die Anordnung der Mikrostrukturen innerhalb einer Probe, EBSD- Aufnahmen sowie die Rotation der [c]-Achsen (CIP) dienen der Bestimmung aktiver Gleitsysteme. In Proben der $\perp m$ -Orientierung ist Prismen $\langle a \rangle$ Gleiten das dominante Gleitsystem. Zusätzlich deuten [c]-Achsen Misorientierungen auf ein untergeordnetes Gleitsystem hin. Basales $\langle a \rangle$ Gleiten, ist das aktive Gleitsystem in Proben der O^+ -Orientierung.

Die genaue Beobachtung der Flüssigkeitseinschlüsse und die Bestimmung der Wassergehalte mit FTIR macht deutlich, dass das Ausgangsmaterial bezüglich der Flüssigkeitseinschlüsse stark heterogen ist und als „zwei Phasen“ Material beschrieben werden kann – trockener Quarz und wasserhaltige Einschlüsse. Diese Flüssigkeitseinschlüsse vollziehen durch die Erhöhung der experimentellen Bedingungen und im Zuge der Deformation eine dramatische Form- und Größenänderung (hunderter μm zu einer nm). Ein Großteil der Einschlüsse dekrepitiert und es bilden sich Mikrobrüche, entlang derer das Wasser migrieren kann. Auf Grund der hohen Temperaturen verheilen die Mikrobrüche sehr schnell. Dadurch kommt zu einer kompletten Neuverteilung des Wassers und zur Bildung kleinster Einschlüsse. Dabei fällt auf, dass sich die Deformation vor allem in den Bereichen konzentriert in denen sich sehr viele und fein verteilte Flüssigkeitseinschlüsse befinden. Ebenfalls die FTIR Spektren zeigen eine deutliche Veränderung. Während der Ausgangskristall nahe zu flache Spektren zeigt und nur sehr geringe Wassergehalte (ca. 50 H/10⁶Si, „trocken“), zeigen quasi hydrostatische Proben breite Absorptionsspektren, typisch für molekulares Wasser, und Wassergehalte von mehreren 10 bis 1000 H/10⁶Si. Nach der Deformation sind die FTIR- Spektren eher breit aber „spitz“ und ein scharfes Absorptionsband bei 3585 cm⁻¹ erscheint. Dieses Band existiert nur in deformierten Proben und ist indikativ für OH⁻ Defekte im Kristall. Auch nach der Deformation sind die Wassergehalte sehr variabel. Durch diese Neuverteilung der Flüssigkeitseinschlüsse bildet sich aus dem anfangs „zwei Phasen“ Material ein „ein Phasen“ Material, welches sich ebenso plastisch verformt wie „nasser“ Quarz. Dabei spielen die Bildung von Mikrobrüchen als Wegsamkeit für das frei werdende Wasser und das schnelle Verheilen der Brüche eine sehr wichtige Rolle, und sind die Voraussetzung für die kristallplastische Verformung dieses Quarzkristalls.

Abstract

Quartz is one of the common minerals present in the Earth's crust that controls its rheology and has a simple chemical composition. There is a lot of data available for quartz, which makes it one of the best studied minerals in nature as well as in experiments. Griggs and Blacic (1965) first described the phenomenon of "hydrolytic weakening" in experimentally deformed natural quartz. They found that "dry" natural quartz deformed at much lower flow stresses in a water containing environment compared to "dry" quartz without added water.

The aim of this study is to investigate the effect of temperature, confining pressure and water on the deformation of natural quartz single crystal. For this purpose, axial compression experiments were performed in a modified solid medium (NaCl) Griggs apparatus at different temperatures (700 –1000°C) and different confining pressures (700 MPa, 1000 MPa and 1500 MPa) with constant strain rates of $\sim 10^{-6} \text{s}^{-1}$. Samples, 6.5 mm in diameter and 10 mm to 13.5 mm in length, were cored from a narrow zone of a constant fluid inclusion density in a large single crystal in two different orientations: 1) normal to one of the prism planes ($\perp m$) and 2) 45° to $\langle a \rangle$ and 45° to $[c]$ (O^+). These orientation were use to achieve the highest resolved shear stress to activate 1) prism $\langle a \rangle$ slip and 2) basal $\langle a \rangle$ slip and prism $[c]$ slip.

The strengths of the samples of both orientations at 900°C are between 150 MPa and 250 MPa. At lower temperatures the strength is accordingly higher (800°C – ~ 800 MPa $\perp m$ or 550 MPa O^+ , 700°C - ~ 1600 MPa $\perp m$ or 1400 MPa O^+). Changes in confining pressure show only very small variations in strength. In deformed samples and both orientations microstructures like undulatory extinction, deformation lamellae and deformation bands can be observed. Recrystallized quartz grains are extremely rare and isolated. The Microstructures as well as the sample shape and the strength are typical for crystal plastic deformation by dislocation glide. Sample shape, orientation of microstructures, EBSD measurements and $[c]$ -axis rotation (by CIP) are used to define the active slip systems. In $\perp m$ samples the dominant slip system is prism $\langle a \rangle$ slip, but $[c]$ -axis misorientations indicate the activity of a secondary slip system. Basal $\langle a \rangle$ slip is the active slip system in O^+ samples.

The observation of fluid inclusions and the measurements of water content by FTIR, point out that the fluid inclusions of the starting material are very heterogeneous. The quartz starting material, away from fluid inclusions is characterized by flat FTIR-

absorption and the water content calculated from these spectra yields low values ($\sim 50 \text{ H}/10^6 \text{ Si}$). Therefore it can be described as a “two phase” material of dry quartz and water rich fluid inclusions. During pressurization and deformation the fluid inclusions of the starting material change shape and size dramatically (several $100 \mu\text{m}$ down to nm scale). Especially pressurization leads to the decrepitation of fluid inclusions and the formation of microcracks, which are the pathways for water. Fast crack healing due to high temperatures facilitates the local wetting of quartz. Pressurized samples show broad absorption band, typical for molecular water. The water content varies between several thousands $\text{H}/10^6 \text{ Si}$ and very low water contents of only tens of $\text{H}/10^6 \text{ Si}$. These variations are probably caused by the redistribution of fluid inclusions that cannot be avoided during the FTIR measurements. After deformation a broad absorption band is still present but differs from pressurized samples, in that it is more pointed. Additionally a sharp absorption band at 3585 cm^{-1} appears. This band is only present in deformed regions.

Due to the redistribution of fluid inclusions and therefore water a “one phase” material develops which behaves like “wet” quartz (mechanically weak). High temperatures, fluid inclusions decrepitation and the fast crack healing are the precursor for plastic deformation by dislocation glide in quartz single crystals in our experiments.

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	19
1.1 Deformationsexperimente und der Einfluss von Wasser auf die plastische Deformation	20
1.2 Anlass und Ziele dieser Arbeit	22
1.3 Gliederung der Arbeit	24
2. Wasserneuverteilung in experimentell verformten natürlichen Quarzeinkristallen (Water redistribution in experimentally deformed natural quartz single crystals)	25
2.1 Einleitung (Introduction)	26
2.2 Ausgangsmaterial (starting material)	29
2.3 Methoden (Methods)	33
2.3.1 Deformationsexperimente (Deformation experiments)	33
2.3.2 Mikrothermometrie (Microthermometry)	35
2.3.3 FTIR Spektroskopie (Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy)	36
2.3.4 Mikroskopische Methoden (Microscopic observations)	37
2.3.4.1 Computer-integrated polarization microscopy (CIP)	37
2.3.4.2 Transmissions-Elektronen Mikroskopie (TEM)	37
2.4 Ergebnisse (Results)	38
2.4.1 Mechanische Daten (Mechanical Data)	38
2.4.2 Probendeformation (Sample deformation)	39
2.4.3 Größe, Form und Neuverteilung von Flüssigkeitseinschlüssen (Fluid inclusion size, shape and redistribution)	42
2.4.4 FTIR Messungen und Wassergehaltsanalysen (FTIR measurements and water analysis)	46
2.4.5 TEM Beobachtungen (TEM observations)	53

2.5 Diskussion (Discussion).....	56
2.5.1 Kristallplastische Deformation (Crystal plastic deformation).....	56
2.5.2 Wasserneuverteilung während der Druckerhöhung und der Deformation (Water redistribution during sample pressurization and deformation).....	57
2.5.3. Zusammenhang zwischen Flüssigkeitseinschlüssen, Wasserverteilung und Deformation (Fluid inclusions, water distribution, and deformation interaction).....	58
2.5.4 Wasser-Speziationen (H ₂ O speciation).....	59
2.5.5 Konsequenzen für “water weakening” (Implication for water weakening).....	62
2.6 Schlussfolgerungen (Conclusions).....	63
3. Deformationsexperimente	65
3.1 Experimenteller Aufbau.....	65
3.1.1 Deformationsapparat	65
3.1.2 Probenpräparation und –orientierung.....	67
3.1.3 Probenanordnung.....	69
3.2 Experimentelle Bedingungen.....	71
3.2.1 Einstellung der Experimentelle Bedingungen.....	73
3.3 Mechanischer Daten	77
3.3.1 Auswertung der mechanischen Daten.....	77
3.3.2 Besondere Aspekte der axialen Verkürzung.....	81
3.4. Ergebnisse und Diskussion	84
4. Mikrostrukturen	97
4.1 Mikroskopische Methoden.....	97
4.1.1 Computer integrierte Polarisationsmikroskopie (Computer-integrated polarization microscopy - CIP).....	97
4.1.2 Elektronen Backscattered Diffraction (EBSD).....	98
4.1.3 Kathodolumineszenz (CL) und Charge Contrast (CC).....	99

4.2 Klassifizierung der Mikrostrukturen in Experimenten bei Temperaturen von 900° und Umschließungsdrucken von 1000 MPa und 1500 MPa.....	100
4.3 Das Ausgangsmaterial.....	107
4.4 Mikrostrukturen in deformierten Proben mit $\perp m$ -Orientierung (900°C, 1000MPa und 1500 MPa).....	110
4.5 Mikrostrukturen in deformierten Proben mit O^+ -Orientierung (900°C, 1000MPa und 1500 MPa).....	125
4.6 Mikrostrukturelle Entwicklung bei Temperaturänderungen.....	137
4.6.1 Mikrostrukturelle Entwicklung bei Temperaturzunahme in Proben der $\perp m$ -Orientierung	137
4.6.2 Mikrostrukturelle Entwicklung bei Temperaturzunahme in Proben der O^+ -Orientierung.....	142
4.7 Interpretation und Diskussion.....	147
4.7.1 Probenform.....	148
4.7.2 Deformationslamellen	149
4.7.3 Undulöse Auslöschung, Deformationsbänder und Deformationszonen	152
4.7.4 Rekristallisierte Quarzkörner.....	156
5. Zusammenfassung und Schlussfolgerungen.....	159
6. Literaturverzeichnis	169
7. Mikrostruktur-Atlas (eigenständiger Teil)	
8. Appendix	
A Laborprotokolle	
B FTIR Daten	
C Ausgangskristall	
D Literaturvergleiche mechanischer Daten	
E Übersichtstabelle EBSD	
F Zusatzinformationen zur Arbeit im Labor	
G Konferenzbeiträge	
H Tabelle der TEM Proben	

Abbildungsverzeichnis

2. Wasserverteilung

2.1 FTIR Startmaterial	26
2.2 Probenorientierung und Probenanordnung	30
2.3 Flüssigkeitseinschlüsse im Ausgangsmaterial	31
2.4 Isochore der Flüssigkeitseinschlüsse des Ausgangsmaterials und P-T Pfade zum Erreichen der experimentellen Bedingungen	32
2.5 Spannungs-Verformungsdiagramme beider Orientierungen bei 900°C, 1000 MPa und 1500 MPa	38
2.6 Mikroskopische Übersicht beider Orientierungen nach der Deformation	39
2.7 Mikroskopische Übersicht von Mikrostrukturen beider Orientierungen	41
2.8 Größe und Form von Flüssigkeitseinschlüssen in hydrostatischen Proben	43
2.9 Größe und Form von Flüssigkeitseinschlüssen nach der Deformation	44
2.10 Verteilung von Flüssigkeitseinschlüssen in Experimenten bei 1000°C und in geheizten Experimenten bei 900°C	45
2.11 Verteilung von Flüssigkeitseinschlüssen und FTIR Spektren vom Ausgangsmaterial, hydrostatischen Proben und deformierten Proben	48
2.12 Detaillierte FTIR Karte der $\perp m$ -Orientierung nach der Deformation	49
2.13 Detaillierte FTIR Karte der O^+ -Orientierung nach der Deformation	50
2.14 FTIR Spektren aufgenommen bei verschiedenen Temperaturen	51
2.15 FTIR Spektren einer starken Probe der $\perp m$ -Orientierung	52
2.16 Detaillierte FTIR Karte der $\perp m$ -Orientierung nach der Ausheizung bei 900°C	53
2.17 TEM Abbildungen beider Orientierungen	55
2.18 Schematische Abbildung zur Verteilung von Flüssigkeitseinschlüssen in dem hier deformierten Material	58
2.19 FTIR Spektren der $\perp m$ -Orientierung bei unterschiedlichen experimentellen Bedingungen	62

3. Deformationsexperimente

3.1 Deformationsapparat	66
3.2. Probenorientierung	68
3.3 Probenanordnung in der Druckzelle	70
3.4 P-T-Diagramm der experimentellen Bedingungen aller Experimente	71
3.5 P-T-Diagramm zu Aufbau des Umschließungsdruckes	74
3.6 Beispiel einer Chartaufzeichnung	76
3.7 P-T-Pfade zum Erreichen der experimentellen Bedingungen	77
3.8 Digitale Kraft-Kurve zur Bestimmung der HP Methode	78
3.9 Kraft-Zeit Kurven bei unterschiedlichen Temperaturen	79
3.10 Unterschiedliche Probenanordnungen sowie resultierende Kraft-Zeit-Kurven	80
3.11 Proben nach der Deformation	82
3.12 Schematische Zeichnung der Längenänderung	82
3.13. Verformungskurven – axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differentialspannung ($\Delta\sigma$) $\perp m$ und O^+ bei Temperaturen von 900°C und 1000°C und Umschließungsdrücken von 1000 MPa und 1500 MPa	85
3.14 Digitale Kraft-Kurven beider Orientierungen bei 1000°C und 1500 MPa	87
3.15 Spannungs-Verformungsdiagramm $\perp m$ und O^+ bei 900°C und 700 MPa	90
3.16 Verformungskurven – axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differentialspannung ($\Delta\sigma$) $\perp m$ und O^+ bei Temperaturen von 700°C und 800°C und 1500 MPa	92
3.17 Temperaturabhängigkeit anhand der Spannungs-Verformungsdiagramme $\perp m$ und O^+ bei 1500 MPa	93
3.18 Druckabhängigkeit anhand der Spannungs-Verformungsdiagramme $\perp m$ und O^+ bei 900°C	95
3.19 Verformungskurven – axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differentialspannung ($\Delta\sigma$) der Proben deren axiale Verkürzung neu berechnet wurde	96

4 Mikrostrukturen

4.1 Schematische Abbildung zur Klassifizierung von Kleinwinkel- und Großwinkलगrenzen	100
4.2 Schematische Übersicht zur Klassifizierung der Mikrostrukturen $\perp m$	103
4.3 Schematische Übersicht zur Klassifizierung der Mikrostrukturen O^+	104
4.4 Deformationszonen und –bänder beider Orientierungen.....	106
4.5 Mikroskopische Übersichten zum Ausgangsmaterial.....	108
4.6 EBSD-Aufnahme des Ausgangsmaterials.....	109
4.7 Proben der $\perp m$ -Orientierung nach der Deformation im Pt-Mantel	110
4.8 Mikroskopische Übersichten zu Deformationslamellen und – bändern $\perp m$	111
4.9 Deformationslamellen und Deformationsränder $\perp m$	112
4.10 [c]-Achsen-Misorientierungsprofile von Deformationsrändern und –bändern $\perp m$	113
4.11 Stereographische Projektion von Deformationsrändern $\perp m$	114
4.12 SEM-CL der Deformationsränder $\perp m$	115
4.13 Mikroskopische Übersichten zu Deformationslamellen und – bändern $\perp m$	117
4.14 [c]-Achsen-Orientierungsbild zu Deformationszonen der $\perp m$ -Orientierung	118
4.15 [c]-Achsen-Misorientierungsprofile von Deformationsbändern der Deformationszonen $\perp m$	119
4.16 [c]-Achsen-Misorientierungsprofile von Deformationsbändern der Deformationszonen $\perp m$	120
4.17 Misorientierungsgradientenbild von Deformationsbändern der Deformationszonen $\perp m$	
4.18 Stereographische Projektion von Deformationsrändern der Deformationszonen $\perp m$	121
4.19 Stereographische Projektion von Deformationsrändern der Deformationszonen $\perp m$	122
4.20 Mikroskopische Übersicht zu rekristallisierten Körnern $\perp m$	123
4.21 [c]-Achsen-Misorientierungsbilder zu rekristallisierten Körnern $\perp m$	124
4.22 Proben der O^+ -Orientierung nach der Deformation im Pt-Mantel	125
2.23 Mikroskopische Übersichten zu Deformationslamellen und – bändern O^+	127

2.24 Mikroskopische Übersichten zu Deformationslamellen und – bändern O^+	128
2.25 [c]-Achsen-Misorientierungsprofile von Deformationsbändern und -lamellen O^+	129
2.26 SEM-CL von Deformationslamellen O^+	129
2.27 [c]-Achsen-Misorientierungsprofil und stereographischen Projektion von Deformationsbändern O^+	131
2.28 [c]-Achsen-Misorientierungsprofile und stereographischen Projektionen von Deformationsbändern O^+	132
4.29 Misorientierungsgradientenbild von Deformationsbändern O^+	133
4.30 Mikroskopische Übersichten von Deformationsbändern O^+	133
4.31 Deformationszone O^+	134
4.32 [c]-Achsenorientierungsbild zu rekristallisierten Körnern O^+	135
4.33 [c]-Achsenorientierungsbild zu rekristallisierten Körnern O^+	136
4.34 Experimente der $\perp m$ -Orientierung bei verschiedenen Temperaturen	139
4.35 Mikroskopische Aufnahmen $\perp m$ -Orientierung bei 700°C	140
4.36 Mikroskopische Aufnahmen und [c]-Achsenorientierungsbild $\perp m$ -Orientierung bei 800°C	141
4.37 Mikroskopische Aufnahmen $\perp m$ -Orientierung bei 1000°C	142
4.38 Experimente der O^+ -Orientierung bei verschiedenen Temperaturen	143
4.39 [c]-Achsen-Misorientierungsbild O^+ -Orientierung bei 800°C	144
4.40 Mikroskopische Aufnahmen O^+ -Orientierung bei 800°C	145
4.41 Mikroskopische Aufnahmen O^+ -Orientierung bei 1000°C	146
4.42 Mikroskopische Übersichtsaufnahmen der Ausheilungsexperimente $\perp m$ und O^+	158

Tabellenverzeichnis

1 Experimentelle Bedingungen für alle Experimente bei 900°C und 1000°C und hydrostatische Experimente	34
2 Repräsentative Wasserkonzentrationen des Ausgangsmaterials, hydrostatischer Proben und verformter Proben	47
3.1 Experimentelle Daten aller hydrostatischen Experimente und Deformationsexperimente	72
3.2 Axiale Verkürzungen der gesamten Proben vs. axiale Verkürzung des stärker verformten Teils innerhalb einer Probe	96
4.1 Charakteristische Merkmale der Mikrostrukturen	102

Kapitel 1

Einleitung

Quarz ist eines der häufigsten Minerale der Erdkruste (12Vol%, Okrusch und Matthes, 2005) und bestimmt die Rheologie dieser durch sein tendenziell hochduktilen Verhalten maßgeblich (Brace und Kohlstedt 1980, Kohlstedt et al. 1995). In Experimenten hingegen ist Quarz oft ungewöhnlich stark (Griggs und Blacic, 1965, Hobbs et al., 1972, Blacic und Christie, 1984). Diese Beobachtungen sind sehr gegensätzlich und sind seit langer Zeit Anlass zu experimentellen Forschungen.

In der Natur reflektieren Veränderungen der Mikrostrukturen sowie kristallographisch bevorzugte Orientierungen (CPO) die aktiven Verformungsbedingungen wie Temperatur, Druck, Spannung, Verformungsraten etc. (z.B. Hirth und Tullis 1992, Kruhl 1996). Dabei spielt die Aktivierung der verschiedenen Quarz-Gleitsysteme eine entscheidende Rolle (Schmid and Casey, 1986, Hirth and Tullis, 1992). Ebenfalls wurde häufig ein Einfluss des Wassergehaltes auf die Deformation von Quarz beobachtet (z.B. Griggs und Blacic 1965, Hobbs 1968, Baëta und Ashbee 1969a,b, Morrison-Smith et al. 1976, Kekulawalla et al. 1978, 1981, Likner und Kirby 1981, McLaren et al. 1989, FitzGerald et al., 1991, Kronenberg, 1994). Dennoch sind die Zusammenhänge und Einflüsse des Wassergehaltes sowie der Wasserverteilung auf die Deformation von Quarz noch nicht vollständig geklärt. Ebenfalls der Einfluss von zum Beispiel dem Umschließungsdruck und der Verformungstemperatur auf die Deformation bedarf weiterer Forschung.

Experimentelle Studien sind vor allem auf Grund der guten Kontrolle der Verformungsbedingungen für solche Forschungen sehr hilfreich und wichtig. In den vergangenen Jahren sind eine Vielzahl experimenteller Arbeiten an den verschiedensten Quarzmaterialien entstanden. Häufig dienten monomineralische Gesteine (Quarzite) als Ausgangsmaterial (Tullis et al., 1973, Kronenberg und Tullis, 1984, Koch et al., 1989, Paterson, 1989, Hirth und Tullis, 1992, Luan und Paterson, 1992, Gleason und Tullis, 1995), aber auch polyphase Gesteine wie Granite, wurden verwendet (Tullis und Yund, 1977, Del'Angelo und Tullis, 1996). Jedoch erwiesen sich diese auf Grund ihres komplexen rheologischen Verhaltens und der chemischen Interaktionen eher als problematisch, da sie stark heterogen verformten und die Ergebnisse nur schwierig zu interpretieren waren. Monomineralische Quarzite hingegen lieferten bessere und reproduzierbarere Daten (z. B. Kronenberg und Tullis,

1984, Gleason und Tullis, 1995, Heilbronner und Tullis, 2002, Rutter und Brodie, 2004). Allerdings sind in diesen Materialien vor allem die Prozesse entlang der Korngrenzen wie zum Beispiel Korngrenzengleiten, Korngrenzenmigration einhergehend mit Kornwachstum etc. aktiv und wichtig für die Deformation der Gesteine. Außerdem sind Korngrenzen Regionen entlang derer sich Wasser verteilen kann und durch das Material migrieren kann. Um jedoch vor allem den Effekt des Wassers auf die Deformation also auch den Einfluss der Temperatur auf die aktiven Gleitsysteme zu erhalten, bieten Einkristalle das beste Untersuchungsmaterial.

1.1 Deformationsexperimente und der Einfluss von Wasser auf die plastische Deformation

1965 beobachteten Griggs und Blacic in ihren Experimenten einen Effekt von Wasser auf die Deformation von synthetischen Quarzeinkristallen und etablierten so die Theorie des „hydrolytic weakening“. Basierend auf dieser Theorie wurden seit dieser Zeit zahlreiche experimentelle Studien durchgeführt um diese genauer zu untersuchen und um das Phänomen genauer zu verstehen. Trotz einer Vielzahl an Arbeiten auf diesem Gebiet, ist der Effekt des „hydrolytic weakening“ noch nicht hinreichend verstanden (Karato, 2008, Paterson, 1989). Gründe dafür sind zum einen, dass die Diffusion von Wasser in Quarz sehr gering ist, besonders wenn der Wassergehalt sehr niedrig ist (Kekulawala et al., 1981, Kronenberg et al., 1986). Aus diesem Grunde spielen zum Beispiel wasserhaltige Einschlüsse eine sehr wichtige Rolle für die effektive Wasserkonzentration und den damit in Verbindung stehenden Defekten (water-related defects, z.B. Doukhan und Trépied, 1985, Paterson, 1989). Ein anderer Grund besteht darin, dass die Versetzungsmobilitäten in Quarz eher langsam sind und es vor allem in Experimenten seltener zu „steady state“ Verhalten kommt. Dies liegt daran, dass häufig die gesamte Bandbreite der Deformationsmechanismen von Versetzungskriechen verbunden mit Versetzungsmultiplikationen (work hardening oder work softening) bis hin zu Ausheilungsprozessen aktiv sind. Dieses sollte hinsichtlich des „weakening“ Effektes berücksichtigt werden (Griggs, 1974, Karato, 2008). Außerdem ist es bis heute nicht eindeutig verstanden welchen genauen Einfluss die Wasserverteilung bzw. die Wege auf welchen sich das Wasser verteilt auf die plastische Deformation haben.

Die Wassergehalte in Quarz werden vorwiegend mit Hilfe von FTIR- Spektroskopie bestimmt. Dabei sind hauptsächlich zwei unterschiedliche Formen ausgeprägt:

strukturell gebundenes Wasser (scharfe Absorptionsbänder) und molekulares Wasser (breites Absorptionsband, Aines et al., 1984). Auf der Basis dieser Daten konnte bestimmt werden das Quarzkristalle mit einem geringen Wassergehalten von $<80 \text{ H}/10^6\text{Si}$ (dry quartz, z.B. Doukhan und Trépied, 1985) trotz hoher Verformungstemperaturen sehr hohe Differentialspannungen aufweisen, wogegen die plastische Deformation von Kristallen mit Wassergehalten von $>500 \text{ H}/10^6\text{Si}$ (wet quartz) wesentlich einfacher ist (Hobbs et al., 1972, Kekulawala et al., 1978, Doukahn und Trépied, 1985). Deshalb wurde ein Großteil der Experimente vor allem an synthetischen und „nassen“ Kristallen durchgeführt (z. B. Baëta and Ashbee 1969a, b, 1970, Morrison-Smith et al. 1976, Kekulawala et al. 1981, Blacic and Christie 1984, Doukhan and Trepied 1985, Muto et al. 2011). Vor allem der Anteil an molekularem Wasser korreliert häufig mit der Stärke von Quarz (Kekulawala et al., 1981). Ein hoher Anteil von molekularem Wasser führt dazu, dass dieses auf Grund von Diffusionsprozessen unter Hoch-Druck Bedingungen durch Ausheilungsprozesse vom Quarz aufgenommen wird (Blacic, 1971, 1975). Experimente bei geringeren Drucken (300 – 500 MPa) hingegen schlugen fehl (Kekualwala et al. 1981). Diese Beobachtung führte zu der Schlussfolgerung, dass hohe Drucke nötig sind um die Diffusionsrate von Wasser in Quarz und den damit verbundenen „weakening“ Effekt zu erzielen (Kronenberg und Tullis, 1984, Mackwell und Paterson, 1985, Ord und Hobbs, 1986).

Andere Studien kommen zu dem Schluss, dass vor allem strukturell gebundenes Wasser die plastische Deformation begünstigt (Griggs und Blacic, 1965, Hobbs et al., 1972, Blacic und Christie, 1984, Rutter und Brodie, 2004). Kronenberg und Wolf (1990) und FitzGerlad et al. (1991) sehen den Weg des Wassers entlang von Mikrobrüchen und die Diffusion von Wasser entlang mobiler Versetzungen als ausschlaggebend für die Verringerung der Differentialspannung. Ebenfalls Ord und Hobbs (1986) und Mackwell und Paterson (1985) beobachten das Mikrobrüche den „weakening“ Effekt beeinflussen. Neben der Stärke beeinflusst Wasser ebenso die Aktivität der herrschenden Deformationsmechanismen. Das wird deutlich an optisch sichtbaren Deformationsstrukturen wie undulöse Auslöschung, Deformationslamellen und Deformationsbändern (Blacic, 1975). Beide Strukturen sind oft beschrieben und im Detail untersucht, häufig mit Hilfe von TEM. Sie sind vor allem hilfreich zur Bestimmung der Gleitsysteme, welche bei den gewählten experimentellen Bedingungen aktiv sind (Baëta & Ashbee, 1969a,b, Morrison-Smith et al., 1976, Linker und Kirby, 1981). Durch die Veränderungen der experimentellen Bedingungen wiederum, ist es möglich, Einflüsse der Verformungstemperatur oder auch Einflüsse der Orientierung der Kristalle zur Kompressionsrichtung weiter zu untersuchen, wie

zum Beispiel in Arbeiten von Baëta und Ashbee, (1969a,b), Hobbs et al., 1972, Blacic, 1975, Griggs (1976), Morrison-Smith et al. (1976) Linker und Kirby (1981), Linker et al. (1984). Deformationslamellen (DL) zum Beispiel werden von Christie et al. (1964) als Anordnungen von Stufenversetzungen parallel zur Gleitebene beschrieben. McLaren et al. (1970) und Hobbs (1972) dagegen definieren DL als Effekte von Subkorn Grenzen. Andere experimentelle Arbeiten von White (1973b), Christie and Ardell (1974) sowie Drury (1993) zeigen eher, dass Deformationslamellen nicht genutzt werden sollten um auf die aktivierten Gleitsysteme zu schließen, da während ihrer Bildung Ausheilungsprozesse aktiv sein können. Auch Deformationsbänder (DB) sind Indikatoren für plastische Deformation. Christie et al. (1964) beschreiben diese als die Vernetzung von Stufenversetzungen. Weiss (1954) schlussfolgert aus seiner Beobachtung das Deformationsbänder und Deformationslamellen häufig parallel zueinander sind, dass Deformationsbänder nur eine fortgeschrittene Deformation anzeigen. Die Rotation der Deformationsband [c]-Achsen gegen über dem Gesamtkristall sind dabei sehr wichtig zur Bestimmung der Gleitsysteme (z.B. Tullis et al., 1973, Blacic, 1975; vgl. Kapitel 4). Jedoch sind die Bildung der für plastische Deformation typischen Mikrostrukturen, als auch der Einfluss des Wassers auf ihre Bildung, noch nicht vollständig geklärt.

1.2 Anlass und Ziele dieser Arbeit

Trotz seiner Häufigkeit und des großen Interesses, ist das Deformationsverhalten von Quarz noch nicht hinreichend geklärt. Besonders die Beziehung zwischen dem Wassergehalt respektive der Wasserverteilung, der verschiedenen Gleitsysteme, der Verformungstemperatur und der Deformationsprozesse. Das war der Anlass zu dieser Studie. Basierend auf Deformationsexperimenten an natürlichen Quarzeinkristallen in einem modifizierten Griggs-Typ Deformationsapparat soll versucht werden diese Beziehungen besser zu verstehen.

Quarzeinkristall-Deformation wurde in einer Vielzahl von Arbeiten untersucht. Immer wieder spielte dabei Wasser eine sehr bedeutende Rolle (z.B. Griggs und Blacic, 1965, Hobbs, 1968, Baëta und Ashbee, 1969a,b, Kekulawala et al., 1978, 1981, Linker und Kirby 1981, Kornenberg, 1994). Aus diesem Grunde liegt ein Schwerpunkt dieser Arbeit auf den Einfluss des Wassers auf die Deformation. Da das Ausgangsmaterial, ein natürlicher Einkristall mit einer Vielzahl von wasserhaltigen Flüssigkeitseinschlüssen, sich stark von den Kristallen vorangegangener Arbeiten

unterscheidet, steht vor allem die Neuverteilung des Wassers während der Deformation im Vordergrund. Ebenso wie die Bestimmung des Wassergehaltes und der Wasserspeziationen. Auch die räumlichen Zusammenhänge zwischen Wasser und der Deformation sowie der Mikrostrukturen soll genauer untersucht werden. Da Wasser einen dramatischen Effekt auf die Stärke des deformierten Materials hat (Griggs und Balcić, 1965, Hobbs et al., 1972, Morrison-Smith et al., 1976, Kekkulawala et al., 1978, Paterson, 1989), ist das Auswerten der mechanischen Daten ebenfalls ein sehr wichtiger Teil dieser Arbeit. Jedoch nicht nur Wasser sondern auch andere Parameter wie der Umschließungsdruck und die Verformungstemperatur haben einen Einfluss auf die Deformation von Quarz. Änderungen des Umschließungsdrucks beeinflussen nach Kronenberg und Tullis (1984) die Stärke von polykristallinem Quarz. Ob ein solcher Einfluss auch bei natürlichen Einkristallen zu beobachten ist, soll hier betrachtet werden. Variationen der Verformungstemperaturen und deren Einfluss auf die Aktivierung der unterschiedlichen Gleitsysteme von synthetischen Einkristallen wurde von Linker und Kirby (1981) sowie von Linker et al. (1984) sehr genau untersucht, vor allem anhand der Mikrostrukturen. Einkristalle bieten je nach ihrer Orientierung, ein sehr guten Ausgang um die Aktivierung der Gleitsysteme genauer zu bestimmen. Ferner geben die aus der Deformation resultierenden Mikrostrukturen Aufschluss über die aktiven Gleitsysteme sowie auf die aktiven Deformationsprozesse. Unter Zuhilfenahme von Polarisationsmikroskopie und Bildanalysetechnik soll dies in den Experimenten dieser Arbeit weiter erforscht werden.

1.3 Gliederung der Arbeit

- Kapitel 2 befasst sich ausführlich mit der Wasserneuverteilung während der Erhöhung der experimentellen Bedingungen und der Deformation in den Kristallen. Dazu wurden vor allem Lichtmikroskopie sowie FTIR verwendet. Dieses Kapitel soll bald möglichste in einem wissenschaftlichen Journal eingereicht werden und ist aus diesem Grund auf Englisch verfasst und bereits in der Form eines wissenschaftlichen Artikels gehalten.
- Eine ausführliche Beschreibung zur Probenorientierung, zum experimentellen Aufbau und der Auswertung der gewonnen mechanischen Daten erfolgt in Kapitel 3. In diesem Kapitel werden alle mechanischen Daten beschrieben, verglichen sowie diskutiert.
- In Kapitel 4 Mikrostrukturen, werden zuerst die angewandten Methoden erläutert. Es erfolgt eine Klassifikation der typischen Mikrostrukturen bei einer Verformungstemperatur von 900°C. Anschließend werden die Mikrostrukturen für die jeweilige Orientierung im Detail beschrieben sowie deren Besonderheiten erläutert. Zusätzlich wird die mikrostrukturelle Entwicklung mit Zunahme der Verformungstemperatur für beide Orientierungen beschrieben. Am Ende des Kapitels werden alle Beobachtungen diskutiert und interpretiert.
- Eine Zusammenfassung sowie Schlussfolgerungen zu dieser Arbeit erfolgen in Kapitel 5.
- Der Mikrostruktur Atlas – In diesem Teil der Arbeit sind alle Experimente, deformierte sowie hydrostatische, als Übersichten abgebildet. Außerdem wird hier verdeutlicht an welche Stellen der einzelnen Proben welche Methoden angewandt wurden. Der Mikrostrukturatlas ist eine umfangreiche und ausschließlich graphische Dokumentation der Ergebnisse der experimentellen Arbeit.
- Im Appendix befinden sich alle Daten, Abbildungen sowie Beschreibungen die während der Arbeit entstanden aber im Rahmen dieser Arbeit nicht im Detail gezeigt wurden oder es handelt sich um Zusatzinformationen wie zum Beispiel zur Vorgehensweise im Labor. Der Großteil dieser Daten und Informationen befindet sich auf der Beiliegenden CD.

2 Water redistribution in experimentally deformed natural quartz single crystals

Anja Thust, Holger Stünitz, Renée Heilbronner, Alexandre Tarantola, Harald Behrens, John FitzGerald, Ruediger Kilian

Key words: Quartz, Plastic deformation, Fluid inclusions, FTIR, water-redistribution

2.1 Introduction

Quartz is a very common mineral present in the Earth's crust with a simple chemical composition. There is a lot of data available for quartz, which makes it one of the best studied minerals. In many rock types quartz is present in sufficiently large quantities to control the rheology of the rock, so that the deformation of quartz has been intensely studied in nature and in experiments in order to obtain data to estimate the strength of the continental crust.

H₂O in minerals may cause flow at substantially lower stresses compared to dry conditions, so that H₂O has a significant importance for deformation processes in the crust and in the mantle. Griggs and Blacic (1965) first described the phenomenon of H₂O weakening in natural quartz in experiments using a solid medium deformation apparatus. They found that natural dry quartz deformed at much lower flow stresses in a water containing environment (dehydrating talk) compared to “dry” quartz without added water. Low strengths were also observed in experimental studies of wet or synthetic quartz crystals by e.g. Baëta and Ashbee 1970, Morrison-Smith et al. 1976, Kekulawala et al. 1981, Blacic and Christie 1984, Doukhan and Trepied 1985, Muto et al. 2011.

Many natural and experimental studies have suggested that the weakening effect is caused by H₂O-related defects in quartz (Griggs and Blacic, 1965; Kronenberg et al., 1986; Kronenberg and Wolf 1990; Kronenberg, 1994). Fourier Transform InfraRed (FTIR) spectroscopy is often used to analyze H₂O concentrations as well as the H₂O species and defects, which may facilitate weakening in quartz (e.g. Kekulawala et al., 1979, 1981).

Typical IR spectra due to hydrogen impurities in quartz are illustrated by sharp dichroic absorption bands related to O-H stretching vibrations and a broad band of isotropic absorption (Kats, 1962; Aines and Rossman, 1984). Kekulawala et al. (1978) described gel-type hydroxyl bands formed by structurally bound hydroxyl which correlate to low strength of quartz, whereas sharp dichroic bands differ from one quartz to another and cannot be correlated uniquely to weakening (Kekulawala et al., 1981). The appearance of such sharp bands can be mostly assigned to hydrous point defects or to trace impurities, and most are well studied and reviewed by Kats (1962), Chakraborty and Lehmann (1976a, 1976b), Aines and Rossman (1984), Aines et al. (1984), Kronenberg (1994). Measurements showed that large concentrations of molecular H₂O, result in a broad absorption band in the wave

number region at 3400 cm^{-1} . This molecular H_2O is largely responsible for the weakening effect in natural and experimentally deformed quartz (Kronenberg and Wolf, 1990).

Many experimental studies have been carried out on synthetic quartz and only a few were carried out using natural milky quartz because of its heterogeneity, especially in fluid inclusion distribution and therefore in water concentration. Kekulawala et al. (1981) showed that synthetic quartz becomes cloudy if heated or deformed. In such a case, when the water is in a more dispersed form than in large fluid inclusions, synthetic quartz and milky quartz behave mechanically similarly (e.g. Kekulawala et al. 1981).

There are numerous coupled effects of fluid inclusions in quartz and other minerals which are important for the continental lithosphere (e.g. Carter et al. 1990). Although these objects are small, they can provide precious information on the geological history of the host mineral (Sorby, 1985, Boullier, 1999). Many experimental works under hydrostatic conditions have demonstrated that the inclusions might equilibrate their shape, volume and composition after entrapment (Gratier and Jenatton 1984; Boullier et al., 1989; Sterner and Bodnar 1989; Vityk and Bodnar, 1995; Vasyukova and Fonarev 2006). The recognition of the effect of plastic deformation on fluid inclusion reequilibration has also been observed for long (Kerrick, 1976, Wilkins and Barkas, 1978, Hollister, 1990, Johnson and Hollister, 1995). In order to better quantify the changes within fluid inclusions during plastic deformation of their host mineral, Tarantola et al. (2011, subm.) and Diamond et al. (2010) have provided experiments at low strain plastic deformation of quartz on fluid inclusions in a solid medium deformation apparatus and showed the importance of pre-existing inclusions in quartz. Those changes in fluid inclusion shapes were correlated with chemical changes, especially in H_2O content and were interpreted as the result of local $f(\text{H}_2\text{O})$ gradients (Diamond et al., 2010, Tarantola et al. 2011, subm.).

Kronenberg et al. (1986) pointed out that cracking and micro-cracking induced by fluid inclusion decrepitation promotes the distribution of water and enhances crystal weakening. Many fluid inclusions are often associated with interacting dislocations (Bakker and Jansen, 1994). The study by FitzGerald et al. (1991) demonstrated that the distribution of H_2O within the quartz crystal is controlled by initial cracking at early stages of the experiments. The effect of the H_2O on deformation in the experiments is largely caused by the generation and multiplication of dislocations (McLaren and Phakey, 1966, McLaren et al. 1989, FitzGerald et al. 1990). In

addition, Gerretsen et al. (1993), Kekulawala et al. and (1981) concluded that the deformation of synthetic quartz is strongly influenced by dislocation nucleation due to the pressure re-equilibration of the water inclusions during increase in pressure and temperature to experimental conditions. Alternatively, water-related point defects may promote diffusion through the crystal and enhance the mobility of dislocations and may thereby weaken the quartz (Doukhan and Trépiéd 1985, Paterson 1989).

In this study, we concentrate on the H₂O redistribution resulting from deformation of pre-existing fluid inclusions in a natural quartz single crystal with a large number of fluid inclusions per area unit (milky quartz). In addition to the H₂O distribution, we include a study on the specification of H₂O in the crystal. The appearance of a sharp absorption band at 3585 cm⁻¹ is correlated with deformed regions of the crystal. Such a sharp band at around 3585 cm⁻¹ has been reported before by Kronenberg et al. (1986) in Brazilian single crystals, Kats (1962), Frondel (1982) in chalcedony, Chakraborty and Lehmann (1976a,1976b) and Kekulawala et al. (1981) in synthetic crystals, and by Rovetta et al. (1989) in amethyst. So far, the band was only documented and not assigned to plastically deformed parts of the crystals.

2.2 Starting material

The quartz single crystal (hydrothermally grown) used for our deformation experiments has been obtained from an alpine cleft in Switzerland (Kanton Uri, Planggenstock/ Aar Massiv). The crystal is ~60cm in length. The large size of the crystal allowed the recovery of several cm-sized parts of constant “milkyness” (i.e. same number of fluid inclusions per area unit), which supplied material for ~30 experiments.

All the water is contained within fluid inclusions and the quartz crystal itself contains very small amounts of water (determined by FTIR), usually below the detection limit. Thus, the samples consist of a two-phase starting material of water-rich fluid inclusions and dry clear quartz (Fig. 2.1).

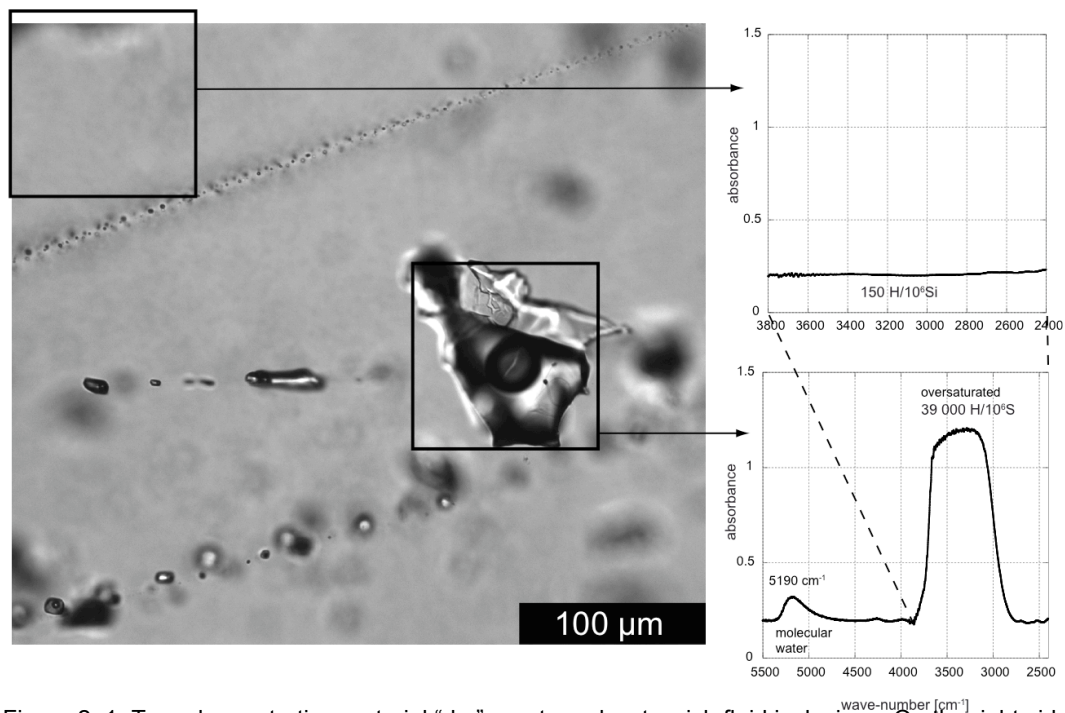


Figure 2. 1: Two-phase starting material “dry” quartz and water-rich fluid inclusions. On the right side the different FTIR-absorption spectra for “dry” quartz with nearly no absorbance and a spectra measured directly on a single fluid inclusion that shows an oversaturation in the wave number region 3400 cm⁻¹ and peak at the region 5200 cm⁻¹ (NIR) typical for molecular water

Two different sample orientations were prepared for deformation experiments by coring 6.5 mm cylinders from the single crystal: 1) One orientation with σ_1 normal to one of the prism planes (\perp m-orientation), 2) One orientation with σ_1 inclined 45° to [c] and 45° to <a> (O^+ -orientation). These orientations were chosen to activate different slip systems: In orientation (1): prism <a> slip, in orientation (2): basal <a> slip and prism <c> slip (Fig.2.2).

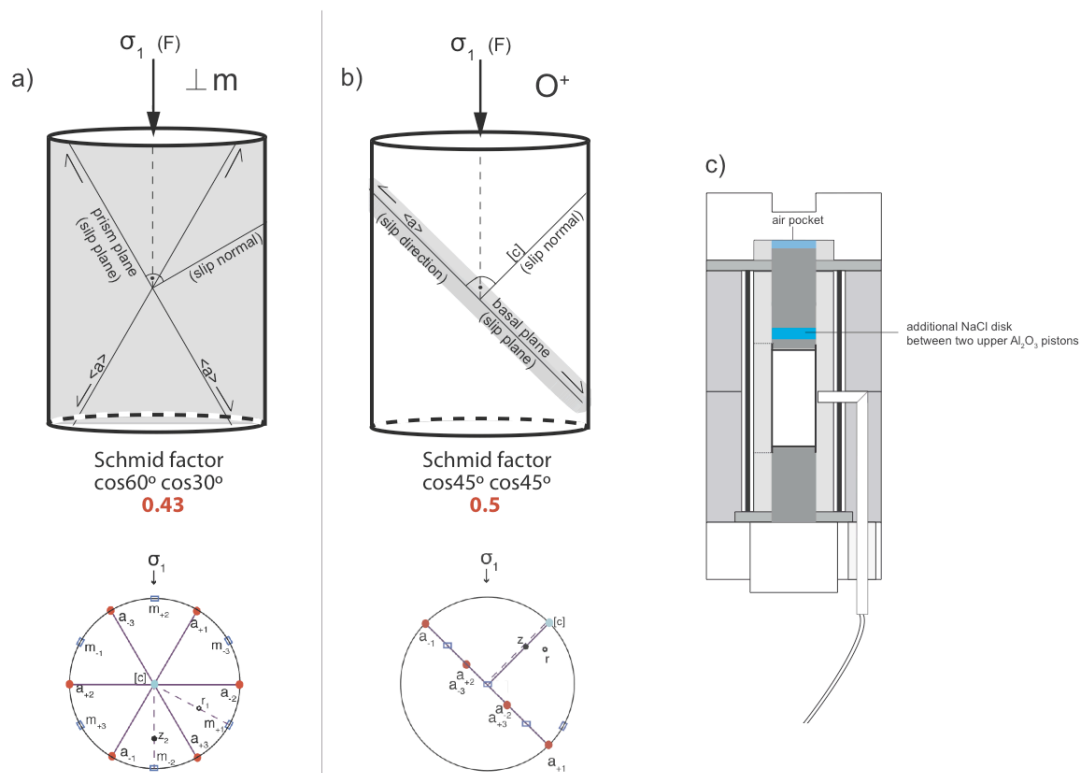


Figure 2. 2: a,b) Schematic and ideal drawing for used sample orientations and stereographic projection a) $\perp m$ -orientation, b) O^+ orientation. c) Schematic drawing of a sample assembly used for deformation experiments in the solid medium deformation apparatus (modified after Tarantola et al. 2010) with highlighted special arrangements in our set up.

Microscopic observations of the starting material in thin- and thick-sections indicate that the crystal has initial Dauphine twins and nearly no larger defects except for the fluid inclusions. Thin and thick sections were cut parallel to the cylinder axis of the sample. For $\perp m$ sections the $[c]$ -axis ideally is oriented normal to the cylindrical axis, for O^+ sections the $[c]$ -axis is oriented 45° to the cylindrical axis.

Contrary to what was initially expected, the fluid inclusion distribution in the starting material is fairly heterogeneous (Fig.2.3). A large number of fluid inclusions in the crystals are arranged along secondary planes crosscutting the entire sample. The planes are sub-parallel to each other and fairly regularly spaced (0.1 to 1.0 mm). They are inclined with respect to the c (0001) axis (by 10 - 20°). A large variation in size of the fluid inclusions (from $< 5 \mu\text{m}$ to $200 \mu\text{m}$, sometimes up to $500 \mu\text{m}$) and in shape (from equant and regular to highly irregular and flat morphologies) is observed. Few brittle cracks are inclusion free and either are oriented sub-perpendicular to $[c]$ -axis or parallel to prism planes.

At room temperature, all inclusions are characterized by a 10-20 vol% vapor bubble in a moderately saline aqueous liquid. Total homogenization temperatures, $T_h(\text{tot})$ were measured between 179 and 211 °C, always by disappearance of the vapor bubble. Eutectic temperature (T_e) was checked on selected large fluid inclusions. Although it could not be determined with high accuracy, T_e was always observed below −45 °C.

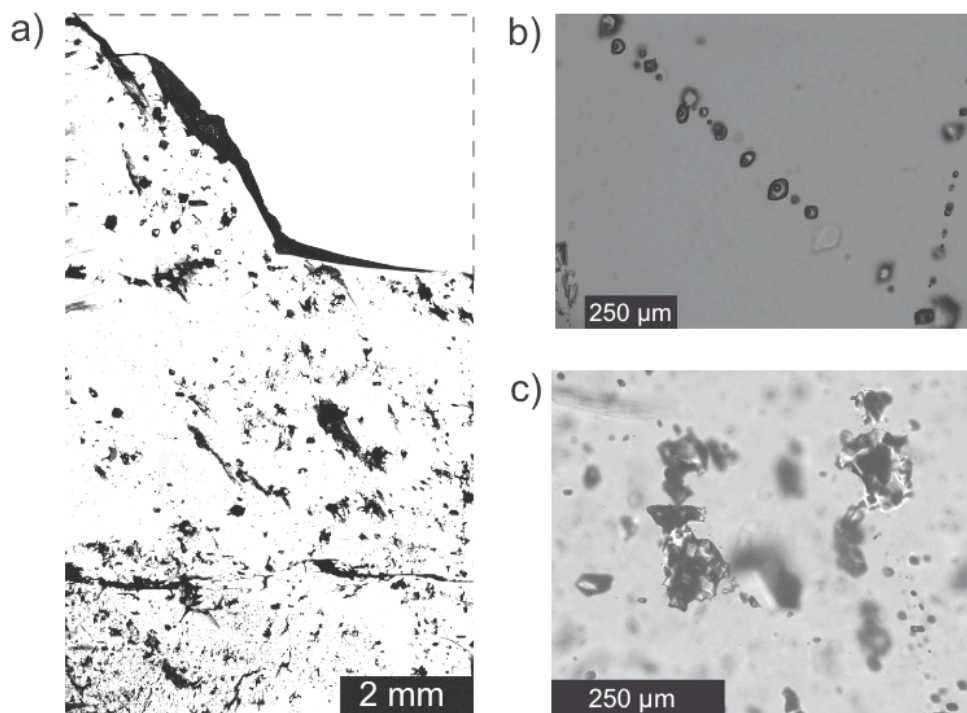


Figure 2. 3: Fluid inclusions in starting material a) Thick section of a nearly complete sample that shows the heterogeneous distribution of inclusions. In the lower left corner small scale inclusions, bigger inclusions and decrepitate ones in the middle as well as total white regions with no fluid inclusions. b) Aligned fluid inclusions in a thick section. c) Decrepitate fluid inclusions in focus surrounded by smaller ones.

Hydrohalite disappeared at temperatures around −21 to −23 °C. Those observations argue in favor of a brine not only containing NaCl, but also very likely CaCl_2 (i.e. Bodnar, 2003). Ice melting temperature ranged between −6.4 and −7.4 °C. Therefore $T_m(\text{ice})$ is used to determine directly the salinity of the fluid (e.g. Diamond, 1992, 1994). The corresponding salinity ranges from 9.7 to 11.0 mass% eq. NaCl (Bodnar, 1993). All the inclusions were originally trapped from a homogeneous (1 phase) fluid.

The combination of the salinity determined using final ice melting temperature and considering NaCl only and the total homogenization temperature permitted to gain the molar volumes of the inclusions in an approximated H_2O -NaCl system. The molar volume of the inclusions helped us to determine the fluid pressure as a function of the temperature using the equation of state of Zhang & Frantz (1987).

The resulting isochores define a narrow band in the PT diagram of Figure 2.4 (compare Tarantola et al., 2011, subm.). It is easy for fluid inclusions to leak, break or reequilibrate, and therefore, any experimental P,T -condition above or below this band is likely to cause the original inclusions to decrepitate or adapt their molar volume to the imposed P,T -conditions (e.g. Sterner et al., 1995).

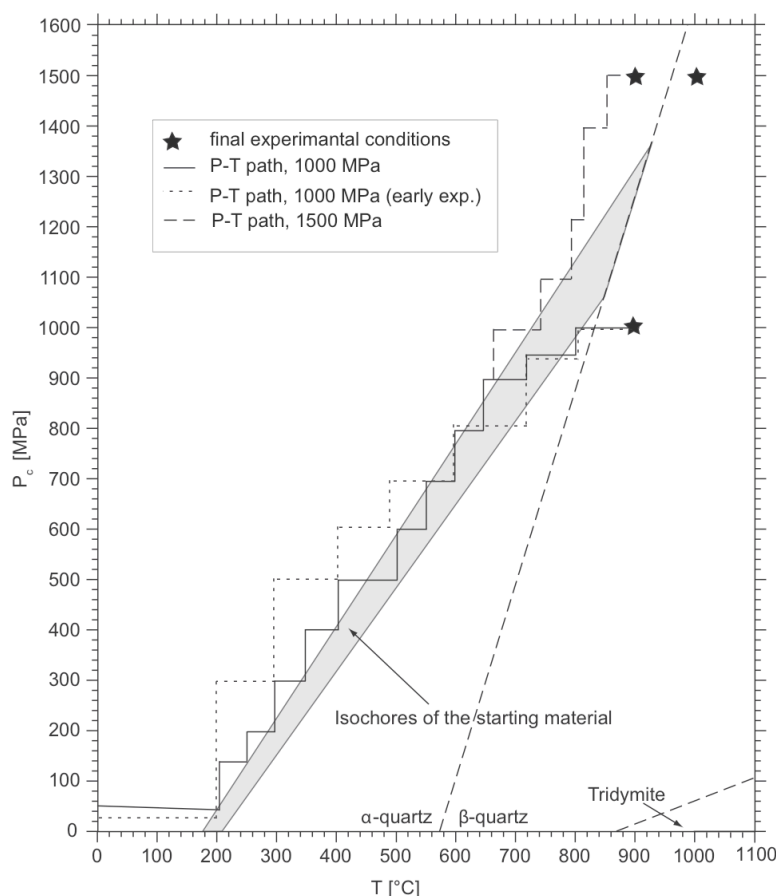


Figure 2. 4: P-T domain obtained from fluid inclusions in the starting material V_mX properties using equation of state from Zhang and Frantz (1987) for the H_2O -NaCl system. Stars represent the final experimental conditions. The black full line as well the dashed lines show the P-T path for attaining experimental conditions.

2.3 Methods

2.3.1 Deformation experiments

All experiments are axial compression experiments and were performed in a modified solid medium (NaCl) Griggs apparatus (Griggs, 1967; Tullis and Tullis, 1986) at the experimental laboratory of the University of Tromsø, previously at Basel University. The cylindrical samples (drilled with a diamond drill) are 6.5 mm in diameter and 10 to 13 mm in length. The sample ends have been ground plane parallel and normal to the cylindrical axis. The quartz cylinders have been encapsulated in a Pt-jacket (0.15 mm wall thickness) and welded at the ends like cans. The samples have been cooled during welding, using liquid N₂ or H₂O for sample numbers 143 ATH to 207 ATH and 230 ATH. Later (sample numbers 228 ATH and 233 ATH to 254 ATH) a Lambert point welding device was used, which ensured that the samples did not heat above ~40°C, so that the fluid inclusions did not decrepitate during welding (additionally H₂O-cooled). As piston material Al₂O₃ cylinders of 6.35 mm diameter (ends ground plane parallel) were used. In some experiments, an additional NaCl (solid medium) pill was used between two upper Al₂O₃ pistons to protect the sample from cracking during pumping to experimental conditions (Fig. 2.4; cf. Tarantola et al., 2010). The heating of the sample was achieved with a graphite furnace between two soft-fired pyrophyllite sleeves. The temperature was recorded using a Pt-Pt/Rh10% thermocouple (Fig. 2.2). The temperature was controlled to an accuracy of ~± 1°C using a Eurotherm controller.

The samples were deformed at temperatures of 900 °C and 1000 °C and confining pressures of 1000 MPa and 1500 MPa. Some of the experiments were carried out in the α -quartz stability field (900°C, 1.5 GPa) others in the β -quartz stability field (900°C, 1.0 GPa, 1000°C, 1.5 GPa). The applied strain rate ranges between $1.2 \cdot 10^{-6}$ and $8.5 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ and the average axial shortening ranges between 3.9 and 32.4% (for the whole sample lengths). The sample strength was measured with an external load cell with an assumed error of ± 30 MPa for the sample (Holyoke and Kronenberg, 2010). All experimental conditions are listed in Table 1.

Table 1: Experimental conditions for all experiments at 900°C and 1000°C and for hydrostatic Experiments.

sample Nr. / orientation	Pc [MPa]	T [°C]	sample strain [%]	peak stress [MPa]	strain rate [s ⁻¹]	notes
143 ATH/⊥m	1500	900				at P-T / undeformed
151 ATH/⊥m	250	250				at P-T / undeformed
157ATH/⊥m	630	500				at P-T / undeformed
168 ATH/⊥m	1100	750				at P-T / undeformed
170 ATH/⊥m	1000	880				at P-T / undeformed
171 ATH/ O+	1017	800				at P-T / undeformed
201 ATH/ O+	620	550				at P-T / undeformed
230 ATH/⊥m	650	750				at P-T / undeformed
196 ATH/⊥m	1480	900				at P-T / undeformed
144 ATH/⊥m	1000	900	4.9	149	8.2*10 ⁻⁷	
146 ATH/⊥m	1000	900	16.4	163	8.5*10 ⁻⁷	
152ATH/⊥m	1000	900	14.7	144	3.99*10 ⁻⁶	
181 ATH/⊥m	1464	900	13.1	416	1.44*10 ⁻⁶	
182 ATH/ O+	1022	900	12	233	1.6*10 ⁻⁶	
184 ATH/ O+	1500	900	4.1	91	1.27*10 ⁻⁶	
187ATH/⊥m	1500	900	min. 6.2	min. 130		no defined HP
190 ATH/⊥m	1500	900	17.9	166	1.61*10 ⁻⁶	
192 ATH/ O+	1466	900	20.1	253	1.55*10 ⁻⁶	
199 ATH/⊥m	1000	900	11.3	222	1.81*10 ⁻⁶	annealed 47h
203 ATH/ O+	1000	900	5.2	209	1.57*10 ⁻⁶	
205 ATH/ O+	1000	900	5.3	159	1.19*10 ⁻⁶	
207 ATH/⊥m	1500	900	9.6	150	1.28*10 ⁻⁶	
238 ATH/⊥m	1450	1000	15.3	133	1.93*10 ⁻⁶	
241 ATH/ O+	1480	1000	12.5	136	1.95*10 ⁻⁶	
244 ATH/ O+	1016	900	8.6	299	1.78*10 ⁻⁶	annealed 48h
246 ATH/ O+	1500	900	7.6	188	1.35*10 ⁻⁶	
252 ATH/⊥m	1500	1000	32.4	176	2.13*10 ⁻⁶	

To reach the experimental conditions, the pumping process took place by following the calculated range of isochors of fluid inclusions as closely as possible to avoid decrepitation of fluid inclusions (cf. Tarantola et al., 2010). The confining pressure was increased slowly ($\sim 100 \text{ MPa} - 150 \text{ MPa/h}$) and the temperature raised to 200°C as soon the graphite furnace was in electric contact with the upper piston. The temperature was increased at a rate of $20^\circ/\text{minute}$ in 50°C increments. After each temperature increase the pressure was raised by 100 MPa (Fig. 2.4). The whole pumping process took up to 9 hours. Once the experimental P - T conditions were reached, the assembly was usually left at hydrostatic conditions overnight to allow a full settling of the assembly. After deformation the samples were quenched to preserve the microstructures at a rate of $200^\circ/\text{min}$ down to 200°C .

Two experiments (one for each orientation) were annealed for about 48 hours after deformation and then quenched by the same procedure as described above. For the annealing the differential stress was lowered to the same value where sample deformation started after hydrostatic settling overnight.

2.3.2 Microthermometry

Microthermometry and Raman microspectroscopy were carried out in the Fluid Inclusion Laboratory of the Institute of Geological Sciences, University of Bern. A Linkam™ THMSG heating-cooling stage was employed, calibrated using the following phase transitions in synthetic fluid inclusions in quartz: the triple point of CO_2 at -56.6°C , the triple point of H_2O at 0.0°C and the critical point of H_2O at 374.0°C . The stage was mounted on an Olympus™ BX51 microscope equipped with 40X and 100X long-working distance objectives. Some 180 fluid inclusions were randomly selected to represent a range in shape, size and distance to the sample surface. For each inclusions, T_e , the eutectic temperature of the system, $T_m(\text{ice})$, the final ice melting temperature, $T_m(\text{cla})$, the final clathrate dissociation temperature, and $T_h(\text{tot})$, the total homogenization temperature, were checked and measured whenever observed. The vapor phases of individual inclusions were analyzed for H_2 , N_2 , CH_4 and CO_2 at room temperature using a Jobin-Yvon™ LabRAM HR800 laser-Raman spectrometer.

2.3.3 Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy

The water content and OH-species were determined by FTIR spectroscopy in different samples representing the material before deformation, after pressurization (no axial deformation), and after deformation. The system used at the University of Hannover (Germany) is an IR microscope IRscope II attached to a Bruker IFS88 FTIR spectrometer. The light is emitted from a halogen light source through a KBr beam splitter and focused on samples by a mirror system. All measurements were carried out on double polished sections cut parallel to the cylinder axis with a thickness between 120 μm and 500 μm using non-polarized light at room temperatures. Some additional spectra were recorded using a cooling stage (cooled by liquid nitrogen) down to $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$. Point measurements with a spot size of $100 \times 100\text{ }\mu\text{m}$ were recorded over a wave-number range from 500 to 5000 cm^{-1} by using 50 scans per spectrum with a spectral resolution of 2 cm^{-1} . Background spectra were collected for each sample at the beginning of and several times during the measurements and subtracted from every single spectrum. The measurements were carried out on optically clear regions of quartz avoiding regions with visible microcracks and fluid inclusions determined by light microscopy.

Water concentration calculations are based on integrated absorption using Paterson's calibration (1982) for wave-numbers from 3780 cm^{-1} to 3000 cm^{-1} (broad band absorption). The link between FTIR absorption and water concentration is given by the Beer-Lambert law, $A_i = c \cdot t \cdot \epsilon_i$, where c is the concentration, t is the thickness and ϵ_i is the integrated molar absorption coefficient. It is important to state the convention of the units of ϵ_i . Some authors like Paterson (1982) and Rossman and Aines (1991) use cm^{-2} per mol H (or OH)/l, others used cm^{-2} per mol H_2O /l (e.g. Kats, 1962, Stipp et al., 2006). In order to make the results comparable to former studies we present the water concentration in ppm (wt) H_2O and $\text{H}/10^6\text{Si}$ by multiplying Paterson's integral molar absorption coefficient by two

($\epsilon_i = 2 \cdot \{1/3 \cdot [150 \cdot (3780\text{ cm}^{-1} - 3000\text{ cm}^{-1})]\}$, where the factor of 1/3 is related to Paterson's orientation factors for uniaxial crystals (1982) and using the equation by Stolper (1982):

$$\text{wt}\% \text{H}_2\text{O} = \frac{100 \cdot M \cdot A_i}{\rho \cdot t \cdot \epsilon_i}$$

, where M is the molar mass of H_2O in $g \cdot mol^{-1}$, A_i is the integrated absorbency in cm^{-1} , ρ is the density in $g \cdot l$, t is the thickness in cm and ϵ_i is the molar absorption coefficient described above in $l/(cm^2 \cdot mol)$.

2.3.4 Microscopic observations

2.3.4.1 Computer-integrated polarization microscopy (CIP)

This method combines polarization light microscopy and image analysis techniques to measure [c]-axis orientations of uniaxial minerals (Panozzo-Heilbronner and Pauli, 1993, Heilbronner, 2000a, b; Heilbronner and Tullis, 2006). The measured [c]-axis orientation is visualized using a color look-up-table (CLUT) referring to a Schmidt equal area net pole figure presentation (orientation imaging).

Polished thin-sections ($20 < 30 \mu m$) were analyzed with a Zeiss Axioplan microscope with X5, X10 or X20 magnifications. The images were captured using a AxioCam digital camera. The calculations for the [c]-axis were carried out using the CIP software (Heilbronner, <http://pages.unibas.ch/earth/micro>) after Heilbronner-Panozzo and Pauli (1993) and Heilbronner (2000).

The commonly used 180° by 180° CLUT is not a meaningful presentation if small regions and small angles of [c]-axis misorientation need to be presented. For such cases of small misorientations especially designed CLUTs were used and specified for each case.

2.3.4.2 TEM

Selected regions of deformed crystals were prepared for TEM analysis by using 3 mm diameter copper grids and ion milling. The TEM analysis was carried out on a Phillips 430 TEM at 300 KV acceleration voltage at the Research School of Earth Sciences of the Australian National University in Canberra.

2.4. Results

2.4.1 Mechanical Data

The experimental data set at 900 and 1000 °C show reproducible mechanical results for both orientations (Fig. 2.5 and chapter 3). Samples were deformed to different strains, smaller than 10% axial shortening in total (low strain experiments), and more than 10% strain (high strain experiments). The peak strength for most samples ranges between 130 and 230 MPa, and the strength for both orientations is mostly similar (Fig. 2.5). Only one sample shows a substantially higher peak stress (Fig. 2.5). This sample is abnormally strong because of the heterogeneity in fluid inclusions distribution in the starting material: The larger part of this sample does not contain many fluid inclusions and is undeformed.

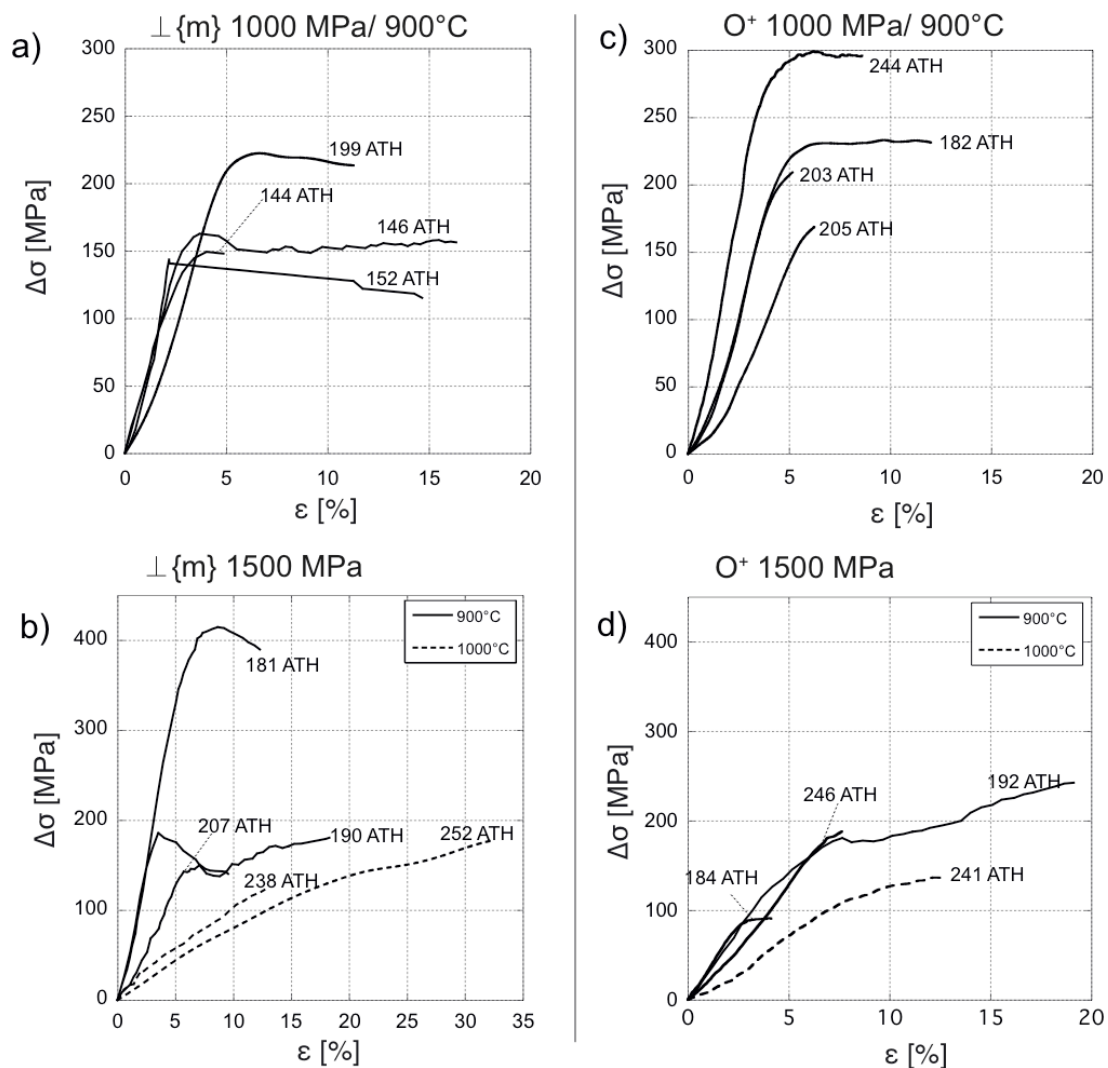


Figure 2. 5: Mechanical data for a,b) $\perp m$ orientation and c,d) O^+ -orientation at confining pressures of 1000 MPa (a,c) and 1500 MPa (b,d) and temperatures of 900°C (full lines) and 1000°C (dashed lines) at strain rates of $\sim 10^{-6} s^{-1}$

2.4.2 Sample deformation

At high temperatures the samples deform by crystal plasticity, which is obvious from the sample shape change. In $\perp m$ -orientation the samples barrel normal to the compression axis and the deformation is homogeneous over the barreled region. The sample ends remain often undeformed due to the thermal gradient in the assembly. In O^+ -orientation the sample shape looks different (Fig. 2.6). The top and bottom ends are shifted with respect to one another, producing a bend of the samples, which acquire a “z-shape”. The deformation is more heterogeneously distributed throughout the sample. Sample scale deformation, in both orientations, is clearly related to the crystallographic orientation of the samples.

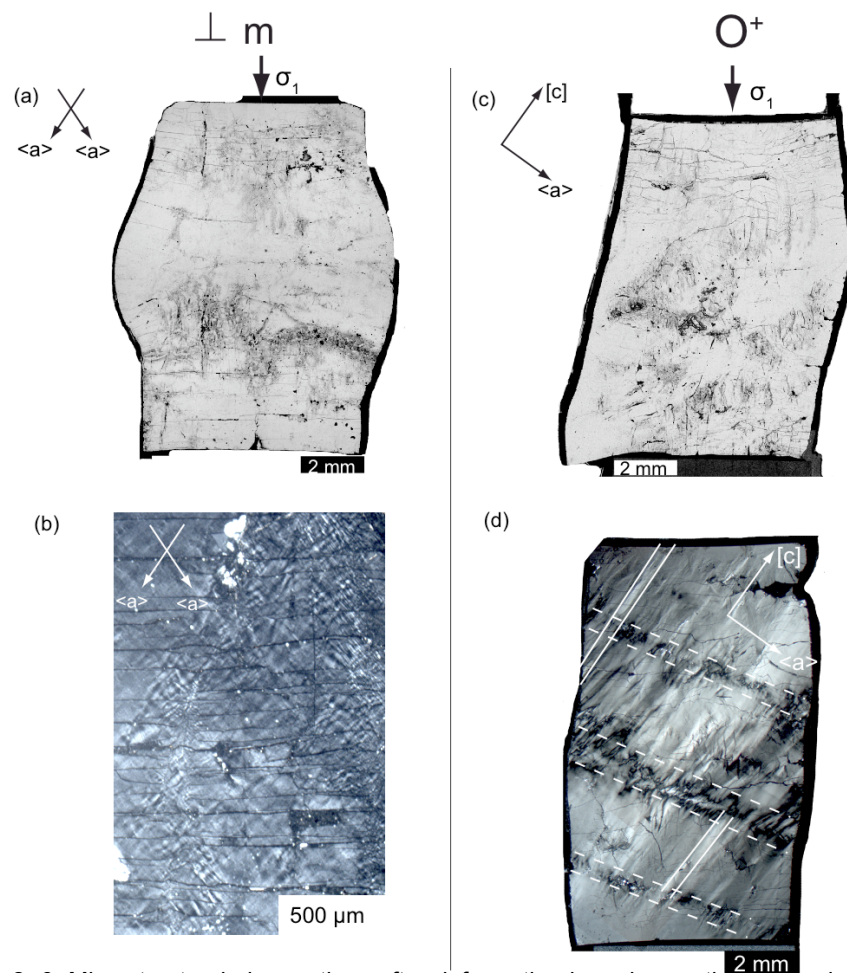
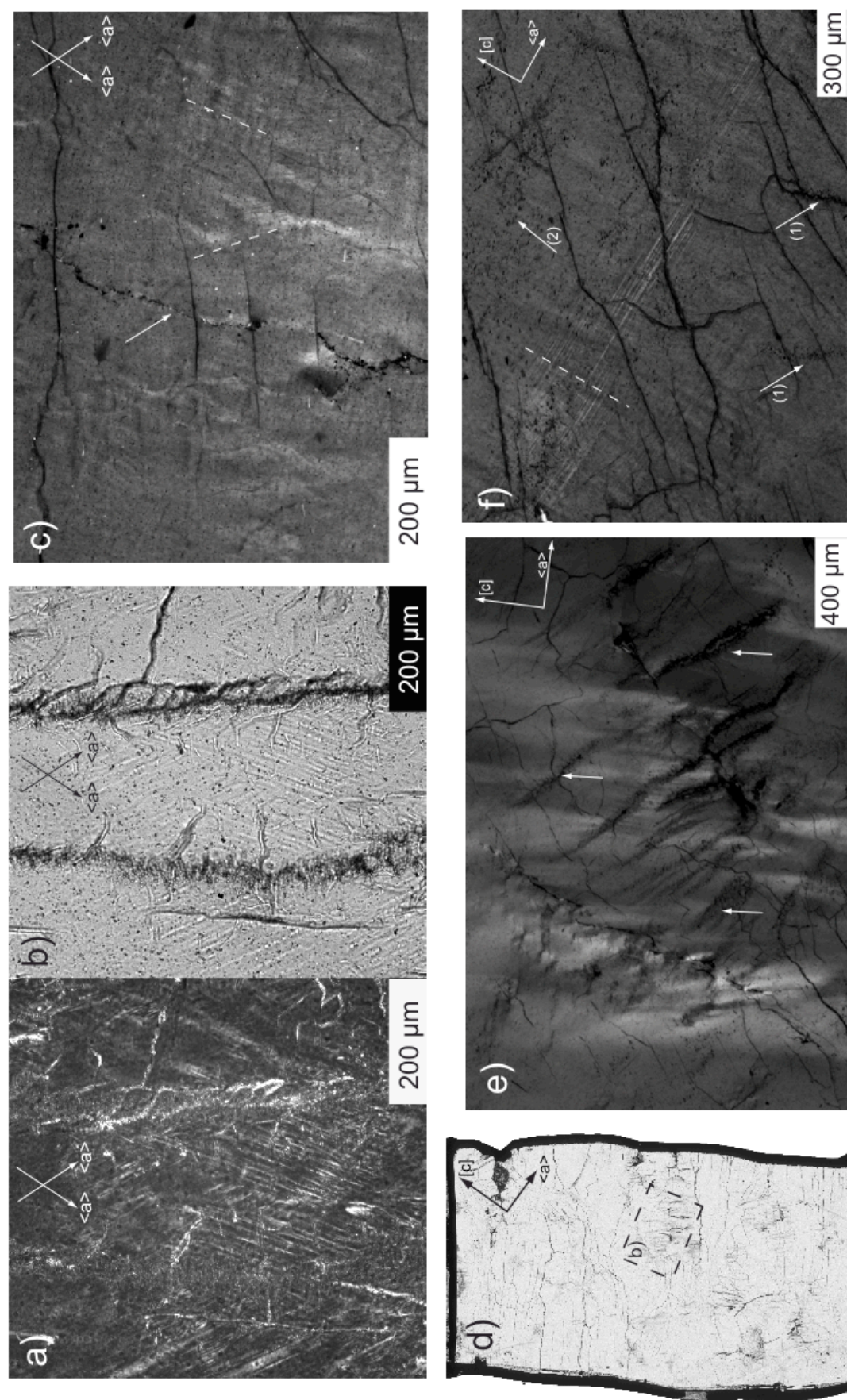


Figure 2. 6: Microstructural observations after deformation based on optical light microscopy, a, c) plane polarized light, b, d) cross-polarized light where in d) polarizers are turned into near parallelism with oblique $[c]$ -axis for a better visualization). (a) $\perp m$ -orientation after deformation showing the typical barreled shape of the sample (146ATH) and the distribution of fluid inclusions (grayish regions), horizontal features are unloading cracks. (b) shows a part of a deformed sample with conjugated deformation bands sub-parallel to the $\langle a \rangle$ axis (181ATH). (c) O^+ -orientation after deformation with the typical “s-shape” and fluid inclusion distribution (grayish regions, 192ATH). (d) Whole sample (182ATH) that shows the deformation bands marked with full white lines sub-parallel to $[c]$ and highlighted with dashed lines deformation arrays sub-parallel to $\langle a \rangle$ in sample scale.

At the microscopic scale a variety of microstructures can be observed. In both orientations, deformation lamellae with a high optical relief (Fig.2.7a,b) are present. They are often related to fluid inclusions trails, cracks, and en-echelon arrays of the fluid inclusions (Fig.2.7b). In $\perp m$ -orientation misorientation bands sub-parallel to the prism planes are observed (Fig. 2.7a,c). In these samples prism $\langle a \rangle$ glide is active and no $[c]$ -axis rotation should occur. However, CIP-imaging shows a misorientation of $[c]$ axes which is strongly localized and in some cases up to 60° w/r to the host $[c]$ -axis. The highest misorientations occur often in between the fluid inclusion trails (see chapter 4).

In O^+ orientation there are deformation zones sub-parallel to the basal plane, especially in low strain samples (Fig. 2.6d). These deformation zones become indistinct with increasing deformation. Inside these zones of deformation, deformation bands with their boundaries sub-parallel to the $\langle c \rangle$ axis occur (Fig.2.6d, 2.7f). They also change their appearance with increasing strain. In low strain samples the angle between the single bands is up to 10° . More strain leads to higher angles between the bands up to 20° . Also the distance between the bands changes: at low strain the distance is up to $300\ \mu\text{m}$; in high strain samples it decreases down to $80\ \mu\text{m}$ between two single bands (details in chapter 4). Recrystallization of new grains takes place very rarely in both orientations. Recrystallized grains occur mostly along bigger cracks due to fluid inclusion decrepitation especially close to the sample rim. In 1000°C experiments recrystallization is due to the higher temperature. The difference between 1000°C and 900°C experiments is visible as a more homogenized deformation in 1000°C samples. Furthermore, fewer of the typical microstructural features present at 900°C in $\perp m$ -orientation occur, whereas in O^+ -orientation the same microstructural features are present at higher temperatures.



2.4.3 Fluid inclusion size, shape and redistribution

The starting material as shown in figure 2.1 and 2.3 has a highly heterogeneous distribution in location, distribution, size and shape of fluid inclusions. Once the material is pressurized (on the way to attaining experimental P - T conditions), numerous fluid inclusions decrepitated by micro-cracking (Fig. 2.8). The cracking is partly a result of a deviation from the original isochore of the fluid inclusions (e.g. Tarantola et al. 2010, Diamond et al. 2010). Several fluid inclusions experienced hydrostatic under- or overpressure, decrepitated and leaked water (Fig. 2.8b,d). Those pressurized inclusions have an average size between 5 and 150 μm . There still can be some fluid inclusions which are larger and show sizes similar to those of the starting material depending on the attained P - T conditions: With increasing P - T conditions the fluids inclusions become smaller and smaller down to sizes of several hundreds of nm.

In addition to a deviation from the isochore, fluid inclusions also decrepitate because of non-hydrostatic conditions during pressure increase. The solid medium sample assembly does not facilitate a true hydrostatic stress state in the sample during the pumping of pressure. Instead, a higher stress in the axial compression direction is commonly found. As a consequence, of the non-hydrostatic stress state, many inclusions are flattened perpendicular to the compression axis (cf. Tarantola et al. 2010; Fig. 2.8c). There are different kinds of micro-cracks. Some healed cracks contain many small fluid inclusions arranged in planes parallel to the cylinder axis. These cracks are due to compression during early stages of pumping (Fig. 2.8a) and occur parallel to the compression axis (mode-I cracks). Such microstructures were described as “microcrack ladder” features by FitzGerald et al. (1991). In contrast to their observations in our samples the trails are regions with a high density of fluid inclusions. Trails of fluid inclusions are spatially correlated with regions in the crystal where $[c]$ -axis misorientations arise (see Chapter 4).

Other fluid inclusions are small (up to ~ 50 μm in length) and are elongated normal to the compression direction. Judging from their shapes, these fluid inclusions have obtained their shape during later stages of pumping. Late cracks normal to the loading direction have formed during unloading of the sample, but these do not produce fluid inclusions.

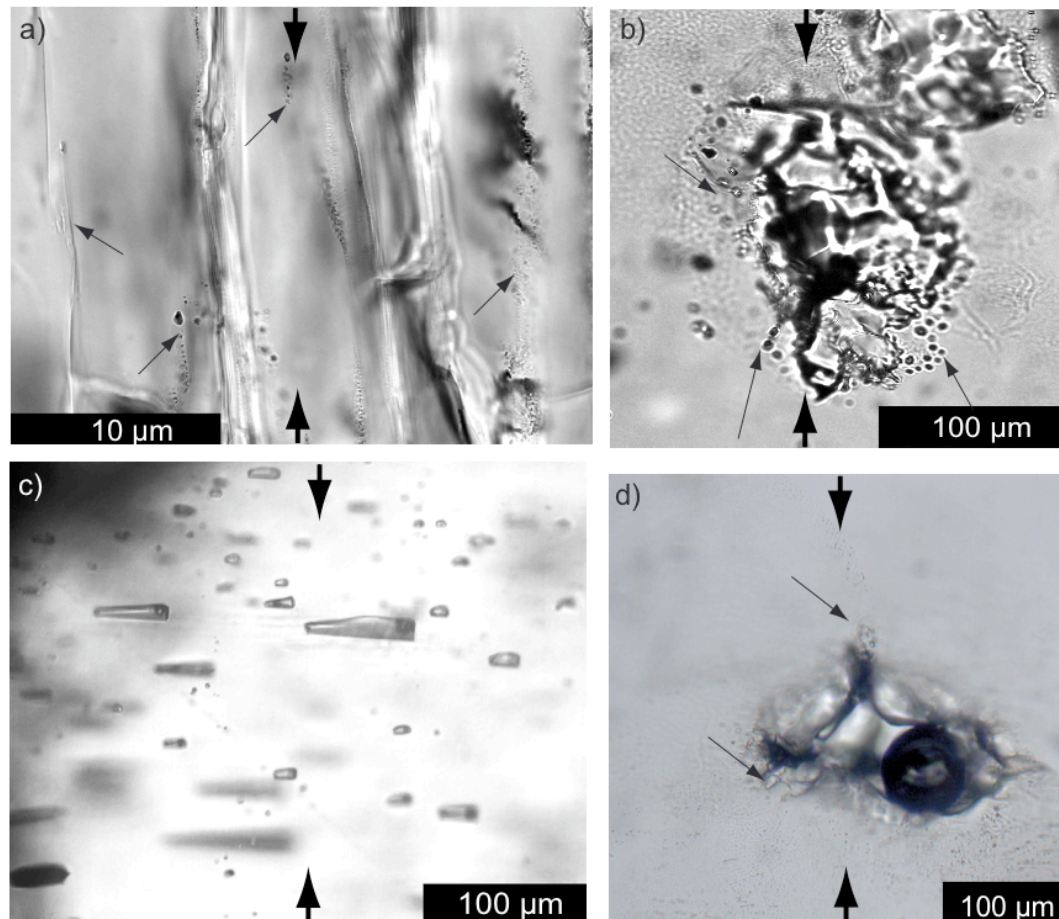


Figure 2. 8: Fluid inclusion size and shape in pressurized samples. a) Pressurized sample (143ATH) showing vertical cracks as well as extremely fine fluid inclusion trails marked by black arrows. b) During pressurization decrepitate fluid inclusion that forms new neonate inclusions by water loss (170ATH). c) Fluid inclusions flattened normal to the compression direction (171ATH). d) A single fluid inclusion which loses water during pressurization leading to fine neonate inclusions marked by black arrows (170ATH).

After deformation the inclusions mostly show an overall re-equilibration, redistribution and a dramatic change in size (Fig. 2.9c,d, 2.10) down to the nm scale. Small scale inclusions with sizes up to 25 μm with different shapes are usually arranged in trails or clusters (Fig.2.9). A single fluid inclusion trail after deformation can be up to 28 μm in width in $\perp\text{m}$ -orientation and up to 50 μm in O^+ -orientation (Fig.2.9a,b). Often they occur as series of trails. The inclusions observed along the trails are mostly neonate inclusions where no parent relict inclusions can be seen (cf. Tarantola et al., 2010). An increase of salinity after deformation up to 14wt% eq. NaCl (derived from ice melting temperature, see $T_{\text{m(ice)}}$ in Tarantola et al., 2011, subm.) demonstrates a water leakage from precursor inclusions.

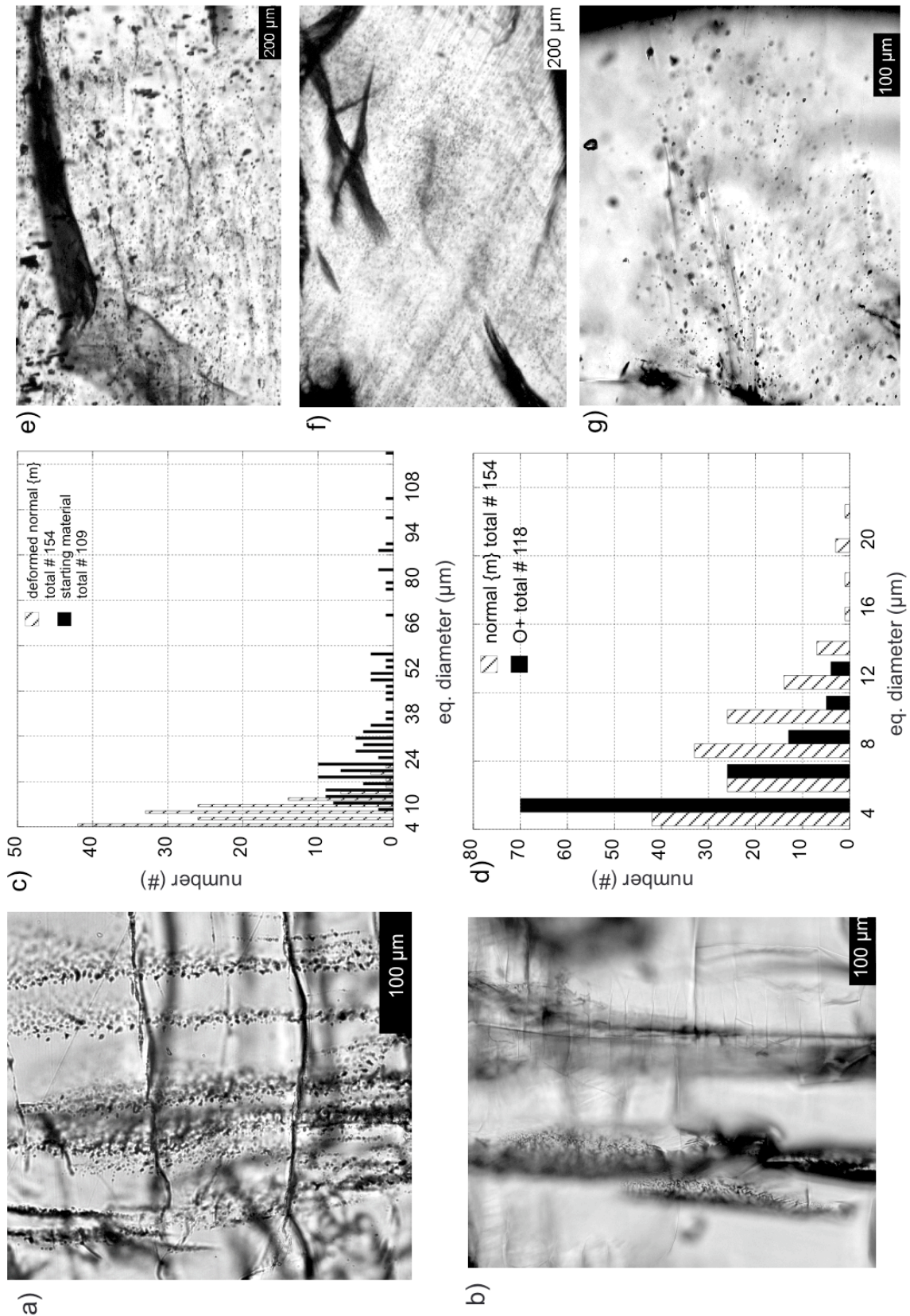


Figure 2. 9: Fluid inclusion size and shape after deformation. a) Fluid inclusion trails in O⁺-orientation (182 ATH, horizontal features are unloading cracks). b) Fluid inclusion trails (vertical) in ⊥m-orientation (144 ATH). c,d) Histogram of the equivalent (eq.) diameter analyzed from digitalized fluid inclusions reveal the size difference between c) the starting material inclusions and inclusions in the deformed material and d) fluid inclusions of the two different orientations. e-g) Fluid inclusion cluster e) in the central part in ⊥m-orientation (190 ATH), f) in the central part in O⁺-orientation (192 ATH) and g) close to the sample rim in ⊥m-orientation.

There is a difference in samples deformed at 1000 °C, where the distribution of inclusions is more homogeneous. Usually, fine scaled inclusions occur (Fig. 2.10a,b) and fluid inclusion trails are much smaller, especially in O^+ -orientation (5-15 μm). In some cases, fluid inclusion clusters are even not recognizable anymore.

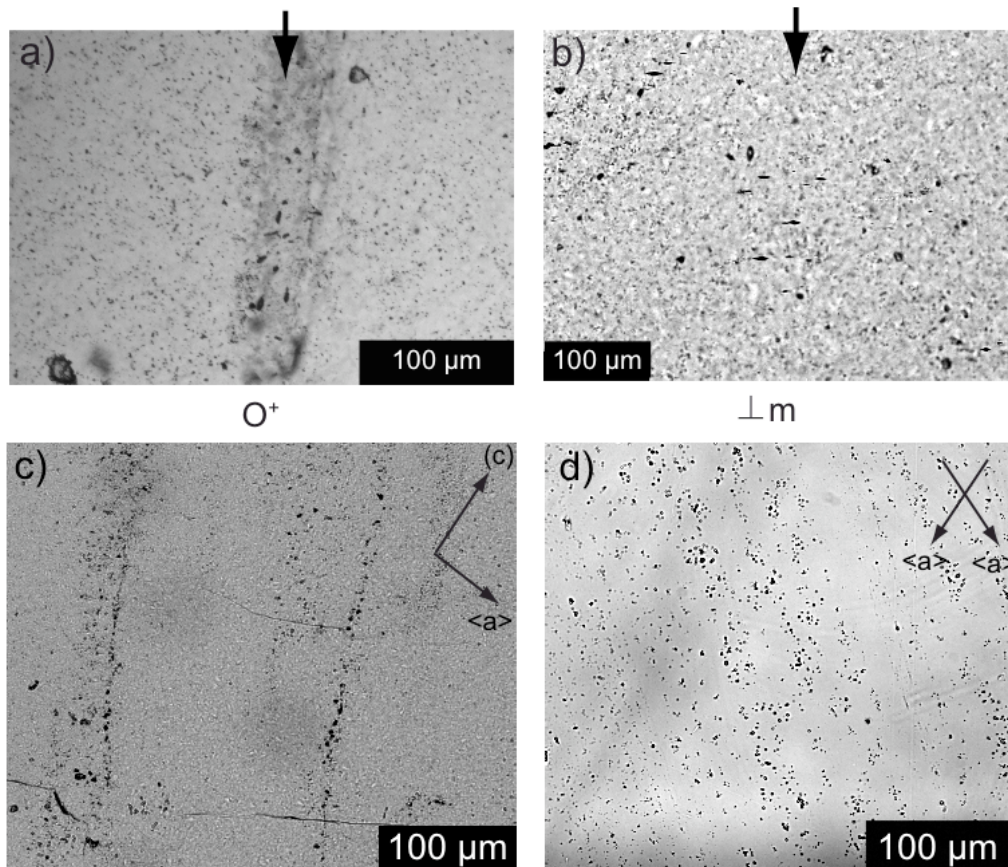


Figure 2. 10: a,b) Fluid inclusions distribution after deformation at 1000°C, a) in O^+ -orientation, b) in $\perp m$ -orientation. c,d) Fluid inclusions after annealing c) in O^+ -orientation showing fine fluid inclusion trails and fine scaled fluid inclusions. d) in $\perp m$ -orientation showing only fine scale, spherical inclusions aligned sub-parallel to one of the prism planes .

While the change in shape and size after deformation is mainly consistent for both orientations, the fluid inclusion redistribution is different for different crystal orientations. In $\perp m$ -orientation the fluids redistribute extremely homogeneously all over the deformed (barreled) part by forming fluid inclusion trails. Very fine scaled inclusions have a small distance from each other and tend to form fluid clusters (see overview Fig. 2.12 below). In O^+ orientation the redistribution is less homogeneous and fluid inclusion trails are mostly wider than in $\perp m$ -orientation. The density of fluid clusters is higher than in $\perp m$ -orientation. This has a large effect for the FTIR measurements (see overview Fig. 2.13 below).

Annealed samples show different shapes and distributions of fluid inclusions compared to samples which were quenched immediately after deformation (Fig. 2.10c,d below). Fluid inclusions are present only as fine scale inclusions. In $\perp m$ -orientation the inclusions are aligned in trails sub-parallel to prism planes and mostly spherical. In O^+ -orientation, the clusters of fluid inclusions are smaller and show a lower density of inclusions than in deformed samples.

2.4.4 FTIR measurements and water analysis

The aim of FTIR measurements is to compare the total amount of water in the starting material and in the deformed material after the experiment. Therefore measurements were carried out on regions without visible cracks/ micro-cracks and fluid inclusions. FTIR, is a good method for demonstrating H_2O presence qualitatively and to analyze the speciation. Using the calculations from integrated absorption, FTIR is more semi-quantitative. Therefore, by comparing water contents with each other, we use ranges of thousands (high), hundreds (medium) or tens (low) $H/10^6 Si$ (water content). Table 2 and all pictured FTIR spectra show the exact values of water content calculations. The quartz starting material even in close proximity to fluid inclusions is characterized by flat absorption spectra with a very low absorbency. The water content calculated from these spectra (Table 2) yields low values ($\sim 50 H/10^6 Si$). Some very small bands can be observed at 3378 cm^{-1} , 3301 cm^{-1} and 3199 cm^{-1} (Fig. 4a). Measurements collected directly on fluid inclusions in the starting material (approximately $50\text{ }\mu\text{m}$ - $100\text{ }\mu\text{m}$) reveal an over-saturated spectrum and a broad absorption band in the near infrared region at 5200 cm^{-1} , typical for molecular water (e.g. Stolper, 1982).

Table 2: Representative water concentrations in the starting material, pressurized samples and deformed samples.

Spectra Nr.	Sample thickness (t) [cm]	Broad band integrated absorption A_i [cm⁻¹] 3780 cm⁻¹ - 3000 cm⁻¹	ppm H₂O (wt)	H/10⁶Si
starting material	0.0540	4.531	7	49
starting material	0.0540	6.363	10	69
starting material	0.0247	1.004	4	24
pressurized (151ATH)	0.0436	409.857	820	5470
pressurized (151ATH)	0.0436	1.1502	2	15
pressurized (170ATH)	0.0270	7.6769	25	165
pressurized (170ATH)	0.0270	15.426	50	332
deformed \perp m 900°C (144ATH)	0.0486	97.554	175	1167
deformed \perp m 900°C (144ATH)	0.0486	9.072	16	109
deformed \perp m 900°C (152ATH)	0.0474	40.78	75	501
deformed \perp m 1000°C (238ATH)	0.0196	8.861	89	263
deformed \perp m annealed (199ATH)	0.0229	7.469	28	190
deformed \perp m annealed (199ATH)	0.0229	9.313	35	236
deformed O ⁺ 900°C (182ATH)	0.0145	35.992	216	1443
deformed O ⁺ 900°C (182ATH)	0.0132	12.056	80	531
deformed O ⁺ 900°C (192ATH)	0.0324	36.22	97	650
deformed O ⁺ 1000°C (241ATH)	0.0195	13.343	60	398
deformed O ⁺ annealed (ATH244)	0.0183	1.964	9	62
deformed O ⁺ annealed (ATH244)	0.0183	6.907	33	219

In pressurized samples (not deformed in axial compression) a change in absorption spectra can be observed. These spectra show a rounded broad absorption band (Fig. 4b) in the region between 3000 and 3800 cm^{-1} with its maximum absorption at around 3400 cm^{-1} . These spectra indicate molecular water in inclusions, clusters, and aggregates etc (e.g. Aines and Rossman, 1984; Kronenberg and Wolf, 1990; Nakashima et al.; 1995). The water content varies between several thousands $\text{H}/10^6\text{ Si}$ and very low water contents of only tenth $\text{H}/10^6\text{ Si}$, depending on the fluid inclusion distribution. After deformation, the weak samples (130 MPa - 230 MPa) show another modification in absorption spectra.

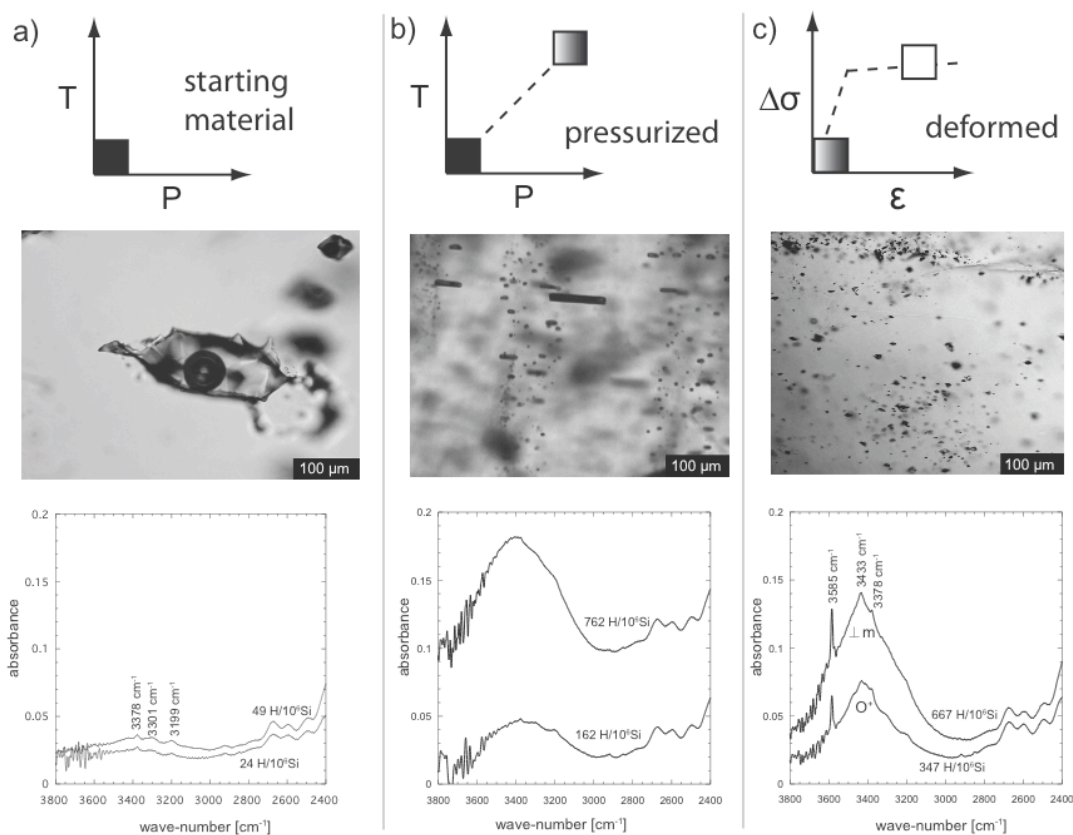


Figure 2. 11: Representative fluid inclusion distribution and FTIR spectra for (a) starting material, (b) pressurized samples and (c) deformed samples. The upper row shows schematically the conditions the sample has. The middle row is showing the size as well as the distribution of fluid inclusions. The last row shows typical FTIR absorption spectra (spot size of $100\text{ }\mu\text{m}$ by $100\text{ }\mu\text{m}$, spectra normalized with respect to each other).

A broad absorption band between 3800 cm^{-1} and 3000 cm^{-1} appears but differs from pressurized samples in that it is more compressed and appears more pointed. Therefore this broad band will be named pointed broad absorption band to distinguish it from the rounded broad absorption band in pressurized samples.

Additionally, a sharp absorption band at 3585 cm^{-1} (Fig. 2.11c) appears in deformed samples. This band is only present in deformed parts and is strongly developed in room temperature measurements (Figs. 2.11, 2.12).

On top of the pointed broad band smaller discrete bands appear at 3433 cm^{-1} and 3378 cm^{-1} (Fig. 7) in deformed regions of samples. Undeformed parts of deformed samples show spectra comparable to the starting material or to pressurized samples dependent in their fluid inclusion distribution (Fig. 2.12 A-A'). The different spectra and their heterogeneous distribution can be well observed in a sample deformed in \perp -m orientation, where the central barreled region is homogeneously deformed.

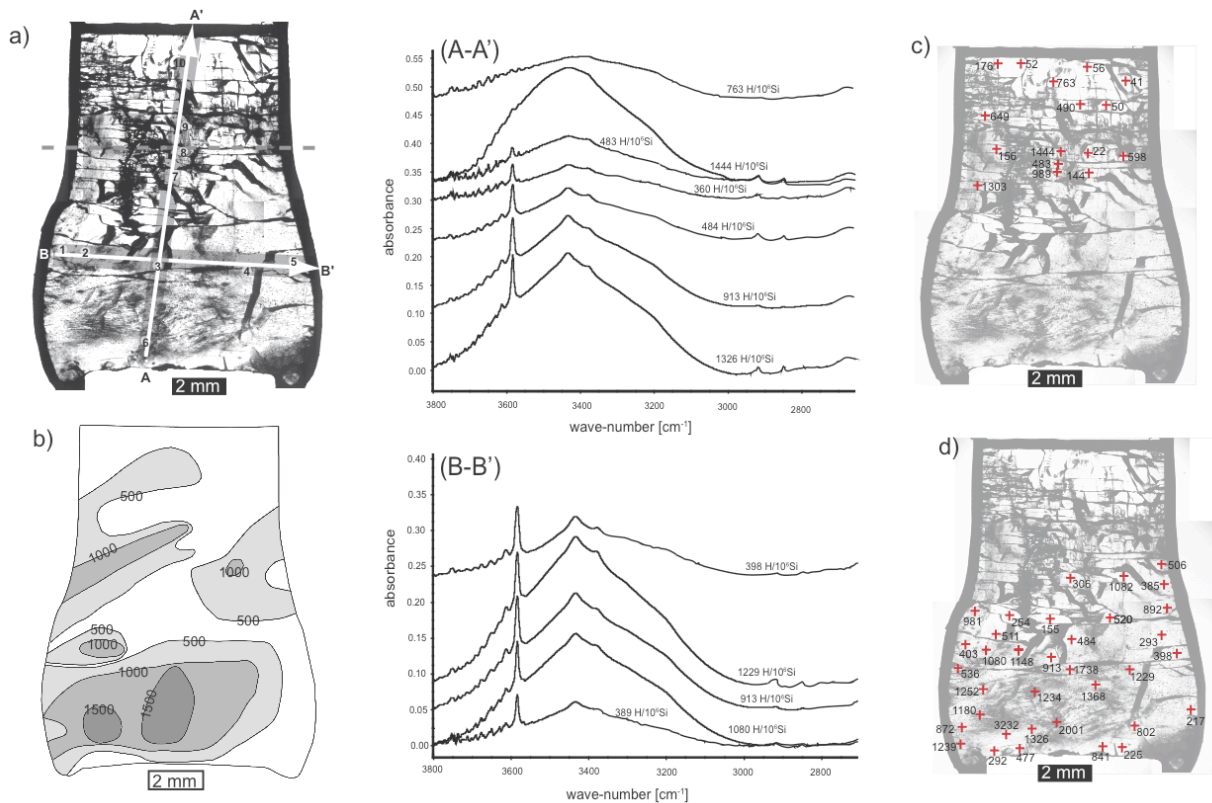


Figure 2. 12: FTIR mapping on a sample deformed in \perp m-orientation (190ATH). a) Thick section of the whole sample encapsulated in a Pt-jacket, showing the fluid inclusion distribution after deformation (grayish clouds) and the profiles of the shown FTIR spectra. (A-A') FTIR profile from bottom to top presents the decrease of the peak at 3585 cm^{-1} . (B-B') FTIR profile from left to right showing the constant appearance of the peak at 3585 cm^{-1} . b) Contour-map. c) Thick section with all point measurements and $\text{H}/10^6\text{Si}$ values where the prominent peak at 3585 cm^{-1} is (strongly) decreased. d) Thick section with all measurements and $\text{H}/10^6\text{Si}$ values where the prominent peak at 3585 cm^{-1} is all time well developed.

In O^+ -orientation the absorption band at 3585 cm^{-1} appears mostly in the region where the crystal is strongly bent and fine scale inclusions and fluid clusters appear (Fig. 2.13). The 3585 cm^{-1} absorption band is less intense or even absent in several other regions of the crystal (Fig. 2.13) and is most likely caused by heterogeneous deformation. We distinguish between spectra containing the prominent band at 3585 cm^{-1} and spectra where the band is absent. Because of the difference in fluid inclusion redistribution, some FTIR spectra show a rounded broad absorption band (very large number of fluid inclusions). Spectra including the sharp band are identical to the spectra in $\perp m$ -orientation and yield medium-level water contents. Spectra without the 3585 cm^{-1} band have very low water contents of around $\sim 40\text{ H}/10^6\text{ Si}$ (Fig. 2.13). High water contents can be observed in spectra showing a rounded broad absorption band due to fluid inclusion measurements.

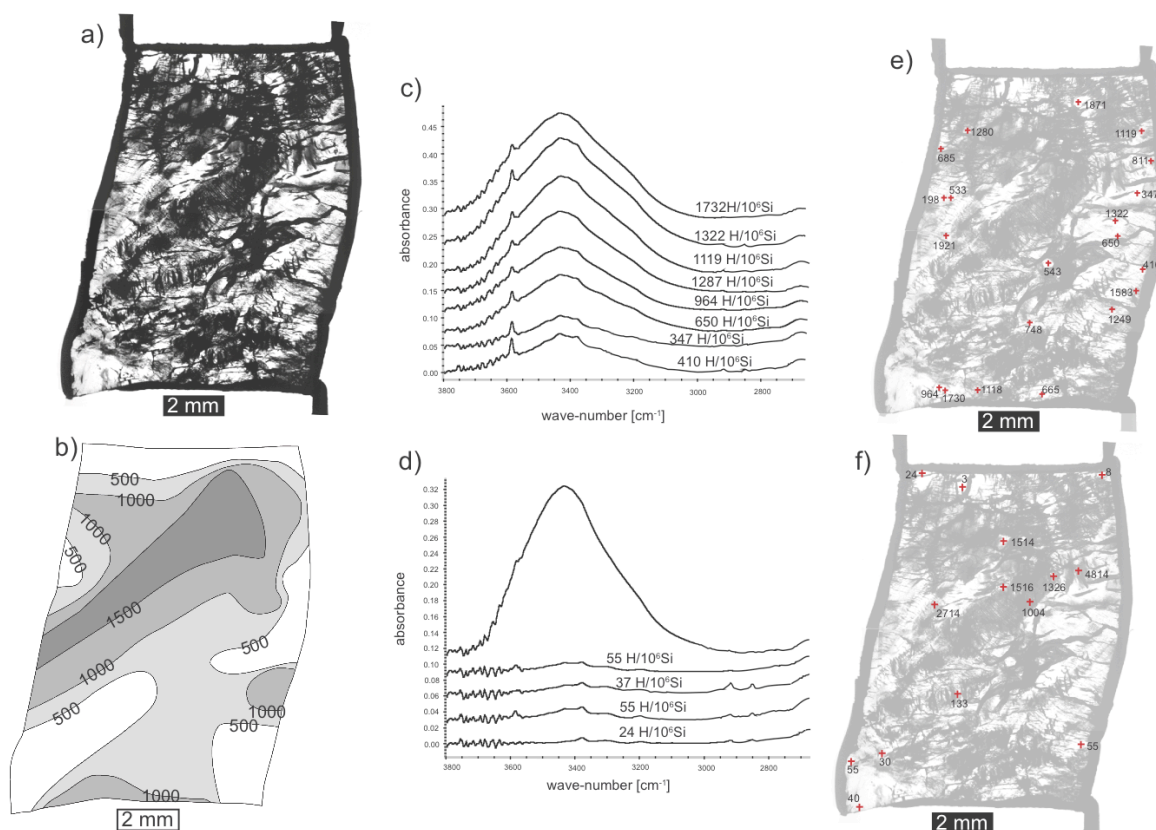


Figure 2. 13: FTIR mapping on a sample deformed in O^+ -orientation (192ATH) a) Thick section of the whole sample encapsulated in a Pt-jacket, showing the fluid inclusion distribution after deformation (black regions). b) Contour-map. c) FTIR spectra for some measurement points in (e) showing the prominent peak at 3585 cm^{-1} d) FTIR spectra for some measurement points in (f) where the peak is decreased or not recognizable anymore. e) Thick section with all measurements and $\text{H}/10^6\text{ Si}$ values where the prominent peak at 3585 cm^{-1} is all time present. f) Thick section with all measurements and $\text{H}/10^6\text{ Si}$ values where the prominent peak at 3585 cm^{-1} is (strongly) decreased.

Additional measurements at lower temperatures on deformed samples were collected (Fig. 2.14). At $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$ the typical ice band in the region of 3220 cm^{-1} appears due to frozen molecular water in inclusions (e.g. Bergren et al., 1978; Aines and Rossman, 1984; Prasad et al., 2006). The ice band is not as distinctive as in literature examples, maybe due to the small size of non-freezable inclusions as the one observed in synthetic quartz crystals (Kronenberg and Wolf, 1990). The discrete band shifts slightly with cooling to 3580 cm^{-1} and becomes more discrete and more intense. The bands at 3434 , 3400 and 3367 cm^{-1} become higher. They are also shifted compared to room temperature analysis (Fig. 2.14).

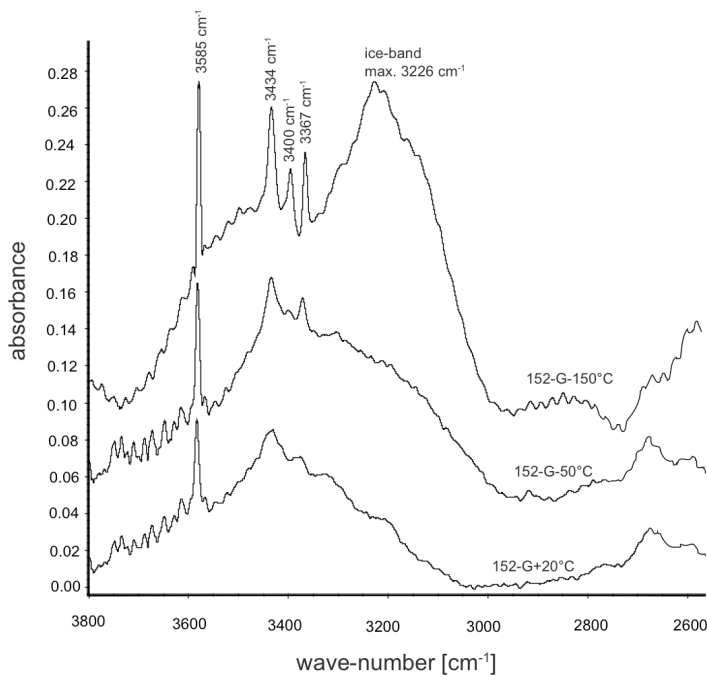


Figure 2. 14: FTIR absorption spectra of deformed material (152ATH) at different temperatures. With decrease in temperature the sharp absorption band at 3585 cm^{-1} shifts slightly to 3580 cm^{-1} (-150°C). Bands in the region between 3500 cm^{-1} and 3300 cm^{-1} become more discrete and the typical ice band at $\sim 3200\text{ cm}^{-1}$ appears.

The total water content after deformation differs between several hundreds of $\text{H}/10^6\text{ Si}$ and several thousands of $\text{H}/10^6\text{ Si}$. In contrast to the more or less homogenized fluid inclusion distribution, the water content is very heterogeneous after deformation (Table 2), depending mainly on the size of fluid inclusions and on the locally acquired strain in a single sample. There is a correlation between water content and local strain (Fig.2.12). Figure 2.12 (B-B') shows that also the intensity of the sharp band at 3585 cm^{-1} increases with increasing deformation. The correlation between the sharp band intensity and deformation rate was only possible in $\perp\text{m}$ -orientation.

Another interesting observation was made in the sample, which shows a higher strength than all the others (Fig. 2.5). With a maximum strength of $\sim 410\text{ MPa}$ this sample is twice as strong as the others. The strength appears to be clearly related to

a considerably smaller number of fluid inclusions. The measured spectra here show the same pointed broad absorption band in deformed regions (obvious by barreling) but with a less intense sharp band at 3585 cm^{-1} (Fig. 2.15). Spectra in non-barreled regions are mainly comparable to the spectra in pressurized samples. Water contents in this sample vary between a few $100\text{ H}/10^6\text{Si}$ and several $1000\text{s of H}/10^6\text{Si}$. Because of the intense cracking it was not possible to collect point measurements in all sample regions.

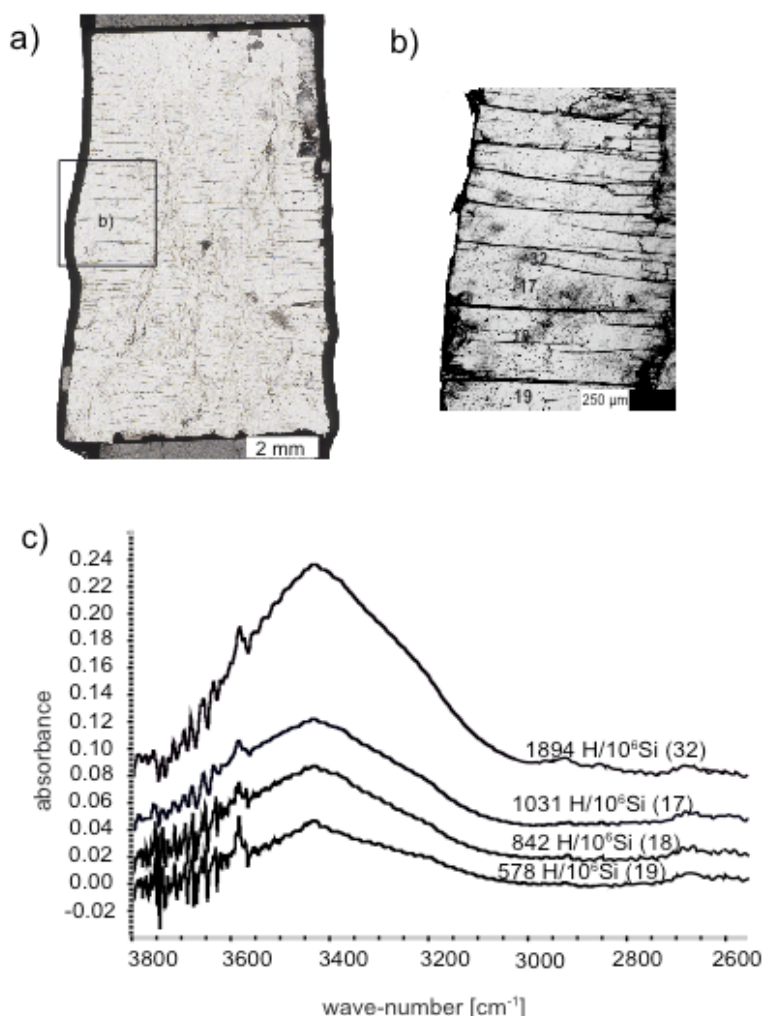


Figure 2. 15: Sample deformed in $\perp\text{m}$ -orientation (181ATH) which yields a higher maximum strength ($\sim 410\text{ MPa}$). a) Shows the whole sample in plane polarized light. The small bulge at the left side is a region where the crystal is deformed most. b) Shows a detail of the deformed part and the fluid inclusion distribution. c) Mechanical data for of this sample. d) FTIR spectra collected in the deformed region (b, $100\text{ }\mu\text{m}$ by $100\text{ }\mu\text{m}$) that show a lower intensity of the band at 3585 cm^{-1} .

In annealed samples (Fig. 2.16) the sharp absorption band at 3585 cm^{-1} decreases substantially compared to the quenched samples, or is even completely absent. The pointed broad absorption band can only be observed at some regions in $\perp\text{m}$ -orientation and turns more and more into a rounded broad band, as is shown by pressurized samples (Fig. 2.11b). In O^+ -orientation spectra with an intense band at 3585 cm^{-1} are extremely rare. There are a lot of fractures in the thick sections of the O^+ annealed

samples so that they have disintegrated into many small pieces. We could obtain only a few spectra but could not carry out a systematic mapping for both orientations. It was only possible to reorganize the pieces for the $\perp m$ -orientation. Water contents in annealed samples vary between several hundreds and several thousands $\text{H}/10^6 \text{Si}$.

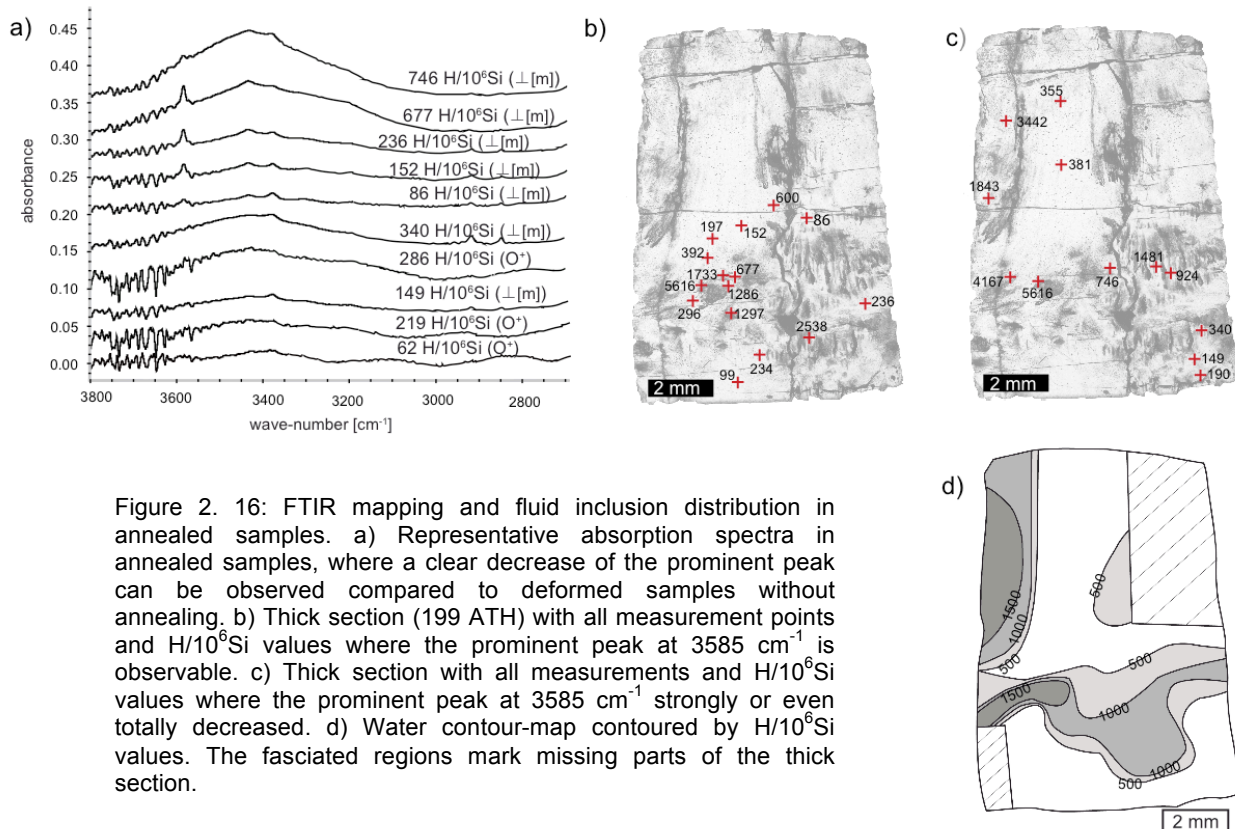


Figure 2. 16: FTIR mapping and fluid inclusion distribution in annealed samples. a) Representative absorption spectra in annealed samples, where a clear decrease of the prominent peak can be observed compared to deformed samples without annealing. b) Thick section (199 ATH) with all measurement points and $\text{H}/10^6 \text{Si}$ values where the prominent peak at 3585 cm^{-1} is observable. c) Thick section with all measurements and $\text{H}/10^6 \text{Si}$ values where the prominent peak at 3585 cm^{-1} strongly or even totally decreased. d) Water contour-map contoured by $\text{H}/10^6 \text{Si}$ values. The fasciated regions mark missing parts of the thick section.

2.4.5 TEM observations

The starting material has a very low dislocation density. Typical values of undeformed regions lie in the range of 10^{-10} m^{-2} . In deformed regions, the dislocation density increase to medium to high values of $\sim 10^{-12}$ to 10^{-14} m^{-2} , and in the deformation lamellae (see below), the dislocation densities may even exceed these values.

The deformation lamellae observed in the light microscope in the O^+ samples appear as regions of high dislocation density in the TEM (Fig. 2.17a,b). The lamellae are parallel to the basal plane, and in the low dislocation density regions, where

individual dislocations can be resolved, they appear to glide in the basal plane (Fig. 2.17b). The dislocation density changes abruptly across the margins of the lamellae without the formation of subgrains or other systematic defect arrays (Fig. 1.17a,b). These observations are similar to those made by Christie et al. (1964) and McLaren et al. 1970. Some cracks, which are subparallel to the [c]-axis, terminate at the lamellae and thus probably have formed during or after the lamellae formation (Fig. 2.17b). Defect arrays commonly are associated with small fluid inclusions, which typically are smaller than 0.1 μm (Fig. 9 c). Some larger pores are located directly in defect arrays (Fig. 2.17d). The close association of these larger fluid inclusions and defect arrays suggests that the pores and defects originate from former microcracks, which have subsequently healed. During the healing process the fluid inclusions are trapped, and defects form as the consequence of the minor incongruence of the lattices during healing. In addition to the larger pores, there are some very small pores (20 – 50 nm) directly associated with dislocations (Fig. 2.17e). Larger fluid inclusions may show some evidence of crack formation associated with the pores (e.g., Fig. 2.17f, at the bottom of the large pore). These pores form typical microcrack-ladder (FitzGerald et al. 1991) arrangements (Fig. 5; mode I cracks formed early during the pumping, see above) and are surrounded by a high dislocation density (Fig. 2.17a,f). The dislocation density decreases systematically away from the zones of the microcrack-ladders and their crack and fluid inclusions trails (Fig. 2.17g).

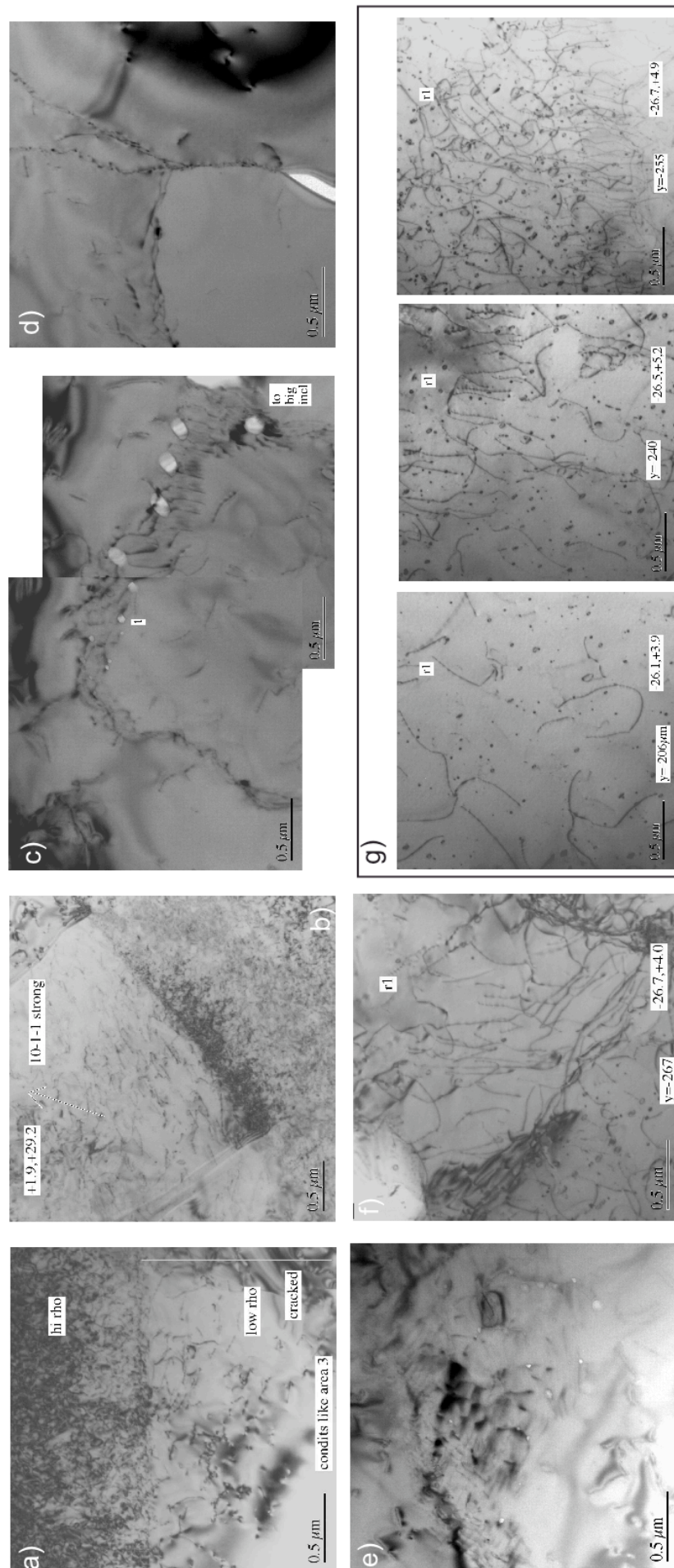


Figure 2. 17: a,b) TEM bright field of deformation lamellae in O+ sample. Dislocation densities range from low values to high values of $\sim 10^{-12}$ to 10^{-14} m^{-2} in localized regions. c) Bubbles ($> 0.1 \mu\text{m}$) are associated with defect arrays and most likely represent healed cracks. d) Large elongated pores are located directly in defect arrays. e) Very small pores ($20 - 50 \text{ nm}$) can be directly associated with dislocations. It is unclear whether these pores originate from crack healing or represent H_2O released from dislocations. f) Larger fluid inclusions (pores – white in NW corner) are associated with healed crack (extending to the SSE from pore). g) The dislocation density decreases systematically away from the zones of the microcrack-ladders and their crack and fluid inclusion trails. The crack is to the right hand side of the high dislocation density. Images are taken over a distance of $\sim 50 \mu\text{m}$.

2.5 Discussion

2.5.1 Crystal plastic deformation

The absence of sample-scale fractures with noticeable offset, the sample shapes after deformation, and the strong increase in dislocation density indicate clearly that the bulk of the sample deformation took place by crystal plastic deformation. As very little recrystallization is observed, most of the plastic sample strain appears to be achieved by dislocation glide with limited recovery.

The shape of the samples after deformation is consistent with the type of slip systems activated. The $\perp m$ samples are deformed in the region of the thermocouple position (the highest temperature region of the crystal during the experiment) in a \pm symmetric way (Figs. 2.6 ,2.12). The sample bulge occurs normal to the [c]-axis, whereas there is no measurable length change in the direction of the [c]-axis, indicating that the two slip systems favorably oriented for slip have been activated (prism $\langle a \rangle$ slip). Samples in O^+ -orientation show the shear displacement and sample shortening consistent with basal $\langle a \rangle$ slip without apparent activation of prism [c] slip (see chapter microstructures).

The samples strengths (Fig. 2.5) are comparable to polycrystalline samples of Black Hills Quartzite at the same experimental conditions (Hirth & Tullis 1992, Heilbronner und Tullis, 2002, Stipp et al., 2006) and stronger than synthetic single crystal experiments (e.g. Baëta and Ashbee, 1970, Kekulawala et al., 1981, Linker & Kirby, 1981, Blacic and Christie, 1984, Muto et al., 2010) and primarily deformed by crystal plastic deformation. The fact that there are some cracks associated with the deformation and that deformation in samples $\perp m$ is localized in the warmest region of the crystal and that only little recovery accompanies the deformation suggest that the deformation represents low temperature plasticity. Thus, quartz plasticity at 900°C, 1.0 GPa to 1.5 GPa at 10^{-6} s^{-1} are conditions where full plasticity in undeformed quartz commences. Recrystallized material appears to show different features (see chapter 4 and 3).

2.5.2 Water redistribution during sample pressurization and deformation

The original starting material is a milky quartz with a high but very heterogeneous density of fluid inclusions. The measured water contents of the starting material between fluid inclusions shows that the quartz itself shows H₂O-contents of ~50 to 70 H/10⁶SiO₂ (Table 2) so that this material can be considered as “dry”. The H₂O content of pressurized and deformed samples is mainly present as molecular water from fluid inclusions documented by broad FTIR absorption bands (rounded and pointed). These measurements were made in somewhat milky regions but avoiding visibly cracked regions. The fact that we obtain a rounded broad absorption band in pressurized samples and by measuring inclusions in the starting material indicates that this kind of broad band is due to molecular water in fluid inclusions as described in previous studies by e.g. Aines and Rossman, 1984, Aines et al., 1984, Kronenberg and Wolf, 1990). Thus, in pressurized samples the molecular water is distributed from fluid inclusions further into smaller inclusions and portions of the crystals, which previously were dry.

The water transport has been facilitated by decrepitation of fluid inclusions as can be seen in pressurized samples (Fig. 2.8). The process of cracking, fluid wetting of the crack surface, subsequent healing and formation of small neonate inclusions can be shown in the pressurized samples, very similar to Tarantola et. al (2010). Thus, during pressurization the distribution of the fluid inclusions changes to a much finer and more widespread distribution of H₂O within the sample (Fig. 2.18).

It is important to note that the quartz material before it is deformed already differs from the starting material. There is a strong decrease in fluid inclusions size, a more homogenized distribution of fluid inclusions, a smaller distance between the inclusions as well the appearance of micro-cracks as pathway for fluids, creating quartz material which is more homogeneously “wetted” and that can be more easily deformed. This change in fluid inclusion redistribution causes also the change in FTIR absorption spectra (Fig. 18). Kronenberg et al. (1986) demonstrated that H₂O infiltration into quartz grains was only achieved through microcracks and not by diffusion. In natural samples, Bakker and Robinson (1984) showed that fluid inclusions in hydrothermal- and granitic quartz may rupture over a temperature range from 100 to 550 °C and that there is a significant amount of water released at the alpha-beta transition. Therefore, the combination of micro-cracking, high temperature, and fast crack healing induces a fast distribution of water in quartz

(Kronenberg et al. 1986), and this process may also be important in nature.

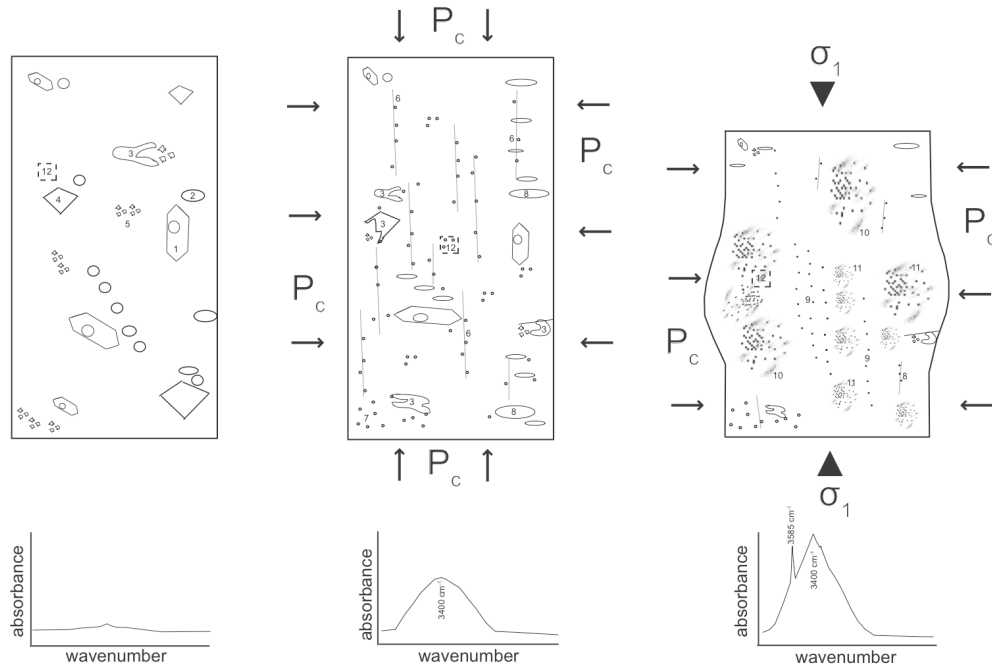


Figure 2. 18: Schematic drawing of fluid inclusion redistribution and change in FTIR absorption spectra in a) starting material, b) pressurized samples and c) deformed samples.

2.5.3. Fluid inclusions, water distribution, and deformation interaction

In $\perp m$ -orientation it can be seen that the redistribution of fluid inclusions takes place where the sample deforms most by barreling. This orientation makes it easy to distinguish between the deformed and undeformed parts of the sample and the correlation of distributed H_2O concentration and deformation is apparent (Fig. 2.12). The O^+ -orientation samples achieve a different distribution of deformation and fluid inclusion distribution and the correlation between deformation and fluid distribution is less obvious (Fig. 2.13). But if we use all observations made for the $\perp m$ -orientation and the O^+ -orientation, it becomes obvious that regions where fluid inclusion trails and fluid clusters, fine scale inclusions, and milky regions of distributed fluid inclusions occur coincide with regions where plastic deformation occurs.

In the TEM, fluid inclusions are associated with arrays of dislocations (Fig. 2.17). Some disordered dislocation arrays connected with larger fluid inclusions appear to have formed from healed microcracks (Fig. 2.17c,d). The dislocations form from a small incongruence of the crystal structures on both sides of the crack during the healing process. Some of the very small fluid inclusions associated with single dislocations (Fig. 2.17e) may have been released fluid directly in or attached to the dislocations, and the dislocation arrays may in such cases be true subgrain boundaries. In any case, some of the dislocations generated from crack healing are glissile after their formation which is indicated by the decreasing dislocation density further away from the healed cracks (Fig. 2.17g). Thus, dislocations are introduced by microcracking during attaining the experimental conditions and subsequently by the deformation, and these dislocations are important agents of the plastic deformation.

There seems to be a correlation between [c]-axis misorientation and fluid inclusion arrays. The highest [c]-axis misorientation in $\perp m$ samples occurs between single fluid inclusion trails. Also in O^+ samples, high [c]-axis misorientations occur in regions where fluid inclusion trails and fine fluid clusters are concentrated. Based on the water concentrations, the regions with extremely high water contents (thousands of $H/10^6$ Si) are regions where deformation is localized.

2.5.4 H₂O speciation

The pointed broad absorption band appears only in deformed samples. A distinction between different types of broad absorption bands has not been systematically been made before. The rounded and the pointed broad absorption band are named broad absorption band in the literature (Aines and Rossman, 1984, Rovetta, 1989, Kronenberg, 1994). The broad absorption band we termed “rounded broad band” were described by Kekulawala et al. (1981) and by Kronenberg and Wolf (1990) and were observed in milky quartz which is comparable to absorption spectra of molecular water. Rovetta et al. (1986), for example, showed the appearance of a broad absorption band that we named “pointed broad band” in fractured quartz samples. The cooling stage analyses, where the molecular water in fluid inclusions freezes and forms the ice band in the wavenumber region at 3200 cm^{-1} (Kronenberg and Wolf, 1990) testify to the presence of molecular water in fluid inclusions (Fig.

2.14). The ice band does not form in very small inclusions of thus non-freezable water, containing only several hundreds of molecules of water trapped within the quartz (Kronenberg and Wolf, 1990). The pointed broad band occurs in the same region where most OH-bands occur. The discrete bands are particularly clear at $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$. The bands indicate O-H defects or some other defects like alkali- or Al^{3+} -defects. The bands at 3433 and 3367 cm^{-1} are due to Al^{3+} defects which are well describe by Kats (1962). The band at 3400 cm^{-1} can be assigned to an H^{+} - or Na^{+} -defect as proposed by Kats (1962). These bands are only prominent at -150°C and weaker at room temperature measurements (Fig. 2.14).

Thus, the pointed broad band forms in the place of OH-bands as a weak broad absorption band. The change in absorption spectra after deformation, in non-freezable fluid inclusions of very small size and the appearance of sharp bands suggest that the OH-bands are water-related defects generated by deformation processes. We suppose that the pointed broad band is due to O-H defects in the crystal structure that are very strong in absorbency and lead to a compression of the rounded broad absorption band. These O-H defects occur in combination with deformation and dislocations.

Of great interest is also the discrete band at 3585 cm^{-1} which is prominent in room temperature measurements. The observed absorption band at 3585 cm^{-1} seems to be strictly correlated with crystal plastic deformation. The sharp absorption band at 3585 cm^{-1} is observed in $\perp\text{m}$ -orientation only in the deformed parts (Fig. 2.12). In O^{+} -orientation the sharp band shows up in the regions where the sample bulges and where the fine redistributed fluid inclusions, fluid trails and fluid clusters form (Fig. 2.13). We consider that the sharp band in $\perp\text{m}$ -orientation is related to plastic deformation. Therefore its absence in O^{+} - oriented experiments would be an indication of less or no plastic deformation. Undeformed regions in a deformed crystal as well as pressurized samples never show this band. A higher sample strength leads to a decrease of the band and annealed samples also show a decrease of the sharp band at 3585 cm^{-1} , compared to spectra of deformed samples. Some parts in crystals which have been plastically deformed but subsequently annealed do not show the sharp band anymore (Fig. 2.16). This absorption band was already reported in experimental and natural studies (e.g. Kekulawala et al. 1978, Aines and Rossman, 1984, Kronenberg and Wolf, 1990) and some authors gave suggestions for its origin (Halliburton et al., 1981; Cordier and Doukhan, 1991; Rovetta et al., 1986, Niimmi et al., 1999, Gleason and DeSisto,

2008). In general, higher wave number bands are due to isolated Si-OH and lower bands to hydrogen-bonded Si-OH (Kronenberg, 1994). Studies on chalcedony by Frondel (1982) found that this band is Si-OH located at a structural defect. Halliburton et al. (1981) claim that the band is due to O-H molecules stabilized in defect configurations that had not yet been identified. Rovetta et al. (1986) observed a band at 3580 cm^{-1} but only in annealed samples due to micro-cracking. Niimi et al. (1999) remarked a sharp band at 3596 cm^{-1} in annealed quartzite and concluded that it is due to a Al(H) type defect. Also Gleason and DeSisto (2008) documented a band at 3596 cm^{-1} in mylonitic quartz. However, there is no clear and overall interpretation for this sharp band that appears here only in the crystal plastically deformed parts of the crystal, increases with deformation at higher temperatures (Figs. 2.12, 2.13, 2.19), and weakens by strength increase and annealing (Figs. 2.15, 2.16, 2.19). The defect associated with this absorption band certainly is a water- related defect in the crystal structure. An association to dislocations can be suggested because of its decrease or even disappearance during annealing (Fig. 2.16) and its increase at $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Fig. 2.19) deformation, and its presence only in plastically deformed regions (Fig. 2.12). Maybe alkaline defects that lead to the occurrence of sharp bands could be a possibility to explain its presence. Nevertheless, the sharp band at 3585 cm^{-1} is a clear indication for crystal plastic deformation induced by fluid inclusion redistribution. Regions where the pointed broad absorption band and the sharp band at 3585 cm^{-1} occur invariably are regions of strong deformation. It may be that this correlation indicates that not the water concentration itself but more the distribution and the water species are relevant to facilitate plastic deformation.

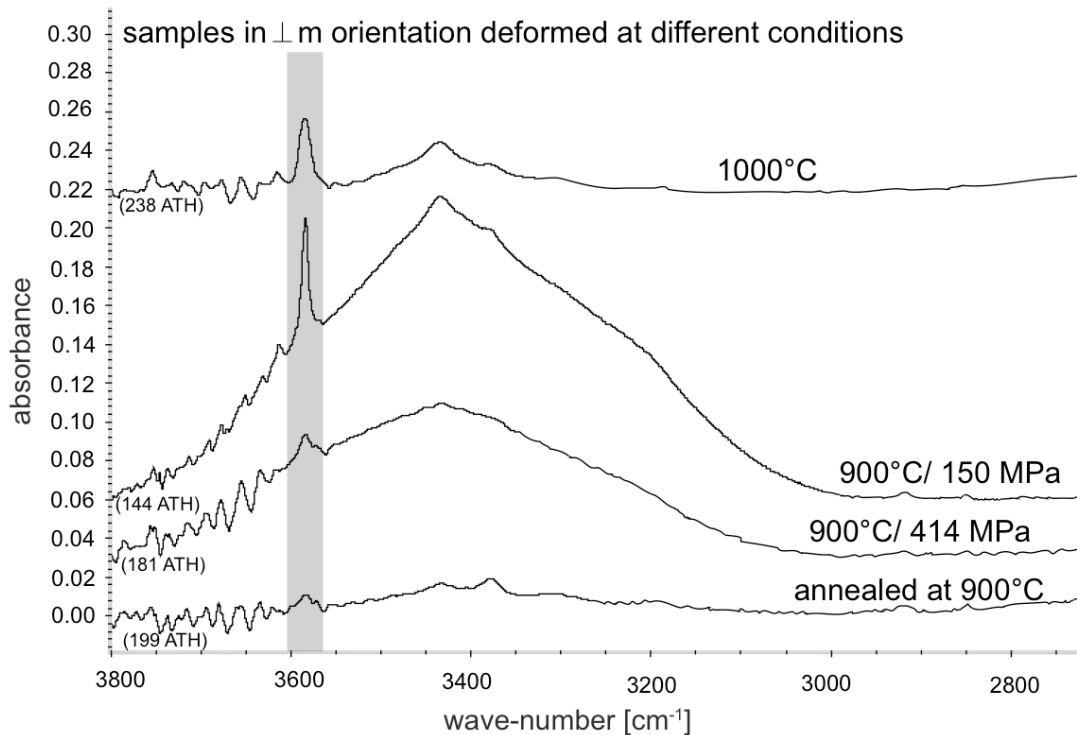


Figure 2. 19: Comparison of FTIR absorption spectra of samples deformed in $\perp m$ orientation at different conditions. Showing the difference of the spectra at different conditions. Top at 1000°C where the sharp band at 3585 cm^{-1} has a higher intensity compared to the pointed broad absorption band. Below the typical spectra at 900°C that shows a pointed broad absorption band and the peak at 3585 cm^{-1} compared to the spectra of the sample deformed at 900°C but with a higher strength of ~ 410 MPa where the broad band appears more rounded and the sharp peak decreases. The annealed sample shows a spectra mostly comparable to the starting material and a blurry band at 3585 cm^{-1} .

2.5.5 Implication for water weakening

The most important process for crystal plastic deformation in natural crystals is micro-cracking induced by fluid inclusion decrepitation combined with water leakage (Kronenberg et al., 1986; Bakker and Jansen, 1990; Bakker and Jansen, 1991; FitzGerald et al., 1991; Bakker and Jansen 1994). High temperature leads to fast crack healing and fluid inclusion re-equilibration, redistribution and formation of neonate fluid inclusions (Diamond et al., 2010; Tarantola et al., 2010; Tarantola et al., 2011 subm.). Therefore this material with strengthens between 130 and 230 MPa can deform easily effected by water weakening. However, not the total amount of water itself is important, but more likely the way, how it is distributed and how the micro-cracking builds up the pathway for water through the crystal (Kronenberg et al., 1986). The water leakage from fluid inclusions influences the crystal plasticity and the low strength of the material. Like Cordier et al. (1994) reviewed, there are lot

of processes that invoke water-leakage: 1) decrepitation of fluid inclusions, 2) plastic deformation itself and 3) diffusion of water out of fluid inclusions. Decrepitation and the associated micro-cracking is necessary to cause the leakage of water and is therefore a pre-cursor for crystal plastic deformation (FitzGerald et al., 1991; Tarantola et al., 2010). Temperature, pressure and increasing differential stresses contribute to subsequent water-leakage. These processes create such fine inclusions like in synthetic quartz and only these tiny inclusions are the driving force for the weakening process in quartz. Kekulawalla et al. (1978) correlate the low strength of quartz with the gel-type (broad band) absorption and not with the ice band or sharp absorption bands from structurally-bound water. The presented data set shows that the sharp band at 3585 cm^{-1} is always present in samples with a low strength and decreases with increasing strength and with annealing. So we state that the band can be correlated with low strength and therefore with water weakening effects.

As mentioned by e.g. Gerretsen et al. (1993) the deformation of “wet” synthetic quartz is associated with the dislocation nucleation due to water inclusions. For natural milky quartz we can reveal that the redistribution of the fluid inclusions, to a very fine scale, is the important driving force for deformation and weakening. The dislocation nucleation is either connected to fluid inclusion decrepitation and re-equilibration or to micro-cracking (Kronenberg et al. 1986, FitzGerlad et al. 1991).

2.6 Conclusions

We conclude that:

- 1: The low strength of the milky quartz is due to the redistribution of fluid inclusions and water-related defects in the crystal structure, which occurs already during sample pressurization.
- 2: FTIR absorption bands show the difference between water species and water-related defects. A rounded broad absorption band is due to the presence of only molecular water whereas a pointed broad absorption band in deformed samples is stronger influenced by water-related defects.
- 3: The sharp absorption band at 3585 cm^{-1} , appearing only in deformed regions of the quartz crystal, can be correlated to crystal plasticity and water weakening.

4: The total amount of water, measured by FTIR integrated absorption, is not the major cause for low strength in this material. The more important factor is the way, how the water from fluid inclusions redistribute through the crystal.

5: Changes in [c]-axis orientations occur where the crystal shows a homogenized fluid inclusion distribution and mostly medium water contents. Highest [c]-axis misorientations are spatially correlate with fluid inclusion trails.

Kapitel 3

Deformationsexperimente

Alle Deformationsexperimente wurden in einem Griggs-Typ Deformationsapparat durchgeführt. Die unterschiedlich präparierten Quarzeinkristallproben ($\perp m$, O^+) wurden für die Deformation in spezielle Probenanordnungen aus mehreren Einzelteilen eingebaut und wurden bei unterschiedlichen Temperatur- und Druckbedingungen verformt. Änderungen in der Probenanordnung als auch Variationen der experimentellen Bedingungen (Umschließungsdurch, Deformationstemperatur) werden in diesem Kapitel genauer beschrieben. Ebenso wie die Auswertung der mechanischen Daten und einzelne Besonderheiten, welche im Rahmen der Deformationsexperimente auftraten. Ausserdem werden die ausgewerteten mechanischen Daten diskutiert und interpretiert.

3.1 Experimenteller Aufbau

3.1.1 Deformationsapparat

Alle Experimente wurden an der Universität Basel (bis 2007) und ab 2008 an der Universität Tromsø in einem modifizierten Griggs-Typ Deformationsapparat (Griggs 1967, Abb.3.1) durchgeführt. Die Deformation erfolgte in axialer Kompression unter Hochdruck- und Hochtemperaturbedingungen. Der Apparat verfügt über ein internes Heizsystem (Graphitofen). Durch Öldruck wird der hydraulische Druckzylinder nach unten bewegt (Abb. 3.1) und baut so den Umschließungsdruck ($\sigma_3=\sigma_2$) auf. Zu Beginn des Experimentes geschieht dies mit Hilfe einer Handpumpe und wird nach ca. 100 MPa bis 150 MPa von einem automatischen Pumpsystem übernommen. Die Kompaktion der gesamten Deformationszelle (Kapitel 3.1.2), die mit der Erhöhung des Umschließungsdruckes einhergeht, wird durch eine Millimeter-Anzeige gemessen (Abb.3.1). Der innere Stempel für die Deformation, der den gerichteten Druck (σ_1) aufbaut wird mittels eines Elektromotors, gekoppelt mit einem Zahnradgetriebe, bewegt (Abb. 3.1).

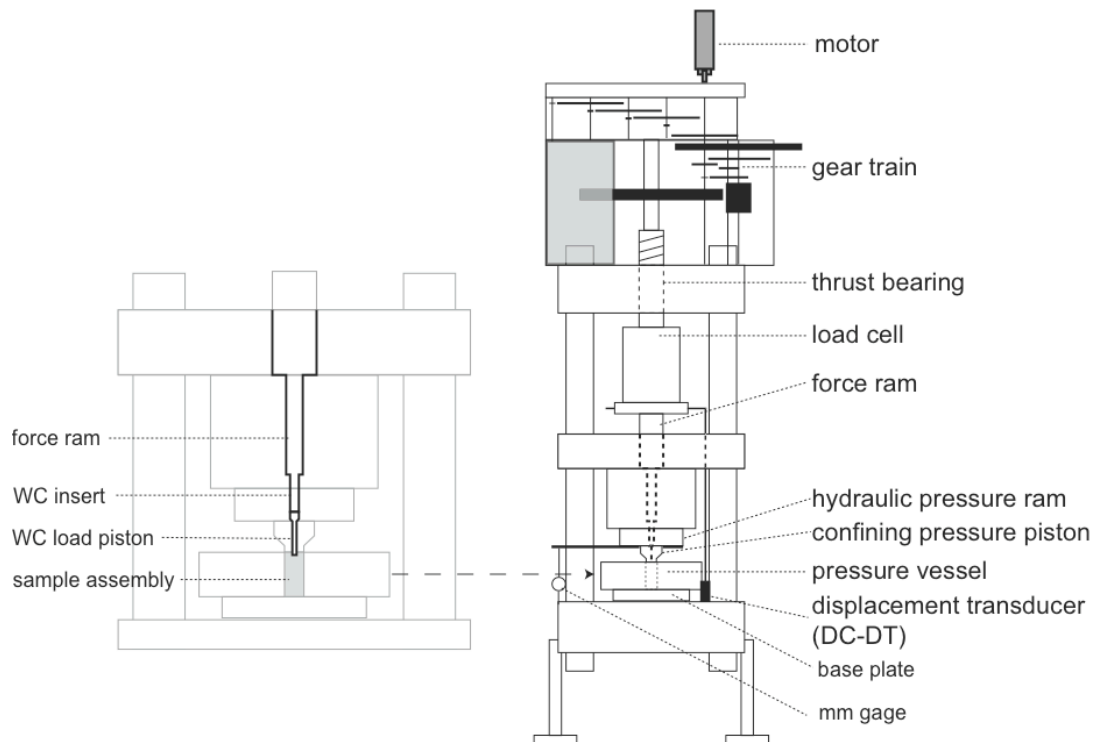


Abbildung 3.1: Rechts Deformationsapparat mit Beschriftung der einzelnen Bauteile (modifiziert nach Holyoke and Kronenberg 2010) von oben nach unten – Zahnradübersetzung, Axialdrucklager, Kraftmessdose, Deformationsstempel, hydraulischer Druckstempel, Umschließungsdruckstempel, Druckzelle, Gleichstrom Differentialtransformator, Basisplatte, mm-Anzeige. Links der axiale Deformationsstempel (force ram) im Detail (WC – Wolframcarbid, WC Einsatz, WC Kraftstempel, Probenanordnung).

Während der Experimente werden die Zeit, Öldruck für den Manteldruck, Last des Deformationsstempels und der Stempelweg mit einem Linienschreiber aufgezeichnet. Die Last des Deformationsstempels wird von der Kraftmessdose (load cell) registriert. Der Umschließungsdruck wird über den hydraulischen Öldruck gemessen und für die Fläche des σ_3 -Stempels als Druck umgerechnet. Der Stempelweg wird von einem Gleichstrom Differentialtransformator (direct current differential transformer, DCDT) aufgezeichnet. Ab Experiment 181 ATH wurden nahezu alle Daten zusätzlich mit dem Computerprogramm LabVIEWTH digital aufgezeichnet.

3.1.2 Probenpräparation und -Orientierung

Um möglichst gleiches Probenmaterial für die Experimente bereitzustellen, wurde eine homogen erscheinende Zone von ca. 6 cm Dicke, aus einem ca. 60 cm langen Einkristall herausgeschnitten und nur dieses Material verwendet (Appendix C). Die zylindrischen Quarzproben wurden mit Hilfe eines Diamanthohlbohrers aus dem Probenmaterial entnommen und haben einen Durchmesser von ~ 6.5 mm. In der Länge variieren die Proben zwischen 10 mm und 13.5 mm (Tabelle 3.1). Die Probenenden wurden planparallel senkrecht zur Zylinderachse poliert.

Um unterschiedliche Gleitsysteme im Kristall zu aktivieren, wurde das Ausgangsmaterial in zwei speziellen Orientierungen präpariert: Eine Orientierung hat die Zylinderachse normal zu einer der Prismenflächen ($\perp m$), um Prismen $\langle a \rangle$ Gleiten auf zwei symmetrisch angeordneten Prismenflächen zu aktivieren, die andere Orientierung hat die Zylinderachse 45° zur $[c]$ -Achse und 45° zu einer $\langle a \rangle$ Richtung (O^+), um basales $\langle a \rangle$ Gleiten, sowie Prismen $\langle c \rangle$ Gleiten auf zwei symmetrisch angeordneten Prismenflächen zu aktivieren (Abb. 3.2).

Mit Hilfe des Schmidfaktors kann die aufgelöste Scherspannung für ein Gleitsystem berechnet werden (Poirier, 2005). Für die symmetrischen Prismen- $\langle a \rangle$ -Systeme ($\perp m$ -Orientierung) beträgt der Schmidfaktor jeweils 0.43, für das basale $\langle a \rangle$ Gleitsystem (O^+ -Orientierung) erhält man den maximalen Schmidfaktor von 0.5 (für ideal präparierte Proben).

Da der Quarzkristall natürlich gewachsen ist, war eine aufwendige Präparation notwendig (Appendix C), um die gewünschten Orientierungen zu erhalten und war nur mit unter geringen Abweichungen von der Idealorientierung möglich. Zusätzlich mussten von den ursprünglich zylindrischen Proben nach dem Experiment Dünnschliffe präpariert werden, wobei zusätzliche Abweichungen von der Idealorientierung von einigen Grad auftreten. In $\perp m$ -Orientierung beträgt die Abweichung der $[c]$ -Achse zur Idealorientierung nach der Deformation ca. 5° . In O^+ Orientierung weicht die $[c]$ -Achse nach der Deformation teilweise bis zu 23° vom Ideal ab (Abb.3.2). Diese Abweichungen wurden jeweils anhand von EBSD-Messungen der deformierten Proben bestimmt.

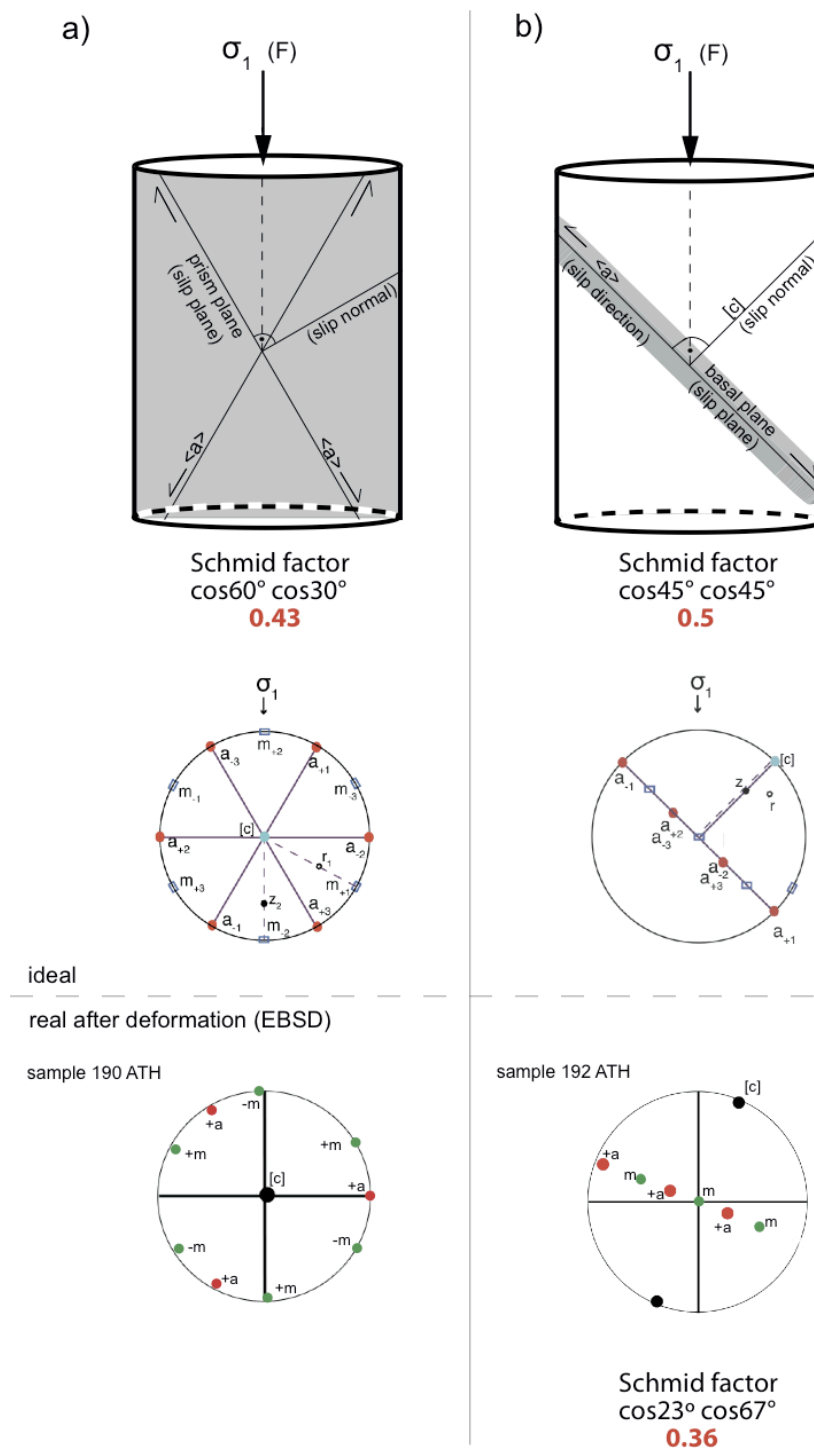


Abbildung 3.2: Schematische Darstellung der Quarzzylinder mit entsprechenden Gleitebenen und Gleitrichtungen. Dazu die jeweilige ideale stereographische Darstellung a) $\perp m$, b) O^+ . Im unteren Teil der Abbildung sind stark schematische Polfiguren (EBSD) nach der Deformation, an Beispielen dargestellt.

3.1.3 Probenanordnung

Die Probenanordnung setzt sich aus mehreren Einzelteilen zusammen (Abb.3.3). Dabei befindet sich die Quarzprobe, umhüllt von einem Platin-Mantel von 0.15 mm Wandstärke, in der Mitte der Deformationszelle. Der Pt-Mantel ist an den Enden dosenartig verschweißt, um sicherzustellen, dass sich die Probe in einem geschlossenen System befindet. Während des Verschweißens wurde eine erste Probenserie gekühlt, um ein Aufheizen und dabei mögliches Dekrepitieren der Flüssigkeitseinschlüsse zu vermeiden (gekühlt mit N_2 oder H_2O , H_2O 143 ATH bis 157 ATH, N_2 168 ATH bis 207 ATH und 230 ATH). Eine weitere Probenserie (228 ATH, 233 ATH bis 254 ATH) wurde mit einem Lambert-Punktschweißgerät unter Argonspülung und sehr kurzen Schweißzeiten verschweißt, was lediglich zu Erwärmungen bis ca. 40° in der Probe führt und somit die mögliche Dekreпитierung von Einschlüssen und Verdunstung von Flüssigkeit massiv reduziert. Trotz der geringen Wärmenetwicklung wurde auch hier zusätzlich mit Wasser gekühlt.

Das Heizen der Probe während des Experimentes erfolgt durch einen Graphitofen (stabilisiert zwischen zwei Pyrophyllitrohrchen, $l = 35.5 \text{ mm}$). Zur Herstellung eines elektrischen Kontaktes zum Graphitofen, befinden sich an dessen Enden je eine Kupfer-Scheibe ($\sim 1 \text{ mm}$ dick). Mit einem Pt—Pt/Rh10% Thermoelement (S-Typ - Appendix F) wurde die Temperatur gemessen, und mit einem Eurotherm PID-Regler gesteuert. Die Spitze des Thermoelementes ist ca. 6.5 mm lang, liegt auf dem Pt-Probenmantel auf. Vor Beginn des Experimentes sollte das Thermoelement die Probe nicht berühren (Abstand ca. 0.1 mm). Als Umschließungsmedium, innerhalb des Ofens sowie außerhalb des Ofens, dient NaCl. Diese Teile wurden eigens im Labor aus $> 99.5\%$ reinem NaCl gepresst.

Als Stempelmaterial für die Deformation der Probe diente Al_2O_3 (Stempeldurchmesser 6.35 mm), das auf die notwendige Länge (zum Positionieren des Thermoelementes auf die Mitte der Probenlänge) geschnitten, und an den Enden planparallel geschliffen wurde. Leider war es nicht immer möglich, das Thermoelement exakt in die Mitte der Probe zu platzieren, so dass der thermische Gradient während des Experimentes nicht immer symmetrisch über die Probe verteilt war und die Deformation an jeweils einem Ende der Probe konzentriert war (z.B. Abb. 3.11). Die Stempel passen in die verschweißten Enden des Pt-Mantels und liegen plan auf den Quarzproben auf, um Spannungskonzentrationen in den Proben zu vermeiden.

In den Experimenten 203 ATH, 205 ATH und 238 ATH bis 254 ATH wurde eine zusätzliche NaCl-Pille zwischen die oberen Al_2O_3 -Stempel gelegt, um die Quarzprobe während der Erhöhung des Umschließungsdruckes besser zu schützen (genauer in Kapitel 3.3.1). Die Probe mit den Al_2O_3 -Stempeln ruht auf einem Wolframcarbidstück an der Basis der Probenanordnung (Abb. 3.3), umgeben von einem ungebrannten Pyrophyllitstück und porösem Weichmagnesia für die Durchführung des Thermoelementes (Abb. 3.3). Am oberen Ende der Deformationszelle befindet sich ein Bleistück mit einer Dicke von 7 mm bis 8 mm, durch das der Umschließungsdruck gleichmäßig auf die Probenanordnung übertragen werden soll (hydrostatischer Spannungszustand zu Beginn des Experimentes vor der Deformation).

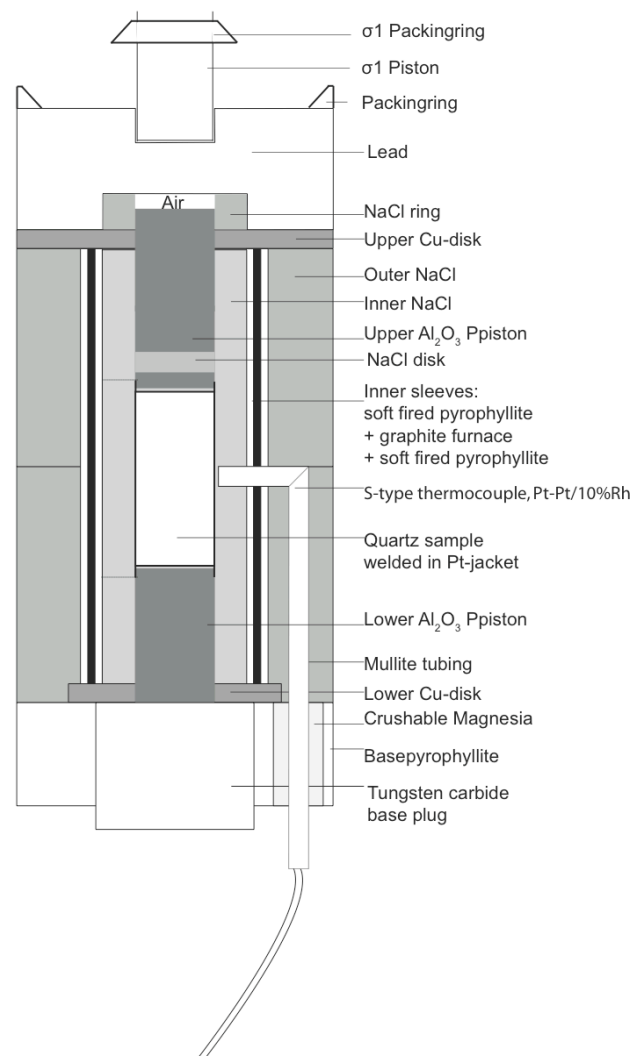


Abbildung 3.3: Probenanordnung in der Druckzelle mit allen einzelnen Bestandteilen v.o. n.u. Dichtungsring, Deformationsstempel, Dichtungsring, Blei, NaCl-Ring, obere Kupferscheibe, äusseres NaCl, inneres NaCl, oberere Al_2O_3 Stempel, NaCl-Pille, mittlerer Al_2O_3 Stempel, innere Umhüllung – schwach gebranntes Pyrophyllit, Graphitofen, S-Typ Thermoelement, Quarzprobe eingeschweisst in Pt-Mantel, unterer Al_2O_3 Stempel, Mullit Röhrchen, untere Kupferscheibe, Weichmagnesia, Basispyrophyllit, Wolframcarbid Basisstück.

3.2 Experimentelle Bedingungen

Die Wahl der experimentellen Bedingungen hatte das Ziel, den Kristall plastisch zu verformen. Dazu wurde, mit Ausnahme eines Experimentes (152 ATH), eine konstante Vorschubgeschwindigkeit des Deformationsstempels von ca. 10^{-5} mm/s gewählt, was in einer Verformungsrate (strain rate) von ca. 10^{-6}s^{-1} resultiert (genaue Raten in Tabelle 3.1). Die Experimente fanden unter Temperaturen von 700°C, 800°C, 900°C und 1000°C sowie Umschließungsdrucken (P_c) von 700 MPa, 1000 MPa und 1500 MPa statt (Tabelle 3.1). Die unterschiedlichen Temperaturen und Drucke führen dazu, dass die Experimente sowohl im α -Quarz Stabilitätsfeld als auch im β -Quarz Stabilitätsfeld stattfanden (Abb. 3.4).

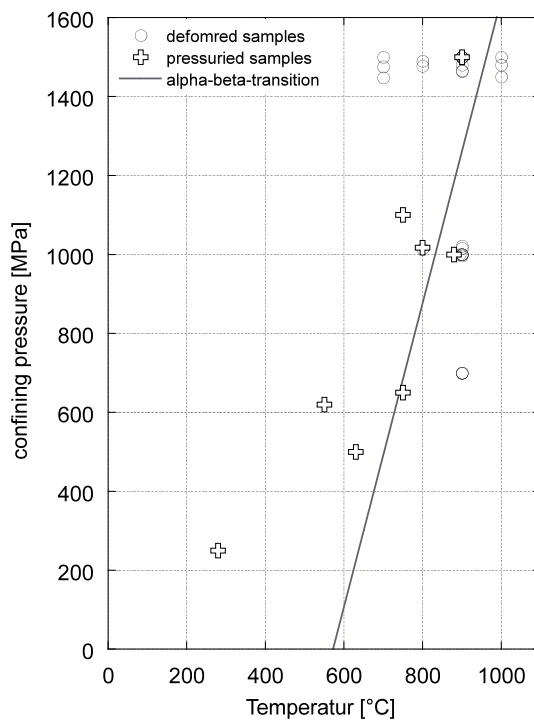


Abbildung 3.4: Temperatur und Umschließungsdruck aller durchgeführten Experimente. Die Kreise zeigen verformte Proben, während die Kreuze „hydrostatische“ Experimente abbilden, die lediglich Temperatur und Druck ausgesetzt waren. Die durchgezogene Linie repräsentiert die Phasenumwandlung von α -Quarz zu β -Quarz.

Tabelle 3.1: Experimentelle Daten aller hydrostatischen Experimente und Deformationsexperimente.

Exp. Nr.	Orientierung	T [°C]	Pc [MPa]	max.Δσ [MPa]	ε [%]	strain rate [10 ⁻⁶ s ⁻¹]	Ø [mm]	l [mm]
143 ATH	⊥m	900	1500					
144 ATH	⊥m	895	1000	149	4.9	8.2•10 ⁻⁷	6.497	12.997
146 ATH	⊥m	900	1000	163	16.4	8.5•10 ⁻⁷	6.465	12.891
151 ATH	⊥m	280	250				6.501	12.855
152 ATH	⊥m	900	1000	144	14.7	1.18	6.501	12.892
157 ATH	⊥m	500	630				6.504	13.177
168 ATH	⊥m	750	1100				6.524	13.058
169 ATH	⊥m	700	1448	min. 1240			6.497	12.87
170 ATH	⊥m	880	1000				6.481	12.839
171 ATH	O ⁺	800	1017				6.483	12.569
172 ATH	O ⁺	800	1014	1093	7.2	1.2•10 ⁻⁵	6.531	12.091
175 ATH	⊥m	700	1656	1637	16.6	1.00	6.51	12.953
181 ATH	⊥m	900	1464	416	13.1	1.44	6.512	12.943
182 ATH	O ⁺	900	1022	233	12.0	1.6	6.47	12.903
184 ATH	O ⁺	900	1500	91	4.1	1.43	6.526	12.968
186 ATH	⊥m	900	699	245	4.4	1.43	6.512	12.632
187 ATH	⊥m	900	1500	min.130			6.541	13.223
189 ATH	O ⁺	900	700	284	7.6		6.536	11.822
190 ATH	⊥m	900	1500	166	17.9	1.61	6.545	13.053
192 ATH	O ⁺	900	1466	253	20.1	1.55	6.532	12.791
196 ATH	⊥m	900	1480				6.503	12.939
199 ATH	⊥m	900	1000	222	11.3	1.81	6.532	11.359
201 ATH	O ⁺	550	620				6.554	11.227
203 ATH	O ⁺	900	1000	209	5.2	1.60	6.584	10.061
205 ATH	O ⁺	900	1000	168	6.3	1.25	6.533	13.56
207 ATH	⊥m	900	1500	150	9.6	1.28	6.547	12.678
228ATH	⊥m	900-740	750				6.523	11.982

Exp. Nr.	Orientierung	T [°C]	Pc [MPa]	$\Delta\sigma$ [MPa]	ε [%]	strain rate [10^{-6}s^{-1}]	\varnothing [mm]	l [mm]
230 ATH	$\perp m$	750	650				6.526	12.469
233 ATH	$\perp m$	700	700	509	10.5	1.29	6.543	13.462
236 ATH	O^+	???	~800				6.559	11.637
238 ATH	$\perp m$	1000	1450	133	15.3	1.93	6.532	10.494
241 ATH	O^+	1000	1480	136	12.5	1.95	6.502	10.205
242 ATH	$\perp m$	800	1490	809	10.2	1.57	6.49	10.596
244 ATH	O^+	$900^\circ \pm 7$	1016	299	8.6	1.78	6.549	10.605
246 ATH	O^+	900	1500	188	7.6	1.35	6.537	12.809
248 ATH	O^+	800	1477	532	9.4	1.72	6.532	10.12
252 ATH	$\perp m$	1000	1500	178	32.4	2.13	6.517	10.721
254 ATH	O^+	700	1500	1405	12.6	1.29	6.536	13.097

3.2.1 Einstellung der Experimentelle Bedingungen

Es ist wichtig, dass die experimentellen Bedingungen möglichst gleich und reproduzierbar erreicht werden, da die meisten Flüssigkeitseinschlüsse beim Erhöhen der Temperatur und des Druckes dekrepitieren. Dieses sollte während der Experimente zu möglichst reproduzierbaren Zeitpunkten stattfinden, damit diese Behandlung der Proben vor dem Deformationsvorgang möglichst gleich erfolgt und somit ein gleiches Ausgangsmaterial vorliegt.

Diese Erkenntnis stammt aus der Auswertungen der ersten Experimente (bis Experiment 175 ATH), welche ohne Rücksicht auf die Flüssigkeitseinschlüsse zu den experimentellen Bedingungen gebracht wurden (Abb.3.5, rote gestrichelte Linie). In Experimenten, welche lediglich Druck und Temperatur ausgesetzt waren, war auffällig, dass die meisten Einschlüsse dekrepitiert waren und dadurch mehr Mikrobrüche und eine starke Verteilung der Flüssigkeit entstanden. Um dieses Zerschlagen zu minimieren wurden die Einschlüsse zunächst mit mikrothermometrischen Messung genauer untersucht (von Dr. A. Tarantola, Universität Bern, jetzt Universität Nancy). Mit Hilfe der „equation of state“ von Zhang & Frantz (1987) wurde aus diesen Messungen (Tarantola et al., 2011, subm.) die Isochore für das System H_2O -NaCl bestimmt (vgl. Kapitel 2). Dadurch konnte der

Aufbau der experimentellen Bedingungen entsprechend angepasst werden (Abb. 3.5).

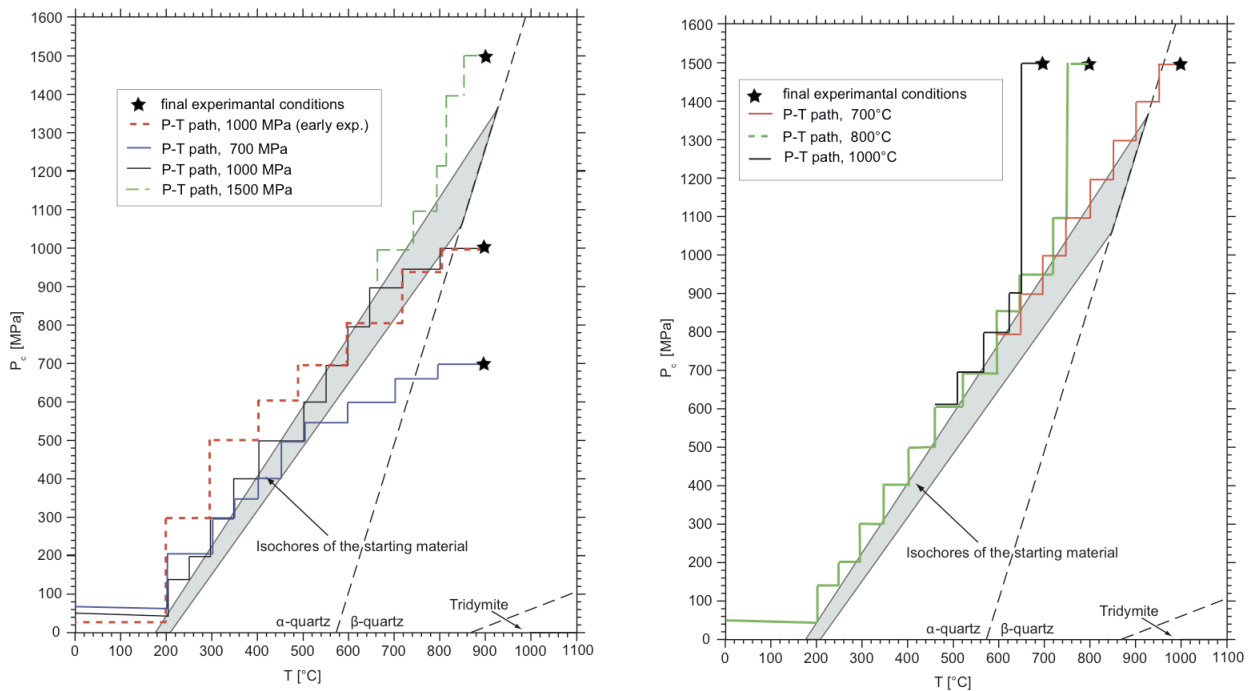


Abbildung 3.5: Erhöhung des Umschließungsdruckes und der Temperatur a) P-T- Pfade für verschiedene Drücke b) P-T-Pfade für verschiedene Temperaturen. In grau ist die Isochore für die Flüssigkeitseinschlüsse des Ausgangsmaterials abgebildet. (Abbildung nach Tarantola modifiziert und ergänzt).

Alle folgenden Experimente wurden dann so nahe wie möglich entlang der Isochore auf die gewünschten experimentellen Bedingungen gebracht (Abb.3.5). Hierzu wurde der Umschließungsdruck langsam erhöht (über einen Zeitraum von 30 bis 60 Minuten) bis ein erster Kontakt zwischen der Probeanordnung und dem äußeren Stempel (σ_3 -Stempel) hergestellt war. Dies geschieht in einem Druckbereich zwischen 50 MPa und 100 MPa, und wird bemerkbar durch ein leichtes Knacken des Graphitofens. Darauf wurde die Temperatur auf 200°C erhöht (Abb.3.6). Durch die Temperaturerhöhung wird das NaCl-Umschließungsmedium weicher, und es wird eine gleichmäßigere Druckverteilung in der Probenanordnung erreicht.

Anschließend wird der Druck langsam weiter erhöht. Für Experimente, welche bei 1000 MPa und 1500 MPa und bei 900°C und 1000°C stattfanden, erfolgte die Erhöhung in Schritten von je 100 MPa (Abb.3.5a). Die Temperatur wurde nach jeder Druckerhöhung jeweils in 50°C-Inkrementen über einen Zeitraum von 2.5 Minuten erhöht. Bei Experimenten mit geringerem Umschließungsdruck und/oder geringeren Temperaturen wurden die Druck- und Temperatur-Erhöhungen so angepasst, dass

es möglich war, möglichst lang auf, bzw. in der Nähe der Isochore zu bleiben (Abb.3.5). Der gesamte Prozess der Druck- und Temperaturerhöhung dauerte durchschnittlich zwischen 7 und 9 Stunden, je nach experimentellen Bedingungen.

Darauf blieb die Deformationszelle meist über Nacht bei gewünschten Bedingungen stehen, um eine gleichmäßige Druckverteilung in der Probeanordnung zu erreichen.

Anschließend wurde der Elektromotor für den Deformationsstempel (σ_1) gestartet, um die Probe zu verformen. Nach der Verformung wurden die Proben (mit Ausnahme 196 ATH, 199 ATH und 244 ATH) direkt abgeschreckt. Dies geschah von der jeweiligen hohen Deformationstemperatur auf 200°C innerhalb von 4.5 min (Abb.3.7a A, Experimente bis 184 ATH in 3.5 min). Nachfolgend wurde der Umschließungsdruck langsam verringert (Abb.3.7a B). Ab ca. 150 MPa Umschließungsdruck wurde die Temperatur auf Raumtemperatur gebracht und der restliche Druck abgebaut (Abb.3.7a C). Die Proben 199 ATH und 244 ATH wurde nach der Deformation ca. 48 h bei 900°C gehalten und anschließend auf gleichem Weg abgeschreckt. Probe 196 ATH wurde auf die gewählten experimentellen Bedingungen gebracht und nach ~14h bei diesen Bedingungen, auf dem gleichen P-T-Pfad wieder zu Raumtemperatur und -druck gebracht (Abb.3.7b, Appendix A).

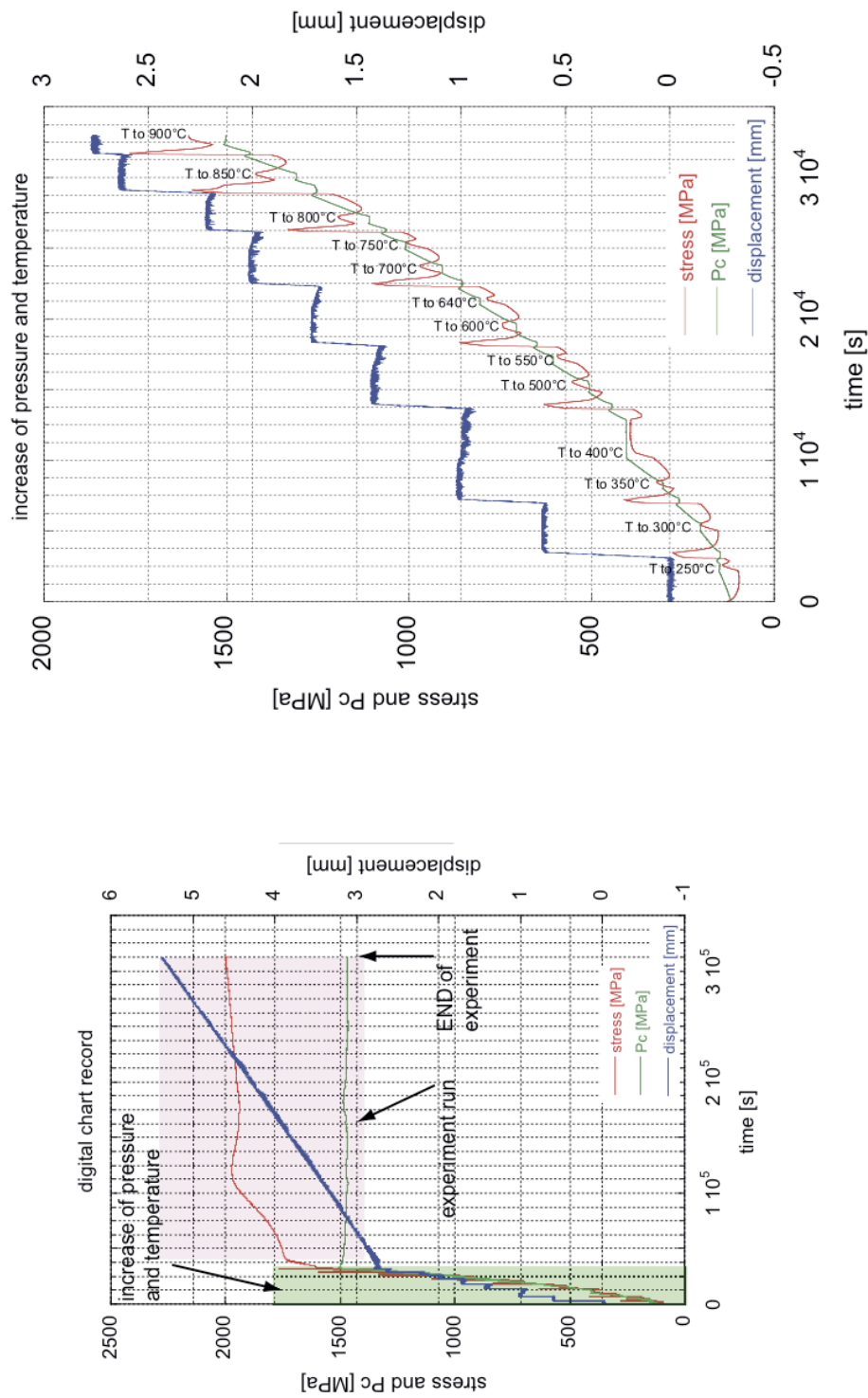


Abbildung 3.6: a) Beispiel einer Chartaufzeichnung am Beispiel der Probe 190 ATH unter Verwendung der digital aufgezeichneten Daten (Probenstärke rot, Umschließungsdruck grün, Stempelweg blau). Im ersten Bereich (grün hinterlegt) kann der Prozess der Druckerhöhung (Detail in b) gesehen werden. Der Deformationsteil des Experimentes ist rosa hinterlegt. b) Erhöhung des Druckes erkennbar in den Aufzeichnungen der Last (stress) und Pc. Der Weg des Deformationsstempels (blaue Linie) muss nach einer gewissen Kompaktion der Probenanordnung nachgeführt werden.

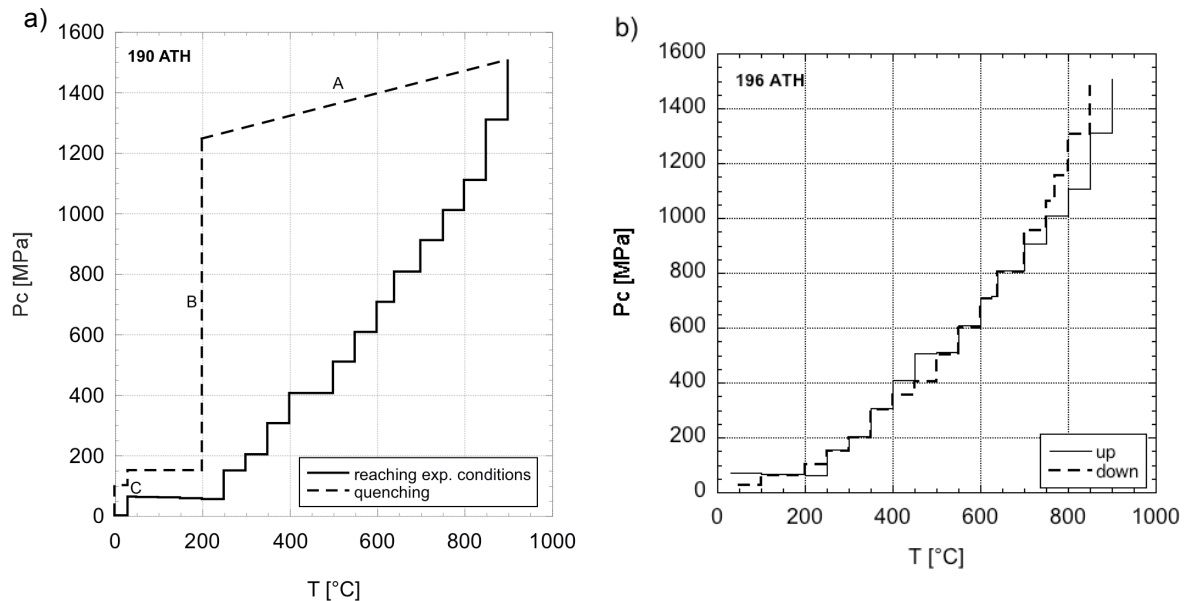


Abbildung 3.7: a) P-T-Pfad am Beispiel der Probe 190 ATH. Die durchgezogene Linie beschreibt die Druck- und Temperaturbedingungen zum Erreichen der experimentellen Bedingungen. Die gestrichelte Linie zeigt die P-T-Bedingungen beim Abschrecken. (A) ist das eigentliche Abschrecken von hier 900°C auf 200°C in kurzer Zeit (4.5 s). Anschließend folgt die langsame Druckentlastung (B) bei gleichbleibender Temperatur von 200°C. Im letzten Abschnitt (C) findet schließlich die Temperatur- und Druckverringerung auf Raumbedingungen statt. b) P-T-Bedingungen für Experiment 196 ATH, welches nicht abgeschreckt, sondern schrittweise auf nahe zu dem gleichen P-T Pfad zu Raumbedingungen gebracht wurde (durchgezogene Linie Erhöhung der experimentellen Bedingungen, gestrichelte Linie Abbau der experimentellen Bedingungen).

3.3 Mechanische Daten

3.3.1 Auswertung der mechanischen Daten

Die Mechanischen Daten (Last, Öldruck, Zeit, Stempelweg) die mit dem Linienschreiber während der Experimente aufgezeichnet werden, wurden mit dem Fortran Programm RigC4 (Heilbronner, <http://pages.unibas.ch/earth/micro>) zu Umschließungsdruck, Differentialspannung, axialer Verkürzung und Verformungsrate umgerechnet. Die digitalen Daten aus LabVIEWTH wurden mit Hilfe des Matlab Programms Rig (Pec, <https://sites.google.com/site/matejpec84/>), basierend auf RigC4, konvertiert. Da die digitale Datenaufzeichnung erst nach einiger Zeit des Projektes fehlerfrei funktionierte, existieren nicht für alle Experimente digitale Daten (siehe Appendix A). Die Daten zur Umrechnung mit RigC4 stammen vom Linienschreiber, die Daten für die Matlab-Umrechnung stammen aus den digitalen Aufzeichnung und können direkt eingelesen werden. Die Programme nutzen eine Korrektur für die Verformung des Deformationsapparates (stiffness correction). Für

Rig1 beträgt diese $3.316 \cdot 10^{-6}$ mm/N, für Rig 2 $5.049 \cdot 10^{-6}$ mm/N (z.B. Keulen 2006, neue Kalibrierungen für diese Korrektur sind der Zeit in Arbeit, Def.lab. Tromsø). Ebenso werden durch die Programme die Änderung des Probenquerschnittes während der Deformation als auch die Änderung im Umschließungsdruck korrigiert.

Zur Berechnung der mechanischen Daten wird die Berührungspunkt- (hit-point ,**HP**) Methode verwendet. Als HP bezeichnet man den Punkt, ab dem die Probe unter gerichtetem Druck (σ_1) steht, bzw. deformiert wird. Man geht dabei davon aus, dass die Probenanordnung vor dem HP unter hydrostatischen Bedingungen steht (auch wenn dies in der Realität nicht immer der Fall ist). Der HP ist definiert als Schnittpunkt des extrapolierten linearen Segmentes der „run-in“ Kurve und dem extrapolierten linearen Segment der Spannungs-Kurve (Abb.3.8).

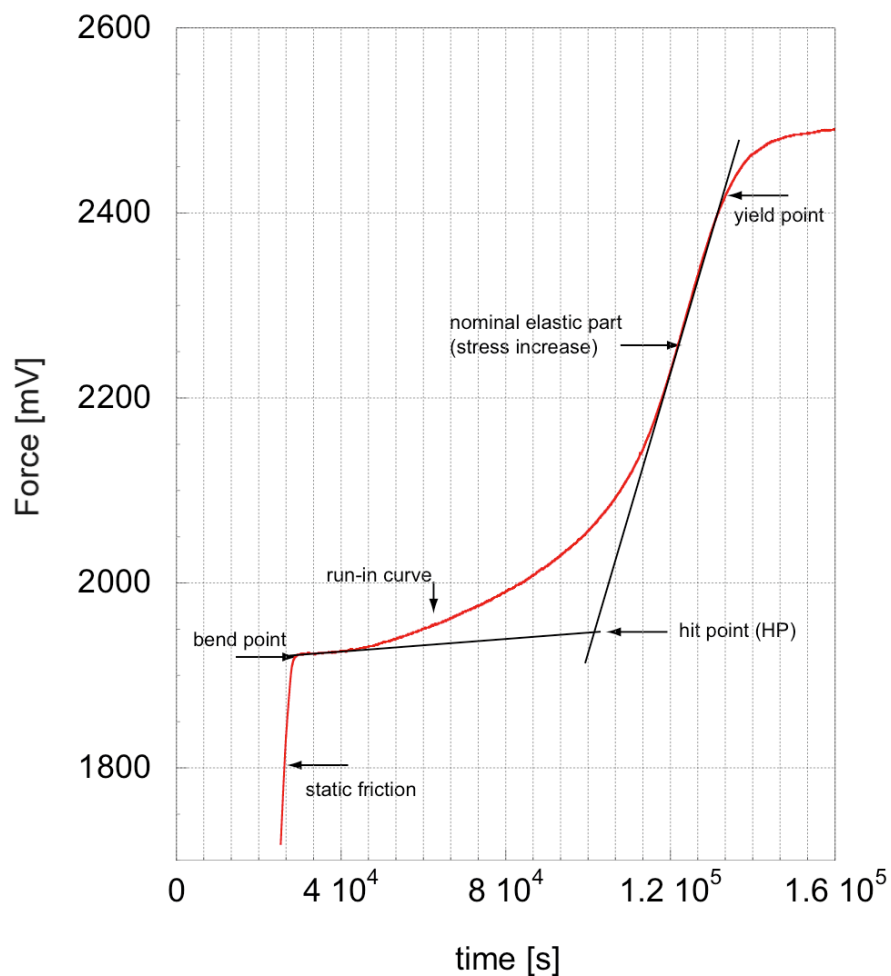


Abbildung 3.8: HP-Methode am Beispiel der digitalen Last-Kurve aus Experiment 182 ATH. Die schwarzen Linien zeigen die extrapolierten linearen Segmente der Kurven zur Definition des HP.

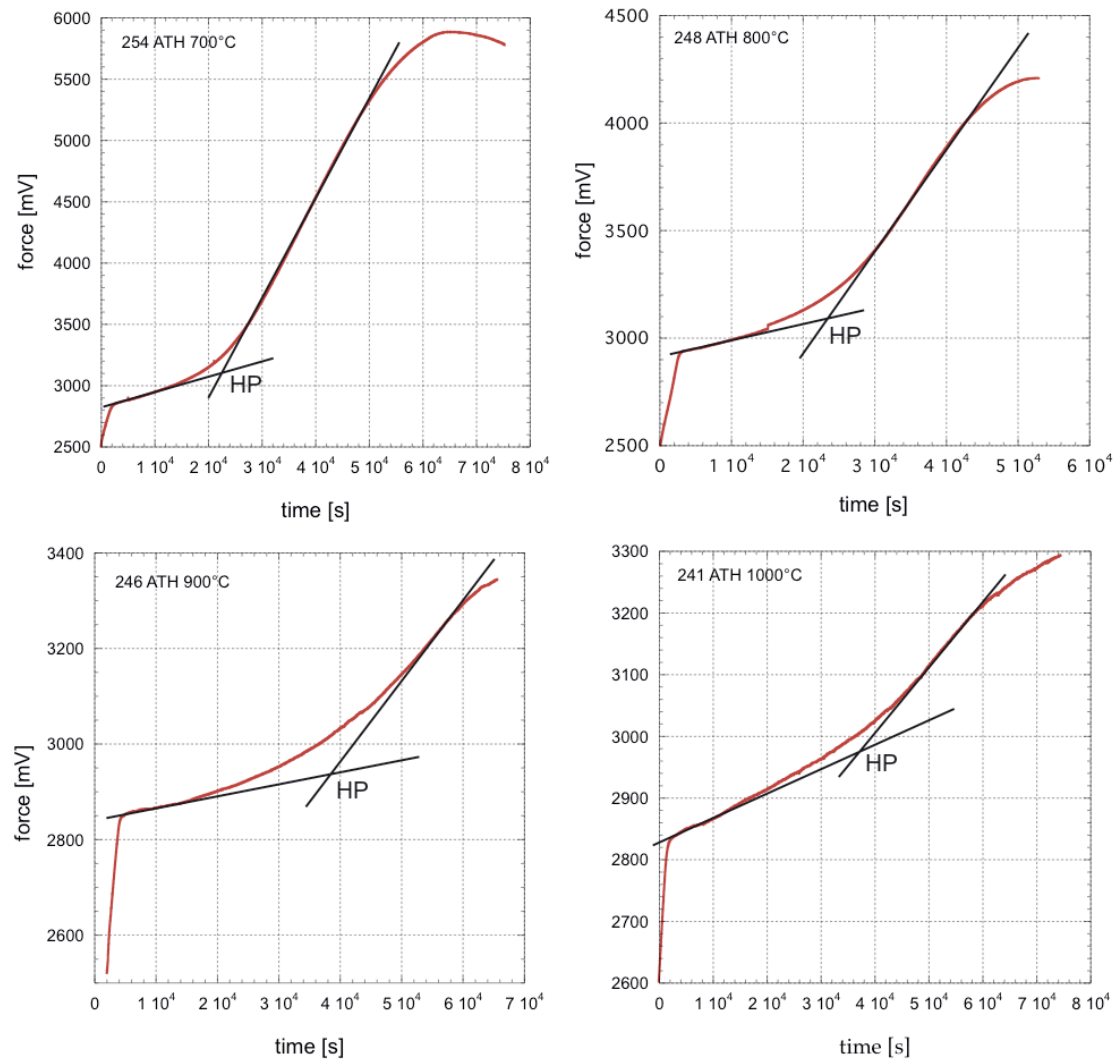


Abbildung 3.9: Mechanischen Daten – Last gegen Zeit- aus der Digitalen Aufzeichnung zur Bestimmung des HP bei verschiedenen Temperaturen. Es wird deutlich, dass die Definition des HP mit zunehmender Temperatur immer ungenauer wird.

Die Tatsache, dass während des Experimentes alle Bestandteile der Probenanordnung mitverformt werden müssen, macht die Definition des HP bei schwachen Proben ungenauer, da der Anteil der Last auf der Probe geringer ist (Abb.3.9). Bei Experimenten, die bei Temperaturen von 700°C und 800°C durchgeführt wurden, ist die Extrapolation relativ gering und der HP gut definiert (Abb.3.9), während bei 900°C das Material bereits um einiges schwächer ist (Kapitel 3.4) und der nicht-lineare Anteil der Kurve geringer (Abb.3.9). Experimente bei 1000°C zeigen nur kleine nicht-lineare Kurvenanteile, was darauf hinweist, dass die Probe wesentlich schwächer ist und der relative Fehler in den mechanischen Daten entsprechend größer ausfällt (Abb.3.9). Da die Experimente im Rahmen dieser Arbeit bis auf wenige Ausnahmen in der gleichen Maschine (Rig1, Appendix A) durchgeführt wurden, können die Ergebnisse jedoch untereinander ohne Bedenken

verglichen werden. Beim Vergleich mit Literaturwerten sollte dies stets beachtet werden.

Um die Definition des HP zu verbessern, wurde die Probenanordnung modifiziert (Abb.3.10). Anstatt des oberen Bleistückes wurde ein Graphitstück eingesetzt, welches in der Mitte komplett für den σ_1 Stempel ausgespart ist. Die Idee dahinter war, dass der nicht-lineare Anteil der Kurven hauptsächlich durch die Verformungshärtung im Blei zustande kommt welche während des Auspressens des Bleistückes zwischen den Stempeln auftritt. Das Auspressen des Materials sollte auf die NaCl-Pille beschränkt bleiben, die in der Probenanordnung unter deutlich höheren Temperaturen erfolgt als im Blei (siehe Abb. 3.10) und somit weniger Verformungshärtung zeigen sollte.

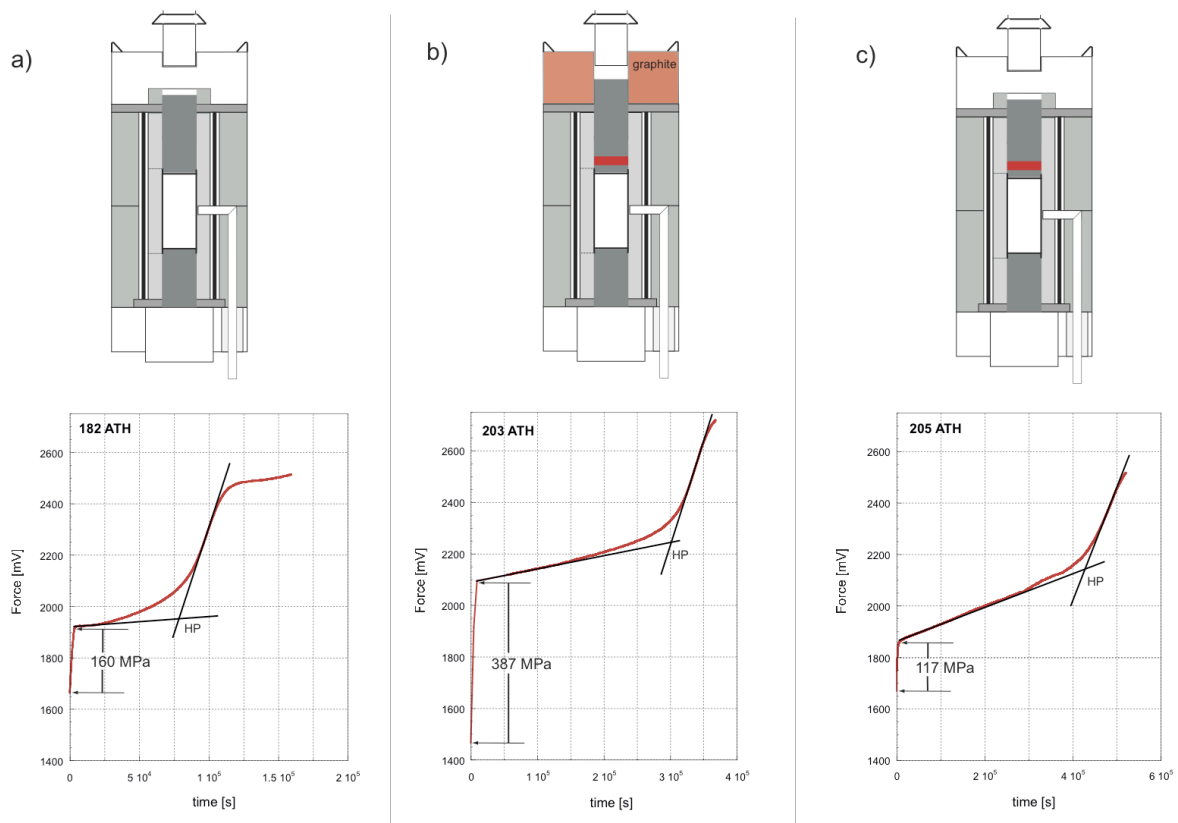


Abbildung 3.10: Schematische Abbildung der Probenanordnung (oben) mit den vorgenommenen Veränderungen (rot) und die jeweiligen mechanischen Daten (unten) – Last gegen Zeit. a) Herkömmliche Probenanordnung und gut erkennbare Steigungsänderung zur Bestimmung des HP. In b) wurde das Blei-Stück durch ein Graphitstück ersetzt und eine zusätzliche NaCl-Pille zwischen den oberen Al_2O_3 -Stempeln gefügt. Anhand der mechanischen Daten wird deutlich, dass die anfängliche Reibung im Vergleich zu a) nahe wesentlich höher ist. c) Probenanordnung mit Blei-Stück und extra NaCl-Pille, lässt erkennen, dass die Reibung geringer ausfällt, ähnlich wie a). Die Steigungsänderung ist weiterhin gut erkennbar.

Wie sich jedoch herausstellte, war die Reibung am Graphitstück so hoch, dass der Fehler durch die auftretende Reibung vergrößert wurde. Außerdem kompaktierte (elastisch) das Graphit stärker als das Blei, und zusätzlich geriet Graphitmaterial zwischen den σ_1 -Stempel und den oberen Al_2O_3 -Stempel. Eine bessere Definition des HP wurde nicht erreicht, so dass weiterhin Blei verwendet wurde. Die Neuerung der NaCl-Pille wurde nach den Tests in Experiment 203 ATH und 205 ATH weiter verwendet (ab Experiment 228 ATH). Im Vergleich zu den Experimenten ohne NaCl-Pille ließ sich in der Definition des HP kein großer Unterschied feststellen. Es kommt zu einem geringen Anstieg der Last pro Zeit, aber der HP lässt sich ebenso gut festlegen wie in Experimenten ohne die NaCl-Pille. Die geringere Steigung der Kurve hängt mit dem zusätzlichen Auspressen von NaCl zusammen. Mit der NaCl-Pille erfolgt die Belastung der Probe unter verringerter Bruchbildung.

Weiterhin ist darauf aufmerksam zu machen, dass es geringfügige Unterschiede zwischen den beiden Auswertungsmethoden (Linienschreiber und digitale Daten) gibt, welche auf Grund der unterschiedlichen Datenmengen entstehen. In die Auswertung mit RigC4 gehen Daten ein, welche direkt vom Papier abgelesen werden (in Einheiten pro Voll-Skala). Hier ist die Anzahl der Datenpunkte je nach Dauer des Experimentes eher gering (bis 100 Datenpunkte). Außerdem ist das Ablesen der Einheiten nur auf ca. 0.5 mm genau. Der Datensatz, welcher mit Hilfe von Matlab zur Auswertung der Digitaldaten herangezogen wird, ist wesentlich größer, je nach gewähltem Zeitintervall im Programm LabVIEWTH, zum Beispiel ein Datenpunkt pro Sekunde. Zusätzlich spielt das Festlegen des HP hierbei eine große Rolle. Auch hier wird im Fall von RigC4 ein gewöhnliches Lineal zur Hilfe genommen, um die linearen Kurvenanteile zu interpolieren. Im Matlab-Programm geschieht dies mit einer Extrapolationsroutine.

3.3.2 Besondere Aspekte der axialen Verkürzung

Nach der Deformation zeigen die Proben systematisch unterschiedliche Formen: Proben in $\perp m$ -Orientierung sind \pm symmetrisch konvex gewölbt, in O^+ -Orientierung findet die Formänderung zusätzlich zur Verkürzung in einer Verschiebung als Parallelepiped statt, zur Vereinfachung wird diese Form im Folgenden als Z-Form bezeichnet (Abb.3.11).

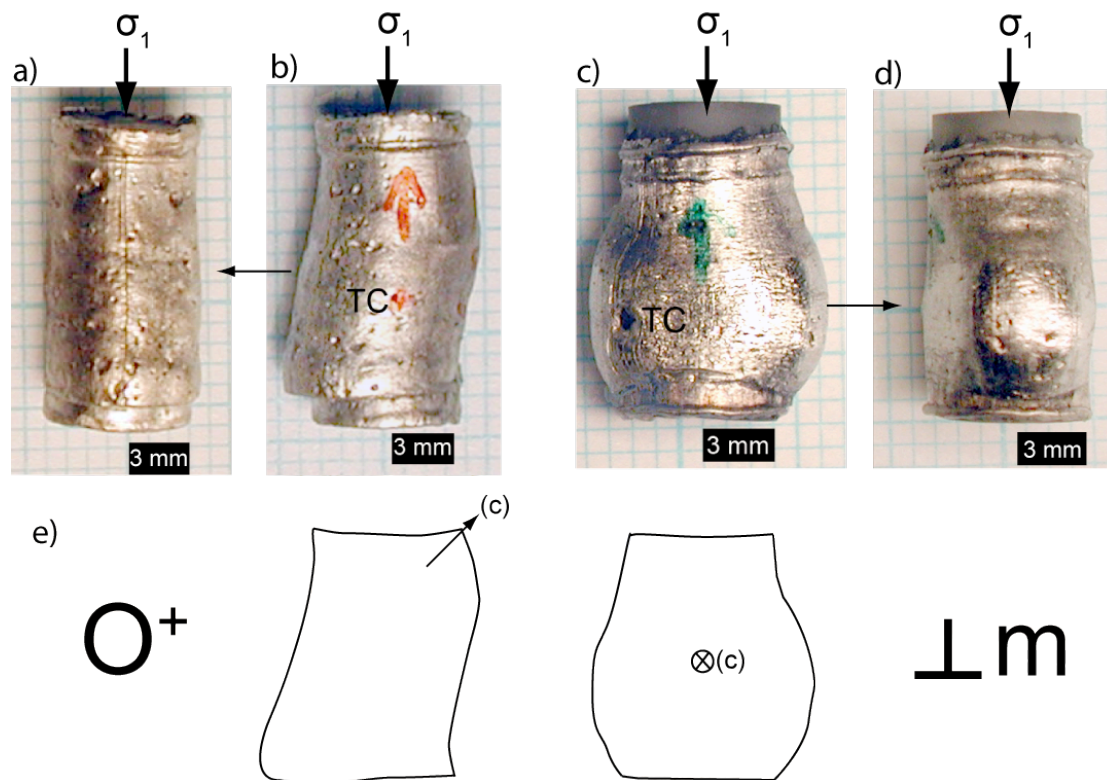


Abbildung 3.11: a-d) Proben nach der Deformation im Pt-Mantel. a,b) O⁺ (192 ATH) wobei a) = b) 90° nach rechts gedreht und deutlich zeigt, dass die Formänderung nicht symmetrisch in alle Richtungen stattfindet. c,d) ⊥m (252 ATH) wobei d) = c) um 90° nach links gedreht und ebenfalls eine Formänderung aufweist, welche nur in zwei Richtungen stattfindet – in Richtung der <a>- Achsen entlang der Prismenflächen. e) Zur Verdeutlichung die Formänderung als Skizze.

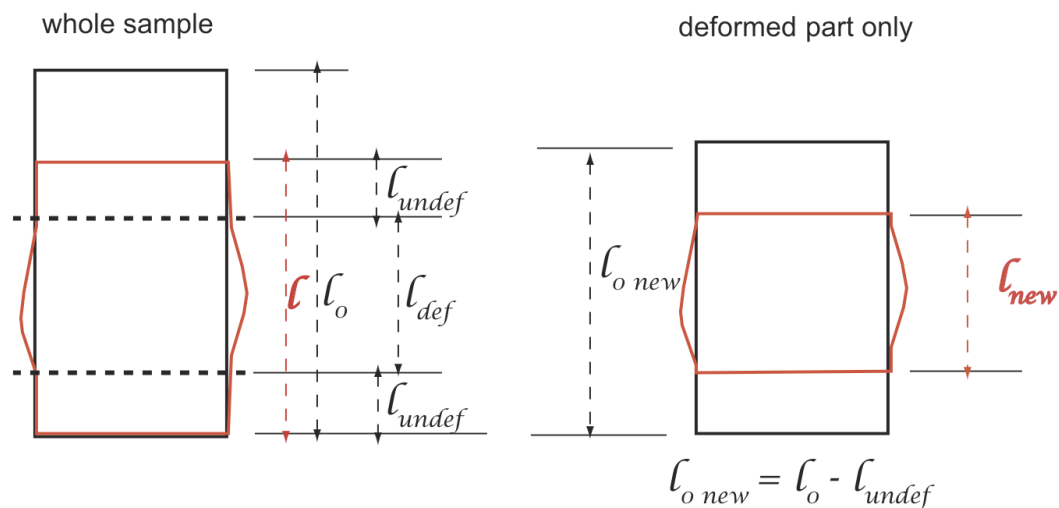


Abbildung 3.12: Schematische Zeichnung der Längenverhältnisse, zur Bestimmung der axialen Verkürzung der gesamten Probe (links) und um die Verkürzung des deformierten Teils zu bestimmen (rechts). Dafür wird jeweils die Anfangslänge (ℓ_o) der Probe vor der Deformation als Ausgangswert benutzt, die mit der Mikrometerschraube bestimmt wurde. Alle weiteren Längenangaben wurden vom späteren Dünnschliff ermittelt

Wie bereits erwähnt, wird die axiale Verkürzung (axial strain) durch die Änderung des Probenquerschnittes, unter der Annahme, dass das Volumen konstant bleibt, sowohl vom Linienschreiber als auch im digitalen Datensatz miteinbezogen. So wird je nach ursprünglicher Probenlänge und Durchmesser (Tabelle 3.1) aus dem Stempelweg und der Zeit die Probenverkürzung errechnet.

Zusätzlich zu diesen Berechnungen, wurden die Längen einiger Proben mit dem Lichtmikroskop am Dünnschliff bestimmt. Dies konnte jedoch nur an Proben vorgenommen werden, welche nach der Präparation keinen Materialverlust hatten. Diese Messungen wurden lediglich an Proben der \perp m-Orientierung vorgenommen, um die Proben bezüglich der Verkürzung genauer zu untersuchen. Aus Abbildung 3.11 wird ersichtlich, dass zum einen die Enden dieser Proben nach der Deformation nahe zu parallel zueinander sind, zum anderen lässt sich erkennen, dass die Proben ihre Form nicht über die gesamte Länge ändern. Um die Verkürzung des verformten Teiles zu berechnen, wurden Proben, welche eine Formänderung deutlich zeigen (konvexe Wölbung im Teilbereich, 144 ATH, 146 ATH, 190 ATH, 199 ATH) genauer am Dünnschliff ausgemessen (Abb.3.12). Dazu wurde von der ursprünglichen Länge der Proben (l_0) die Länge des unverformten Bereiches (l_{undef}) subtrahiert, um die Ausgangslänge (l_{0new}) zu erhalten. Diese dient als Dateneingabe für eine neue Berechnung mit RigC4. Somit wurde die Nettoverkürzung des lokal verformten Bereiches (l_{def}) bestimmt.

3.4 Ergebnisse und Diskussion

In diesem Kapitel werden die mechanischen Daten der Experimente untereinander und mit anderen Arbeiten verglichen. Dabei wird besonders Wert auf die Unterschiede zwischen den Orientierungen als auch auf die unterschiedlichen experimentellen Bedingungen gelegt.

Experimente bei Bedingungen von $P_c = 1000 \text{ MPa}$, $T = 900^\circ\text{C}$

In Abbildung 3.13a ist die axiale Verkürzung der Proben gegen die Differentialspannung dargestellt. In $\perp m$ -Orientierung beträgt die maximale Stärke der Proben zwischen 140 und 220 MPa, bei axialen Verkürzungen von 4.9% bis 16.4 %. An dieser Stelle ist darauf hinzuweisen, dass dieses Experimente, mit Ausnahme von 199 ATH, zu den ersten Experimenten zählen und noch an der Universität Basel durchgeführt wurden. Sie wurden ohne Rücksicht auf die Erhaltung der Flüssigkeitseinschlüsse auf experimentelle Bedingungen gebracht. Daher ist es möglich, dass diese Experimente auf Grund der stärker dekrepitierten Flüssigkeitseinschlüsse und die damit verbundenen Mikrobrüche eine geringere Stärke aufweisen. In diesen Experimenten wurde keine NaCl-Pille in die Deformationszelle eingesetzt.

Die Probe 152 ATH wurde unter konstanter Last durchgeführt (die abnehmende Spannung bei zunehmender Verformung von ATH 152 ist ein Effekt der Berechnung des Spannungs-Verformungsdiagramms wegen des zunehmenden rechnerischen Querschnittes der Probe). Die Proben 144 ATH und 146 ATH zeigen differential Spannungen von $\sim 150 \text{ MPa}$ und erreichen den Zustand des „steady state“. 144 ATH bereits nach 4.2% axialer Verkürzung, 146 ATH nach ca. 5% axialer Verkürzung. Auch die Probe 199 ATH erreicht diesen Zustand bei ca. 6.5% axialer Verkürzung, ist jedoch ca. 70 MPa stärker. Im Vergleich dazu zeigen die Experimente in O^+ -Orientierung eine stärkere Variabilität der Differentialspannung, zwischen 170 MPa und 300 MPa bei axialen Verkürzungen von 5.2% bis 12%. Diese Proben, wurden stets entlang der Isochore auf die gewünschten experimentellen Bedingungen gebracht, wodurch das Zerbrechen der Flüssigkeitseinschlüsse verringert wurde. Mit Ausnahme der Probe 182 ATH war in den übrigen Experimenten je eine NaCl-Pille zwischen den oberen Al_2O_3 -Stempeln eingesetzt. Auch in O^+ -Orientierung erreichen

Proben mit einer axialen Verkürzung von mehr als 7% den Zustand des „steady state“ (182 ATH, 244 ATH).

Bei Bedingungen von $P_c = 1000$ MPa und $T = 900^\circ\text{C}$ ist kein markanter Unterschied zwischen den beiden Orientierungen zu erkennen, lediglich die Probe 244 ATH (O^+) zeigt aus unklaren Gründen eine höhere Spannungen (Abb. 3.13b). Die Variabilität der Differentialspannung in den beiden Orientierungen ist mit großer Wahrscheinlichkeit auf die Heterogenität der Flüssigkeitseinschlüsse in den Proben zurückzuführen.

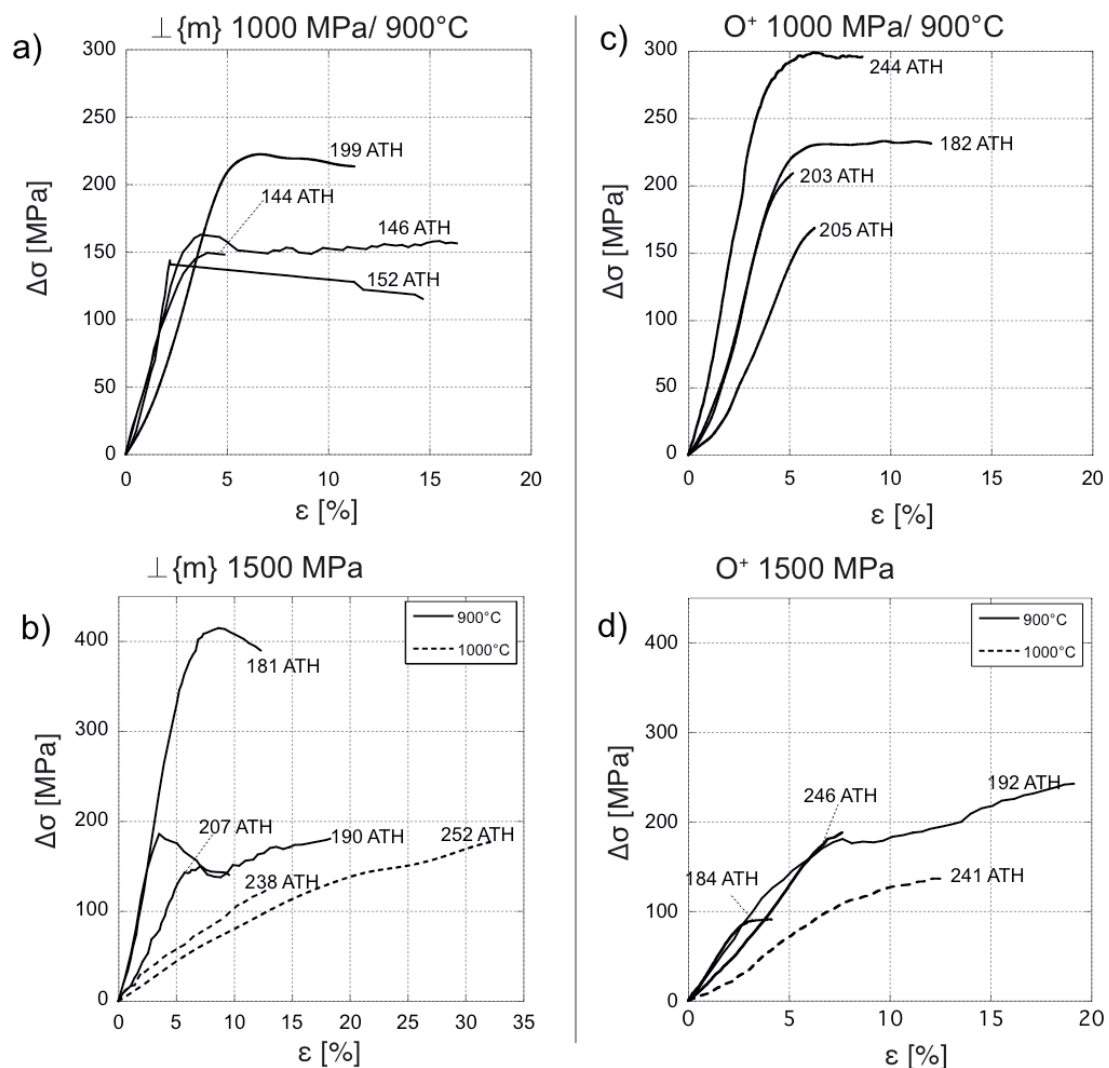


Abbildung 3.13: Spannungs-Verformungsdiagramme (axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)) – für $\perp m$ -Orientierung (a und c), für O^+ -Orientierung (b und c), bei 1000 MPa und 900°C (a und c) und bei 1500 MPa bei 900°C und 1000°C (b und d) bei einer Verformungsrate von $\sim 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

Experimente bei Bedingungen von $P_c = 1500 \text{ MPa}$, $T = 900^\circ\text{C}$ und 1000°C

In $\perp m$ -Orientierung liegt die maximale Stärke der Proben bei 900°C zwischen 150 MPa und 170 MPa bei axialen Verkürzungen von 9.6% und 17.9%, mit der Ausnahme einer Probe (181 ATH), welche eine maximale Stärke von ca. 410 MPa und eine axiale Verkürzung von 13.1% zeigt (Abb.3.13b). Diese Probe wies eine geringere Dichte an Flüssigkeitseinschlüssen auf (beobachtet durch Binokular vor Einbau in die Probenanordnung). Diese Probe zeigt eine Konzentration der Verformung in einem Teil der Probe, so dass die effektive Deformationsrate deutlich höher ist als in den mehr homogen deformierten anderen Proben. Eine genauere Beschreibung dieser Probe befindet sich in Kapitel 2.

Der Unterschied in der Differentialspannung der übrigen Proben beträgt lediglich ca. 20 MPa und ist somit geringer als bei einem Umschließungsdruck von 1000 MPa. Bemerkenswert ist, dass keines der Experimente den Zustand des „steady state“ erreicht. Den gleichen Effekt zeigen die Experimente bei 1000°C (Abb. 3.13). Hier liegen die Differentialspannungen bei axialen Verkürzungen von 15.3% und 32.4% bei 140 MPa und 180 MPa. Wie bereits zuvor erwähnt (Kapitel 3.3.1), ist es bei 1000°C deutlich schwieriger, einen HP genau zu definieren (Abb. 3.14). Daher sind die Werte der Differentialspannungen ungenauer. Anhand der Verformungskurven ist deutlich zu sehen, dass die Proben bei 1000°C schwächer sind als bei 900°C . Da diese jedoch keinen deutlichen „yield point“ und kein „steady state“ zeigen, ist es schwierig, bei den erreichten maximalen Gesamtverformungsbeträgen von nur ca. 20% die endgültige Stärke dieser Proben mit denen, die bei 900°C deformiert wurden, zu vergleichen.

In O^+ -Orientierung liegt die maximale Stärke bei einer Temperatur von 900°C zwischen 90 MPa und 250 MPa. Dabei wurden die Proben zwischen 4.1% und 20.1% verkürzt. Die schwächste Probe (184 ATH) ist zugleich die einzige, welche den Zustand des „steady state“ erreicht. Diese ist rund 100 MPa schwächer als die übrigen Proben bei diesen Bedingungen. Aus mikroskopischen Beobachtungen (Kapital 4 und 5) kann dieses geringe Differentialspannung eventuell auf mehrere zusammenhängende Rekristallite entlang von Brüchen zurückgeführt werden. Probe 192 ATH zeigt deutlich, dass das Material mit zunehmender Verformung stärker wird. 241 ATH wurde bei einer Temperatur von 1000°C verformt und zeigt

dabei eine Stärke von 190 MPa bei 12.5% axialer Verkürzung, ist also schwächer als die übrigen Proben, wenn man von der teilrekristallisierten Probe 184 ATH absieht.

Auch bei diesen Bedingungen kann auf Grund der Inhomogenität der Deformation der Proben kein systematischer Unterschied zwischen den beiden Orientierungen erkannt werden. Auffällig ist, dass bei einem Umschließungsdruck von 1500 MPa verglichen zu 1000 MPa, mit Ausnahmen einer Probe (184 ATH), nie der Zustand des „steady state“ erreicht wird. Bei 1000°C sind die Proben in beiden Orientierungen tendenziell schwächer. Das ist zum einen durch den Verlauf der Verformungskurven zu erkennen, zum anderen wird dies an den aufgezeichneten mechanischen Daten deutlich (Abb.3.14), in denen ein HP nur sehr schwach bis gar nicht zu erkennen ist. Auffällig ist, dass der HP in O^+ -Orientierung etwas deutlicher ausfällt als in $\perp m$ -Orientierung (Abb.13.4). Das deutet darauf hin, dass Proben in $\perp m$ -Orientierung bei 1000°C leicht schwächer sind als Proben in O^+ -Orientierung.

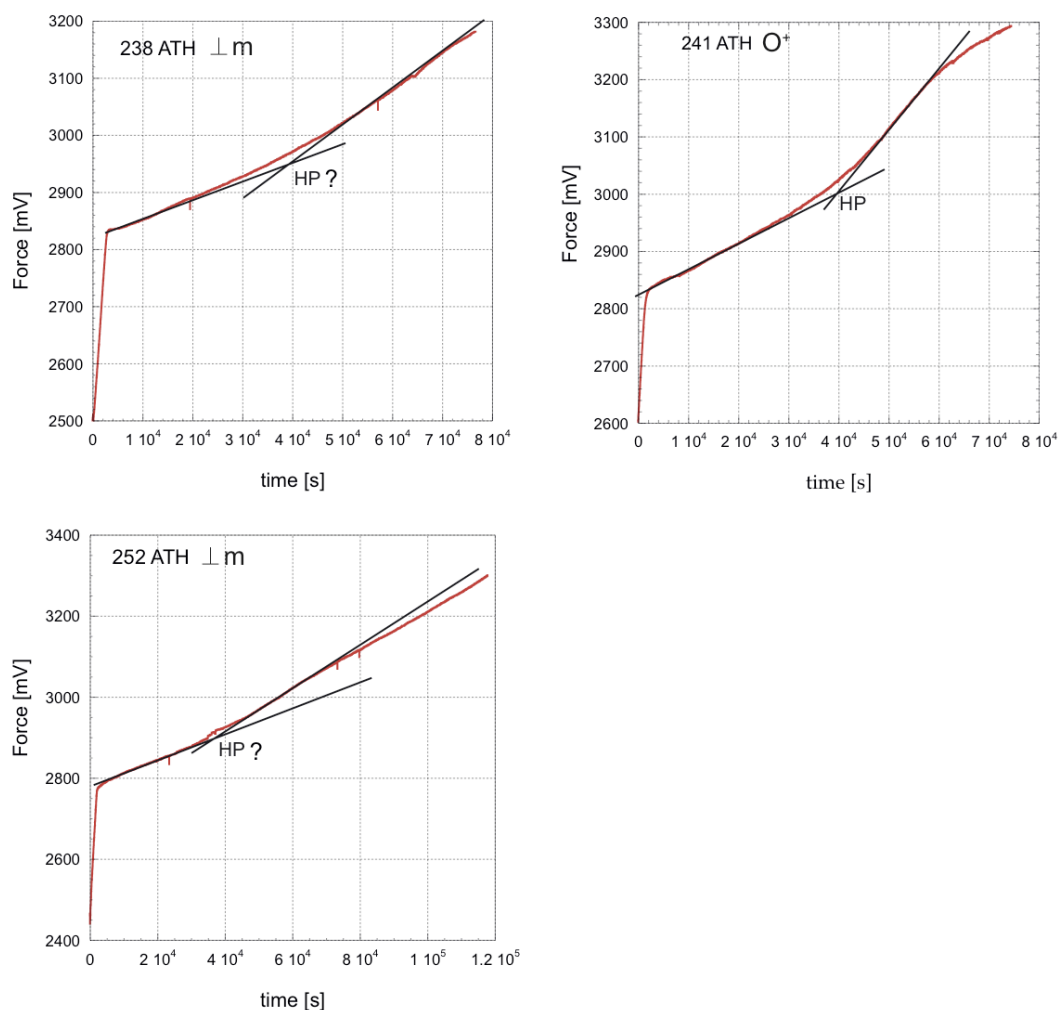


Abbildung 3.14: Mechanischen Daten aus der digitalen Aufzeichnung zur Bestimmung des HP bei 1000°C. In $\perp m$ -Orientierung (links) ist ein Anstieg der Last nur sehr gering zu erkennen und der HP dadurch nur schwierig exakt zu ermitteln. In O^+ -Orientierung ist der Anstieg der Kraft etwas deutlicher zu erkennen und der HP so besser zu bestimmen.

Ähnliche Differentialspannungen für Quarzeinkristalle konnten in früheren Arbeiten an synthetischen Kristallen von zum Beispiel Hobbs (1968), McLaren et al. ** (1970), Morrison-Smith et al. ** (1976), Kekulawalla et al. (1978, 1981), Blacic und Christie (1984), Muto et al. (2010) sowie in Studien an natürlichen, „nassen“ Quarzeinkristallen von Kekulawalla et al. (1978, 1981), Doukhan und Trepied (1985), Doukhan (1995), Vernooij et al. (2006) beobachtet werden. Als trocken beschriebene Einkristallexperimente wurden unter anderem von Kekulawalla et al. (1978, 1981), Blacic & Christie (1984) und Doukhan (1995) durchgeführt in denen die Materialstärke > 2000 MPa betrug oder aufgrund von vorzeitigem Materialversagen nicht zu bestimmen war. In den Experimenten wurden zum Teil recht unterschiedliche experimentelle Bedingungen gewählt und auch die Probenanordnungen sind nicht zu 100% identisch zu denen dieser Arbeit. Außerdem wurden mehrere Experimente in Gas-Apparaturen (z.B. Paterson, 1970) durchgeführt (gekennzeichnet durch **). Eine Auflistung der jeweiligen experimentellen Bedingungen ist in Appendix D zu finden. Auffällig ist, dass Experimente an natürlichen, „nassen“ Kristallen ähnliche Stärken aufweisen wie der hier verwendete Quarz (Doukhan and Trepied, 1985, Verooij et al., 2006). Experimente an synthetischen Kristallen wurden häufig bei niedrigeren Temperaturen sowie bei schnelleren Verformungsraten (häufig 10^{-5}s^{-1}) durchgeführt. Da diese bereits bei den gewählten experimentellen Bedingungen geringe Stärken aufweisen als das hier verformte Material, kann davon ausgegangen werden, dass es deutlich stärker ist, als die synthetischen Proben. In polykristallinen Materialien konnten Differenzialspannungen zwischen 100 MPa und 300 MPa beobachtet werden, wie zum Beispiel bei Kronenberg & Tullis (1984), Gleason & Tullis (1995), Post & Tullis (1998), Heilbronner & Tullis (2002) oder Stipp et al. (2006). Recht auffällig ist, dass die Differentialspannungen von polykristallinem Material wie zum Beispiel bei Post & Tullis (1998) mit ~ 250 MPa oder bei Stipp und Behrens (2006) mit ~ 140 MPa in ähnlichen Größenordnungen liegen wie die des hier beprobten Einkristalls. In polykristallinen Materialien spielen vor allem Korngrenzprozesse wie zum Beispiel Korngrenzmigration und/oder Korngrenzengleiten sowie Ausheilungsprozesse eine wichtige Rolle bei der Deformation. Auf Grund dieser Prozesse sollten Experimente an polykristallinem Material tendenziell geringere Stärken als Quarzeinkristalle aufweisen. Jedoch muss auch an dieser Stelle darauf hingewiesen werden, dass das polykristalline Material vermutlich zu schwach ist und eher die Stärke der gesamten Probenanordnung gemessen wird (siehe Experimente bei 1000°C). Experimente an natürlichen Einkristallen welche mit dem Material dieser Arbeit zu vergleichen sind, sind weniger häufig in der hiesigen Literatur anzutreffen.

Kekulawala et al. (1978) untersuchten das mechanische Verhalten unterschiedlicher Quarzkristalle und von Quarzvarietäten, unter anderem eines „milky“ Quarz (Kapitel 2), welcher bei einer Verformungsrate von $\text{ca. } 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ eine Stärke von $\sim 500 \text{ MPa}$ aufweist. Mackwell & Paterson ** (1985) führten Experimente an einem natürlichen Einkristall bei gleicher Verformungsrate durch und erzielten im Gas Apparat Stärken von $\sim 1000 \text{ MPa}$. Jedoch kann der Literatur nicht entnommen werden, ob bei den verwendeten Kristallen (milky) eine ebenso starke Heterogenität der Flüssigkeitseinschlüsse zu beobachten war.

Im Allgemeinen kann gesagt werden, dass die hier experimentell bestimmten Differentialspannungen bei 900°C sowie 1000°C (abgeschätzt), 1000 MPa und 1500 MPa Umschließungsdruck und einer Verformungsrate von $\sim 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ gut mit den experimentellen Daten von „nassen“ Quarzeinkristallen zu vergleichen sind. Dies lässt sich sehr gut mit den Beobachtungen aus Kapitel 2 in Verbindung bringen. Das ursprüngliche Ausgangsmaterial, bei welchem es sich um einen „trockenen“ Quarzeinkristall mit einer Vielzahl von wasserhaltigen Flüssigkeitseinschlüssen handelt, wird während des Erhöhens der experimentellen Bedingungen durch die Dekrepitation der Flüssigkeitseinschlüsse, stark verändert, so dass das Material welches tatsächlich verformt wird, viel mehr einem „nassen“ Kristall ähnelt und somit auch sein mechanisches Verhalten mit denen von „nassen“ Einkristallen zu vergleichen ist.

Experimente bei Bedingungen von $P_c = 700 \text{ MPa}$, $T = 900^\circ\text{C}$

Bei einem niedrigeren Umschließungsdruck von $\sim 700 \text{ MPa}$ wurden drei Experimente durchgeführt. In $\perp m$ -Orientierung zeigt 186 ATH bei einer axialen Verkürzung von 4.4% eine Stärke von 250 MPa und 233 ATH bei 10.5% axialer Verkürzung eine Stärke von 510 MPa (Abb.3.15). Dabei ähnelt die Probe 233 ATH nach der Deformation stark der Probe 181 ATH, welche lokal deutlich weniger Flüssigkeitseinschlüsse zeigt und in den Einschlussärmeren Bereichen praktisch undeformiert war (siehe Kapitel 2). Zusätzlich hat 233 ATH nach der Deformation

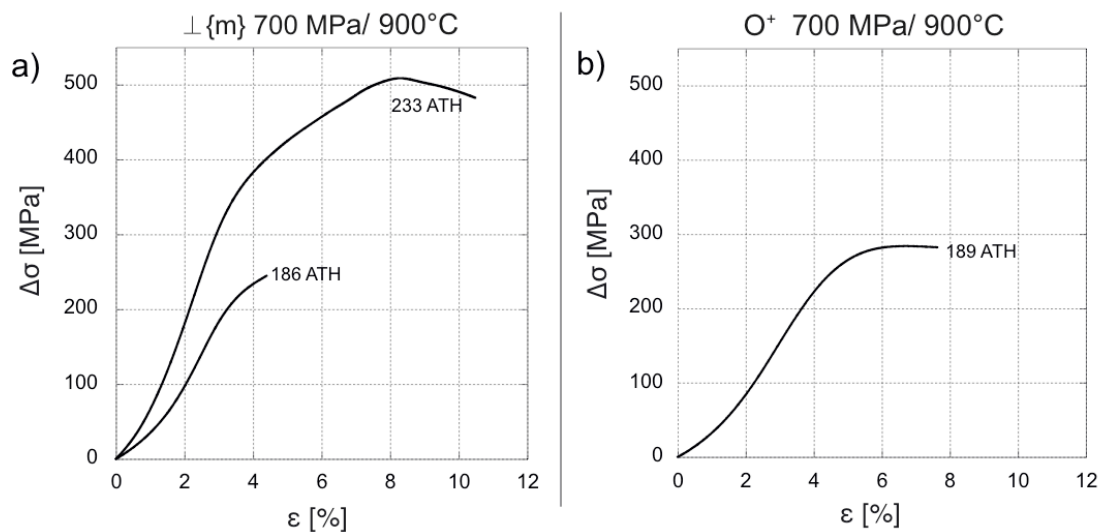


Abbildung 3.15: Verformungskurven - axiale Verkürzung (ε) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$) – für 700 MPa und 900°C a) $\perp m$ -Orientierung b) O^+ -Orientierung bei Verformungsraten von $\sim 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

eine sehr hohe Dichte an vertikalen Brüchen, verglichen, mit Probe 186 ATH (Mikrostruktur-Atlas). In diesem Fall scheint wiederum die starke Heterogenität des Ausgangsmaterials Ursache für den großen Unterschied in der Differentialspannung zu sein. Eine weitere Ursache könnte sein, dass 233 ATH die einzige Probe bei diesen Bedingungen ist, welche mit der zusätzlichen NaCl-Pille verformt wurde. Da der Umschließungsdruck nur gering ist, verglichen zu den anderen experimentellen Bedingungen, ist es möglich, dass während der Druckerhöhung weniger Einschlüsse dekrepitieren. Das hat zur Folge, dass das Ausgangsmaterial bezüglich der Flüssigkeitseinschlüsse nur geringfügig verändert wird, so dass die Flüssigkeit weniger homogen in der Probe verteilt wird. Man hat also eine geringere Anzahl an

kleinen Flüssigkeitseinschlüssen (zuvor diskutiert in Kapitel 2) und das Material ist eher als trockener Quarzeinkristall zu bezeichnen.

In O^+ -Orientierung wurde nur eine Probe bei ~700 MPa Umschließungsdruck verformt. Diese zeigt eine Stärke von 280 MPa und erreicht bei einer axialen Verkürzung von 7.6% „steady state“ Bedingungen (Abb.3.15).

Vergleicht man nur die Experimente 186 ATH und 189 ATH (233 ATH zeigt stark inhomogene Deformation), welche einen gleichen Aufbau der Deformationszelle hatten, ist kein deutlicher Unterschied zwischen den beiden Orientierungen festzustellen (Abb.3.15). Im Gegensatz zu Kroneberg und Tullis (1984), in deren Studie an polykristallinen Quarziten ein Einfluss des Umschließungsdruckes auf die Stärke des Materials beobachtet werden konnte, ist dies bei dem hier deformierten Einkristall nicht eindeutig nachzuweisen. Jedoch ist dies sehr wahrscheinlich auf die Heterogenität des Ausgangsmaterials zurückzuführen als auch auf die geringe Daten Menge.

Experimente bei Bedingungen von $P_c = 1500 \text{ MPa}$, $T = 700^\circ\text{C}$ und 800°C

Einige wenige Experimente wurden bei niedrigeren Temperaturen von 700°C und 800°C durchgeführt. In $\perp m$ -Orientierung zeigt der Quarz bei 700°C eine Differentialspannung von über 1600 MPa (Abb.3.16). Nach Erreichen der maximalen Spannung wird die Probe bis zum Ende des Experimentes immer schwächer. Die erreichte axiale Verkürzung von 16.6% ist jedoch nicht komplett auf die Probe übertragen wurden, da der Al_2O_3 -Stempel während des Experimentes gebrochen ist und einen Teil der Verkürzung aufgenommen hat. Dies ist feststellbar am Probendünnschliff, welcher eine geringere Verkürzung aufweist als aus den mechanischen Daten errechnet wurde. Die Probe bei 700°C ist vorwiegend bruchhaft verformt (Kapitel 4), was konsistent mit den hohen Differentialspannungen (über dem Goetze-Kriterium von $\sigma_1 = P_{\text{conf}}$) ist.

Bei 800°C ist das Material bereits um etwa die Hälfte schwächer und hat eine Differentialspannung von ~800 MPa und erreicht mit zunehmender Deformation den

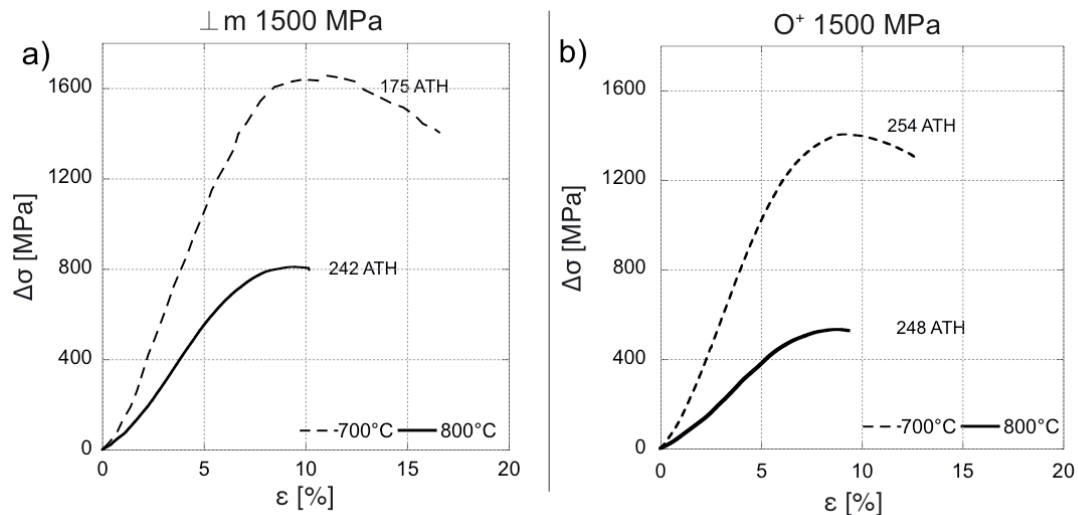


Abbildung 3.16: Verformungskurven – axiale Verkürzung (ε) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$) – für 1500 MPa bei 700°C und 800°C a) $\perp m$ Orientierung und b) in O^+ Orientierung.

Zustand des „steady state“. Auch hier ist die Verformung noch durch bruchhaftes Verhalten beeinflusst (siehe Kapitel 4).

In O^+ -Orientierung sind die Proben bei gleichen Bedingungen jeweils schwächer, ca. 1400 MPa bei 700°C und 530 MPa bei 800°C (Abb.3.16). Auch in O^+ -Orientierung findet bei 700°C nach Erreichen der maximalen Differentialspannung eine Probenschwächung statt, und bruchhafte Verformung dominiert die Mikrostrukturen. Bei 800°C wird wahrscheinlich ein „steady state“ Zustand erreicht (zur genaueren Bestimmung wären Experimente mit höherer Gesamtdeformation notwendig), und die bruchhafte Komponente an der Verformung ist geringer (Kapitel 4) als in $\perp m$ -Orientierung.

Temperaturabhängigkeit bei $P_c = 1500 \text{ MPa}$

Anhand der Experimente bei verschiedenen Temperaturen kann beobachtet werden wie die Stärke des Quarzkristalls mit zunehmender Temperatur abnimmt (Abb.3.17). Dabei ist auffällig, dass die Proben in O^+ -Orientierung bei 700°C und 800°C jeweils schwächer sind als Proben in $\perp m$ -Orientierung bei gleichen Bedingungen. Die Erniedrigung der Differentialspannung zwischen 700°C und 800°C ist bei beiden Orientierungen ähnlich (ca. 800 MPa und 700 MPa). Es ist zu erkennen, dass zwischen 800°C und 900°C erneut eine Verringerung der Differentialspannung auftritt, die in $\perp m$ -Orientierung ca. 600 MPa und in O^+ -Orientierung rund 400 MPa beträgt, während zwischen 900°C und 1000°C bei maximalen Differentialspannungen beider Orientierungen nur sehr geringe Unterschiede

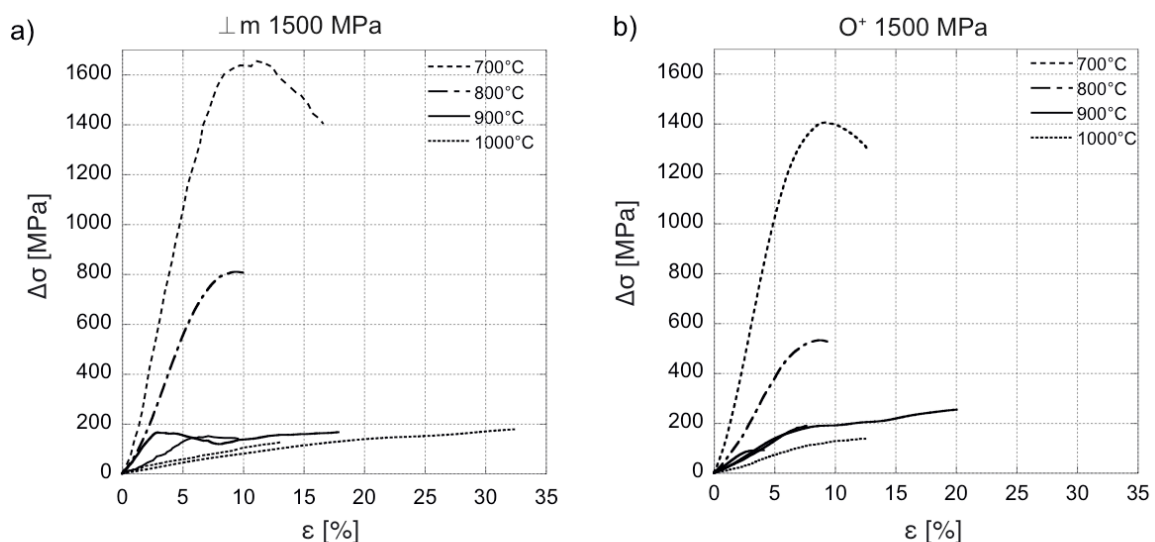


Abbildung 3.17: Verformungskurven – axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$) – für unterschiedliche Temperaturen bei 1500 MPa Umschließungsdruck a) $\perp m$ Orientierung und b) in O^+ Orientierung.

auftreten (Abb. 3.17). Der genaue Betrag kann aufgrund der HP Problematik bei 1000°C nur grob abgeschätzt werden. Sehr auffällig bei den 900°C Experimenten ist vor allem die Abwesenheit eines klaren „yield points“ bei den 1000°C Experimenten.

Die Tatsache, dass bei 700°C die maximalen Differentialspannung im Bereich des Goetze-Kriteriums liegen und die Proben bruchhafte Deformation zeigen, lässt darauf schließen, dass Plastizität bei diesen Temperaturen und Verformungsraten von $\sim 1 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ in den unrekristallisierten Proben kaum eine Rolle spielt. Die maximale Differentialspannung in Experimenten bei 800°C liegt eindeutig in einem Bereich, wo reibungskontrollierte Deformation nicht zu erwarten ist. Dennoch tritt bruchhafte

Deformation noch auf (vgl. Kapitel 4), so dass die Proben im Bereich der „brittle-plastic transition“ deformiert sind. Erst im Übergang zu 900°C tritt volle Plastizität der Deformation auf, so dass geschlossen werden kann, dass der Übergang zu kristallplastischer Deformation zwischen 800°C und 900°C bei Deformationsraten von $\sim 1 \cdot 10^{-6} \text{s}^{-1}$ erfolgt. Somit sind 900°C bei diesen Deformations-Bedingungen als „Tieftemperatur-Plastizität“ anzusehen. Da Erholung nur begrenzt auftritt und Rekristallisation in den Proben, die bei 900° und 1000°C deformiert wurden, weitgehend abwesend ist (Kapitel 4), ist der geringe Unterschied in der maximalen Differentialspannung zwischen diesen Bedingungen verständlich, denn die Deformation ist bei den geringen maximalen Verformungsbeträgen eher durch Gleiten als durch Kriechen dominiert.

Druckabhängigkeit bei T = 900°C

In Abbildung 3.18 sind die Verformungskurven der Experimente abgebildet, welche bei verschiedenen Umschließungsdrücken durchgeführt wurden, um diese genauer miteinander zu vergleichen. Dabei ist die Probe 233 ATH der Vollständigkeit wegen mit abgebildet. Diese wird aber nicht weiter berücksichtigt, da sie, wie zuvor erläutert, aufgrund der inhomogenen Verformung nicht repräsentativ ist.

In $\perp m$ -Orientierung kann zwischen 1000 MPa und 1500 MPa Umschließungsdruck kein systematischer Unterschied der Differentialspannung festgestellt werden (Abb. 3.18). Allerdings zeigt die Probe bei 700 MPa Umschließungsdruck eine deutliche Erhöhung der Differentialspannung. Es kann aufgrund der geringen Anzahl von Experimenten und aufgrund der nur geringen Änderung in der Differentialspannung bei hohen Umschließungsdrücken keine klare inverse Druckabhängigkeit vom Umschließungsdruck in $\perp m$ -Orientierung gezeigt werden, nur ist es deutlich, dass bei tiefen Umschließungsdrücken von 700 MPa die Proben stärker sind.

In O^+ -Orientierung ist zwischen 700 MPa und 1000 MPa Umschließungsdruck eine Reduktion der Differentialspannung zu erkennen. Tendenziell sind auch die Differentialspannungen bei den 1500 MPa Experimenten niedriger, obwohl der Unterschied nicht für alle Experimente gilt (Abb. 3.18). Auch für die O^+ -Orientierung ist der Datensatz zu klein, um eine klare Druckabhängigkeit zu beweisen, aber ein gewisser Trend zu sinkenden Differentialspannungen bei zunehmendem Umschließungsdruck ist festzustellen. Es ist zu erkennen, dass die Änderung der Differentialspannung der Proben in O^+ -Orientierung deutlicher ausfällt als in $\perp m$ -Orientierung.

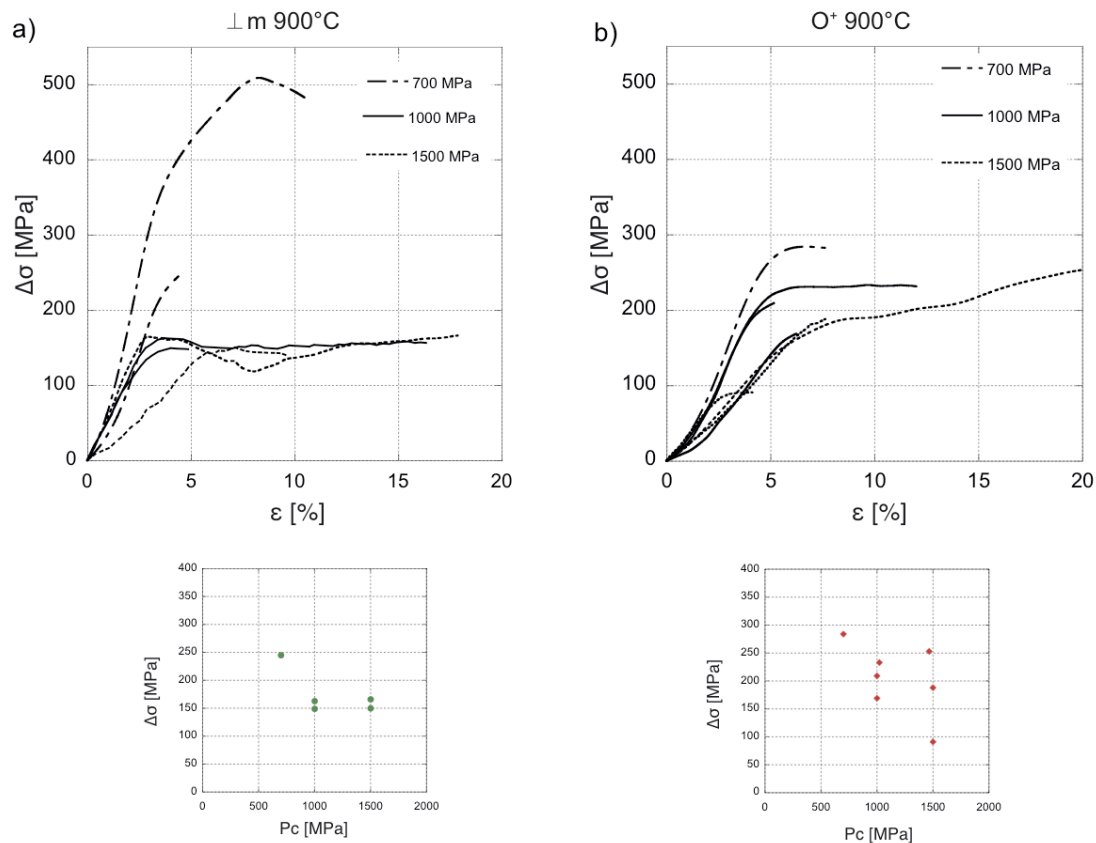


Abbildung 3.18: Spannungs-Verformungsdiagramm – axiale Verkürzung (ε) gegen Differentialspannung ($\Delta\sigma$) – für unterschiedliche Umschließungsdrücke bei 900°C und Punktplot Umschließungsdruck (P_c) gegen die maximale Differentialspannung ($\Delta\sigma$) a) $\perp m$ -Orientierung und b) in O^+ Orientierung.

Besonderheiten der Deformation in $\perp m$ Orientierung – Axiale Verkürzung

Wie bereits erwähnt, wurden Proben in $\perp m$ -Orientierung, welche eine deutlich konvexe Wölbung aufweisen und nicht über die gesamte Probenlänge einheitlich verformt sind, nochmals genauer im Dünnschliff ausgemessen (Kapitel 3.3.2). Dadurch wurde die Verkürzung des stark verformten Teiles genauer bestimmt. Wobei der Bereich, welcher optisch unverformt ist, nicht mit in eine erneute Berechnung der axialen Verkürzung eingeht (RigC4). In Tabelle 3.2 sind die Ergebnisse der Messungen aufgelistet.

Die axiale Verkürzung der verformten Bereiche ist zwischen 25 bis 50% größer als die der gesamten Proben. Dabei lässt sich kein Zusammenhang zwischen der gesamten axialen Verkürzung und der Verkürzung des stärker deformierten Teils feststellen. Diese Berechnungen zeigen an, dass die axiale Verkürzung beschränkt auf den sichtbar verformten Bereich, deutlich größer ist, als die der gesamten Probe. Da diese Beobachtungen nur für eine Orientierung möglich ist und nur für einige wenige Proben, können hierzu keine weiteren Aussagen gemacht werden.

Tabelle 3.2: Axiale Verkürzungen der gesamten Proben vs. axiale Verkürzung des stärker verformten Teils innerhalb einer Probe.

Exp. Nr.	Ausgangslänge [mm]	Länge des undeformierten Teiles [mm]	Axiale Verkürzung im deformierten Teil [%]	Axiale Verkürzung der gesamten Probe [%]
144 ATH	12.996	4.377	7.3	4.9
146 ATH	12.891	3.022	21.4	16.4
190 ATH	13.035	4.366	27.5	18.3
199 ATH	11.359	2.339	14.1	11.3

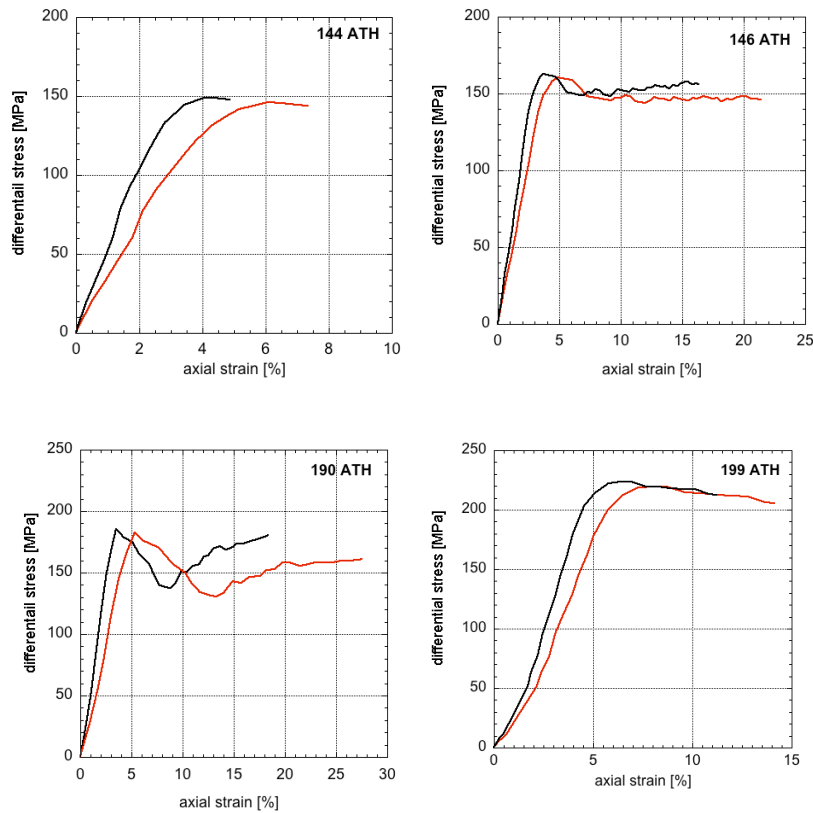


Abbildung 3.19: Verformungskurven – axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differentialspannung ($\Delta\sigma$) – schwarze Linie zeigt die axiale Verkürzung der gesamten Probe, die rote Linie repräsentiert die axiale Verkürzung des deformierten Teiles.

Kapitel 4

Mikrostrukturen

Die Mikrostrukturen werden anhand ausgewählter, repräsentativer Proben genauer beschrieben. Dabei dienen zur Klassifikation ausschließlich Experimente, welche bei $T = 900^{\circ}\text{C}$ und Umschließungsdrucken von 1000 MPa und 1500 MPa durchgeführt wurden. Diese werden anschließend im Detail beschreiben. Des Weiteren werden in diesem Kapitel, mikrostrukturelle Entwicklungen bei Änderungen der Deformationstemperatur beschrieben. Zur Auswertung und Beschreibung wurden neben Polarisationsmikroskopie zusätzlich EBSD, CL, CC, TEM sowie CIP angewandt. Die Mikrostrukturen sind jeweils für die gewählten Probenorientierungen beschrieben und werden miteinander verglichen. In der Diskussion dieses Kapitels werden die zuvor besprochenen mechanischen Daten in Verbindung zu den auftretenden Mikrostrukturen gestellt, ebenso wie zum Wasserneueverteilung aus Kapitel 2. Um eine genauere Vorstellung vom Ausgangsmaterial – mikrostrukturell – zu bekommen, wird dieses vorab etwas genauer charakterisiert. Alle Abbildungen sind so dargestellt, dass die Probenverkürzungsrichtung stets senkrecht zur oberen Bildkante ist.

4.1 Mikroskopische Methoden

4.1.1 Computer integrierte Polarisationsmikroskopie (computer-integrated polarization microscopy - **CIP**)

Dies Methode kombiniert Polarisationsmikroskopie und Bildanalysetechnik miteinander um die c-Achsen Orientierung uniaxaler Mineral zu messen (Panozzo-Heilbronner and Pauli, 1993, Heilbronner, 2000, b; Heilbronner und Tullis, 2006, Heilbronner, <http://pages.unibas.ch/earth/micro>). Dabei werden die gemessenen [c]-Achsen Orientierungen durch zweidimensionale Farbtafeln (color look-up tables, CLUTs) visualisiert.

Zur Analyse wurden polierte Dünnschliffe (20 μm bis < 30 μm) mit einem Zeiss Axioplan Mikroskop unter Vergrößerungen von 2.5fach bis 20fach betrachtet und mit

einer Axiocam Digitalkamera aufgenommen. Die Berechnungen der [c]-Achsen Orientierung wurden mit der CIP Methode nach Heilbronner-Panozzo und Pauli (1993) und Heilbronner (2000) durchgeführt. Die Charakterisierung eines Einkristalls mit ausgeprägtem Einzelmaximum ist durch diese Methode etwas erschwert, da die Berechnung der [c]-Achsen Orientierungen über die unterschiedlichen Grauwerte der Minerale vorgenommen wird. Dabei wird der Azimuth aus 18 Bilder mit rotierten, polarisierten Richtungen bestimmt. Die Inklination wird durch ein zirkular polarisiertes Bild (0° - 90°) sowie durch die gekippten Bilder (2, volle Inklination 0° - 180°) erreicht. Auf Grund der nur geringen Änderungen der Grauwerte bei einem Einkristall, wurde ein interner Standard, in Form eines undeformierten Quarzkristalls senkrecht zur c-Achse präpariert, verwendet, um für die O^+ -Orientierung den Grauert seines Kornes mit senkrecht stehender c-Achse zu bestimmen (im zirkular polarisiertem Bild). Bei Aufnahmen der $\perp m$ -Orientierung konnten auf Grund zum Teil hoher, lokaler [c]-Achsen-Misorientierung und vereinzelt auftretender rekristallisierter Quarzkörner (Kapitel 4.2) stets Bereiche ausgewählt werden in denen die nötigen Grauwertinformationen vorhanden waren. Eine weitere Änderung wurde bezüglich der CLUTs vorgenommen. Da in polykristallinen Proben meist unterschiedliche [c]-Achsen Orientierungen auftreten, sind 180° mal 180° Farbtafeln erforderlich. Für Einkristalle ist es teilweise günstiger, Farbtafeln für kleinere Bereiche (z.B. 30° mal 10°) anzufertigen um Änderungen in der [c]-Achsen Orientierung farbig hervorzuheben. Die Orientierungsbilder dieser CLUTs können zum Beispiel im Mikrostruktur-Atlas betrachtet werden. Des Weiteren ist es mit der CIP Methode möglich, verschiedenste [c]-Achsen-Misorientierungen (Misor) bezogen einer Referenzrichtung zu berechnen sowie Orientierungsgradienten zwischen der [c]-Achsen Orientierung benachbarter Pixels (edge-images) zu bestimmen.

4.1.2 Elektronen Backscattered Diffraction (**EBSD**)

EBSD ist eine Rasterelektronenmikroskop (REM, engl. SEM) Technik, bei welcher durch Beugung von Rückstreuelektronen charakteristische Linien entstehen - Kikuchi-Linien – die eine genaue Analyse der kristallographischen Orientierung von kristallinen Proben ermöglicht (z.B. Randel & Engler, 2000). Am Institut für Geologie der Universität Bern wurden an einem Zeiss EVO 50 REM ausgestattet mit einer Digiview II EBSD Kamera und dem OIM Softwarepaket die kristallographischen Orientierungen der Proben gemessen. Die Einweisung ins Gerät sowie weitere

Hilfestellungen wurde durch Prof. Dr. M. Herwegh geleistet. Die polierten Dünnschliffe wurden zuvor mit einer SYTON-Flüssigkeit (Fynn & Powell, 1979; Lloyd, 1987) poliert, je nach Probe zwischen 20 min und 65 min (Appendix E), um mögliche gute EBSPs (Elcectron Back-Scatter Patterns) zu erhalten. Die Raster wurden bei niedrig Vakuum von 10 Pa mit einer Beschleunigungsspannung von 10 kV und einem Probenstrom von 20 nA aufgenommen. Dabei war die Probe um 70° zum Strahl geneigt und der Arbeitsabstand betrug zwischen 14 mm und 22 mm. Die Scannrate betrug 510 µs/pixel. Die Aufnahmen wurden mit Schrittweiten von 1 bis 6 µm durchgeführt. Die berechneten Eugler Winkel Bilder, welche die kristallographische Orientierung beschreiben, wurden anschließend in [c]-Achsen Orientierungsbilder (COI) umgerechnet. Die EBSD-Polfiguren wurden ebenfalls mit der OIM Software berechnet, sind für die obere Halbkugel dargestellt und mit einer halben Kernelbreite von 10° sowie einer harmonischen Entfaltung von 20 Iteration berechnet. Die Konturierungen der Polfiguren sind das Vielfache einer Gleichverteilung und stets in logarithmischen Abständen abgebildet.

4.1.3 Kathodolumineszenz (CL) und Charge Contrast (CC)

CL- als auch CC Aufnahmen wurden an unbedampften, polierten Dünnschliffen durchgeführt, die Behandlung mit der SYTON-Flüssigkeit für die entsprechenden EBSD-Aufnahmen wurde stets nach den CL-Aufnahmen vorgenommen. Die Aufnahmen erfolgten ebenfalls am Geologischen Institut der Universität Bern durch die Einweisung und Hilfestellung von Prof. Dr. Marco Herwegh, am Zeiss EVO 50 REM ausgestattet mit einem Gatan Mono CL 3. Die Aufnahmen fanden für alle hydrostatischen sowie deformierten Proben bei niedrig Vakuum von 20 Pa statt. Für das Ausgangsmaterial, wurde ein niedrig Vakuum von 10 Pa gewählt. Des weiteren, wurden für CL- Aufnahmen ein Beschleunigungsstrom von 10 kV und ein Probenstrom von 10 nA verwendet. Bei CC – Aufnahmen betrug der Beschleunigungsstrom 16 kV und der Probenstrom 2.3 nA. Die Scannrate betrug jeweils 510 µs/pixel. Die CL Signale werden dabei von einem Photomultiplier (PTM) detektiert, welcher den Spektralbereich von 185 nm bis 850 nm abdeckt. CC-Bilder werden über ein Szintillationsdetektor System (gaseous scintillation detection system, GSD) aufgenommen. Dieses System registriert Photonen des Stickstoffgases und sekundär Elektronen (Morgan und Phillips, 2006) dabei liegt die Effizienz im Wellenlängen Bereich von 300 nm bis 530 nm (Lehmann, persönliche Mitteilung).

4.2 Klassifizierung der Mikrostrukturen in Experimenten bei Temperaturen von 900° und Umschließungsdrucken von 1000 MPa und 1500 MPa

Die Klassifizierung der Mikrostrukturen erfolgt aufgrund von Beobachtungen an experimentell deformierten Proben bei Temperaturen von 900°C. Dabei sind die Anordnung der Mikrostrukturen relativ zur Verkürzungsrichtung (Probenzylinder, P) und relativ zur Kristallorientierung (X) von großer Bedeutung. Des Weiteren sind die Begrenzungen bzw. Übergänge sowie die [c]-Achsen Misorientierungen zum umgebenden Material (Kristall) ausschlaggebend. Im weiteren Verlauf werden dazu die Begriffe der Kleinwinkelgrenzen (LABs) und der Großwinkelgrenzen (HABs) verwendet. Eine Unterscheidung zwischen LABs und HABs wird durch den Winkel gegenüber einer gewählten Referenzrichtung, hier Hauptkristallorientierung (H – host), z.B. Halfpenny et al. 2006) festgelegt. LABs zeichnen sich durch [c]-Achsen Misorientierungen $< 10^\circ$ aus, wogegen HABs durch Misorientierungen $> 10^\circ$ auffallen (z.B. Drury and Urai 1990, Shigematsu et al. 2006). Zur Klassifizierung der hier beobachteten Mikrostrukturen ist eine weitere Untergliederung dieser Begriffe in a) weite (w), b) schmale (n) sowie c) „perfekte“ (p) LAB und HAB notwendig. In Abbildung 4.1 sind diese in schematischen Profilen dargestellt und verdeutlichen die typischen Steigungen in [c]-Achsen Misorientierungsprofilen.

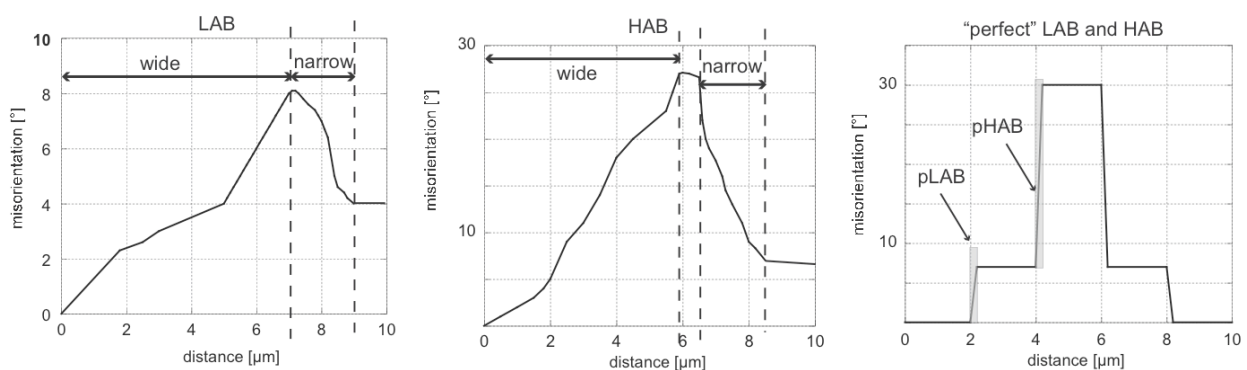


Abbildung 4. 1: Schematische [c]-Achsen Misorientierungsprofile der beobachteten typischen LAB und HAB. a) Weite LAB und schmale LAB. b) Weite HAB und schmale HAB. c) Perfekte LAB und HAB.

WLABs oder wHABs erstrecken sich über Bereiche von $\geq 3 \mu\text{m}$. Als schmale Grenzen gelten solche, die einen Übergang auf einer Distanz von weniger als $3 \mu\text{m}$ vollziehen. Dabei können die Übergänge gleichmäßig oder schrittweise stattfinden. Von pLAB bzw. pHAB kann gesprochen werden wenn die entsprechende Winkeländerung über einen Bereich von weniger als $1 \mu\text{m}$ stattfindet (Abb.4.1c).

Die Klassifizierung wird für beide Probenorientierungen ($\perp m$ und O^+) gemeinsam vorgenommen und dient zur Abgrenzung der Mikrostrukturen voneinander. Außerdem lassen sich bereits erste charakteristische Unterschiede als auch identische Eigenschaften der Mikrostrukturen der beiden Orientierungen erkennen. Ausführliche Beschreibungen sowie Besonderheiten und Detailabbildungen werden in den folgenden Kapiteln vorgenommen und anschließend diskutiert.

In Tabelle 4.1 sind alle charakteristischen Eigenschaften der Mikrostrukturen beider Orientierungen dargestellt. Zusätzlich befinden sich in dieser Tabelle Informationen darüber, wie die entsprechenden Mikrostrukturen im Verlauf dieser Forschung und in damit verbundenen Veröffentlichungen (Konferenzbeiträge, Appendix G) bezeichnet wurden. In den Abbildungen 4.2 und 4.3 sind die Mikrostrukturen schematisch dargestellt. In den Übersichtsabbildungen (4.2, 4.3) ist stark vereinfacht gezeigt, in welchen Bereichen die entsprechenden Mikrostrukturen auftreten (Nummerierungen). Aus Vollständigkeitsgründen sind in diesen auch rekristallisierte Quarzkörner (4) mit berücksichtigt, die in den folgenden Kapiteln besprochen werden, aber nicht in der Klassifikation berücksichtigt werden, da rekristallisierte Quarzkörner nur lokal und nicht in allen Proben auftreten.

1) Deformationslamellen (DL) sind planare Elemente, deren Spur sich im Lichtmikroskop unter einfach polarisiertem Licht besonders gut durch die Becke Linie erkennen lassen (z.B. Fairbairn 1941, Carter 1971; Drury 1993; Passchier and Trouw 2005). Mit gekreuzten Polarisatoren sind sie aufgrund ihrer unterschiedlichen Auslöschungsrichtung im Kristall gut zu beobachten (z.B. Christie et al., 1964, Christie and Ardell, 1974). Ein wichtiges Kriterium zur Bestimmung der DL ist ihre Breite (t) (Christie and Raleigh, 1959, historical review; Christie et al., 1964), die in den hier vorliegenden Proben $\leq 5 \mu\text{m}$ beträgt. Die Begrenzungen der DL zum Kristall sind klare Diskontinuitäten. Ihre Spur ist in der $\perp m$ -Orientierung zwischen 20° bis 30° gegenüber σ_1 geneigt (Probenrichtung). In O^+ -Orientierung beträgt der Winkel zu σ_1 zwischen 50° und 60° . Bezüglich der Kristallrichtung sind die DL in $\perp m$ Proben subparallel zu den $[a]$ -Achsen. DL der O^+ -Orientierung sind zum Teil subparallel zur

Tabelle 4.1: Charakteristische Merkmale der Mikrostrukturen ($T=900^{\circ}\text{C}$, $P_c=1000\text{MPa}$ und 1500MPa)

Mikrostrukturen	typische Merkmale		am häufigsten beobachtet – ausgebildet $\perp m$	frühere Bezeichnung
	$\perp m$	O^+		
1) Deformations- lamellen DL	geometrisch: $t = (1 \leq t \leq 5) \mu\text{m}$ $l = (50 \leq t \leq 150) \mu\text{m}$ $sp \leq 6 \mu\text{m}$ \parallel Prismenfläche $\alpha_P (20 \leq \alpha \leq 30)^{\circ}$ optisch: •Becke Linie •diskrete Begrenzung •gradlinig	geometrisch: $t = (1 \leq t \leq 5)$ $sp \leq 12 \mu\text{m}$ \parallel Basalfläche und Spur $[c]$ -Achse $\alpha_P (50 \leq \alpha \leq 60)^{\circ}$ optisch: •Becke Linie •diskrete Begrenzung •gewellt	in gering verformten Bereichen ($\leq 10\%$ a.V.) O^+ in stark verformten Proben ($\geq 10\%$ a.V.)	
2) Deformations- bänder DB	geometrisch: $t = (30 \leq t \leq 100) \mu\text{m}$ $\beta_{1,2,P} (30 \leq \alpha \leq 60)^{\circ}$ $\beta_1 < \beta_2$ $\beta_t \approx 90^{\circ}$ optisch: •diffuse Begrenzungen •undulöse Auslöschung längs und quer DB	geometrisch: $t = (40 \leq t \leq 80) \mu\text{m}$ $\beta_P \approx 50^{\circ}$ \parallel [Spur $[c]$ -Achse optisch: •deutliche Begrenzungen \parallel $[c]$, diffus oder keine $\perp [c]$ •undulöse Auslöschung quer DB	in allen Bereichen Zunahme von t mit zunehmender a.V. in allen Proben Zunahme von t und l mit zunehmender a.V.	$\perp m$ konjugierte DB O^+ kink bands
3) Deformations- zonen DZ	geometrisch: $t = (40 \leq t \leq 100) \mu\text{m}$ $\gamma_P \approx 90^{\circ}$ \parallel Prismenfläche optisch: •deutliche Begrenzung $\perp \sigma_1$, diffus $\parallel \sigma_1$ •undulöse Auslöschung längs DZ	geometrisch: $\gamma_P = (45 \leq \gamma_P \leq 55)^{\circ}$ \parallel Baselfläche $\gamma_1 (4 \leq \gamma_1 \leq 12)^{\circ}$ optisch: •Konzentration von DB •Begrenzung durch Länge DB und Probenränder	in stark verformten Bereichen ($\geq 10\%$ a.V.) in gering verformten Proben ($\leq 10\%$ a.V.)	$\perp m$ nicht separat benannt O^+ shear zone boundaries

 $p \rightarrow$ Probenrichtung, a.V. \rightarrow axiale Verkürzung

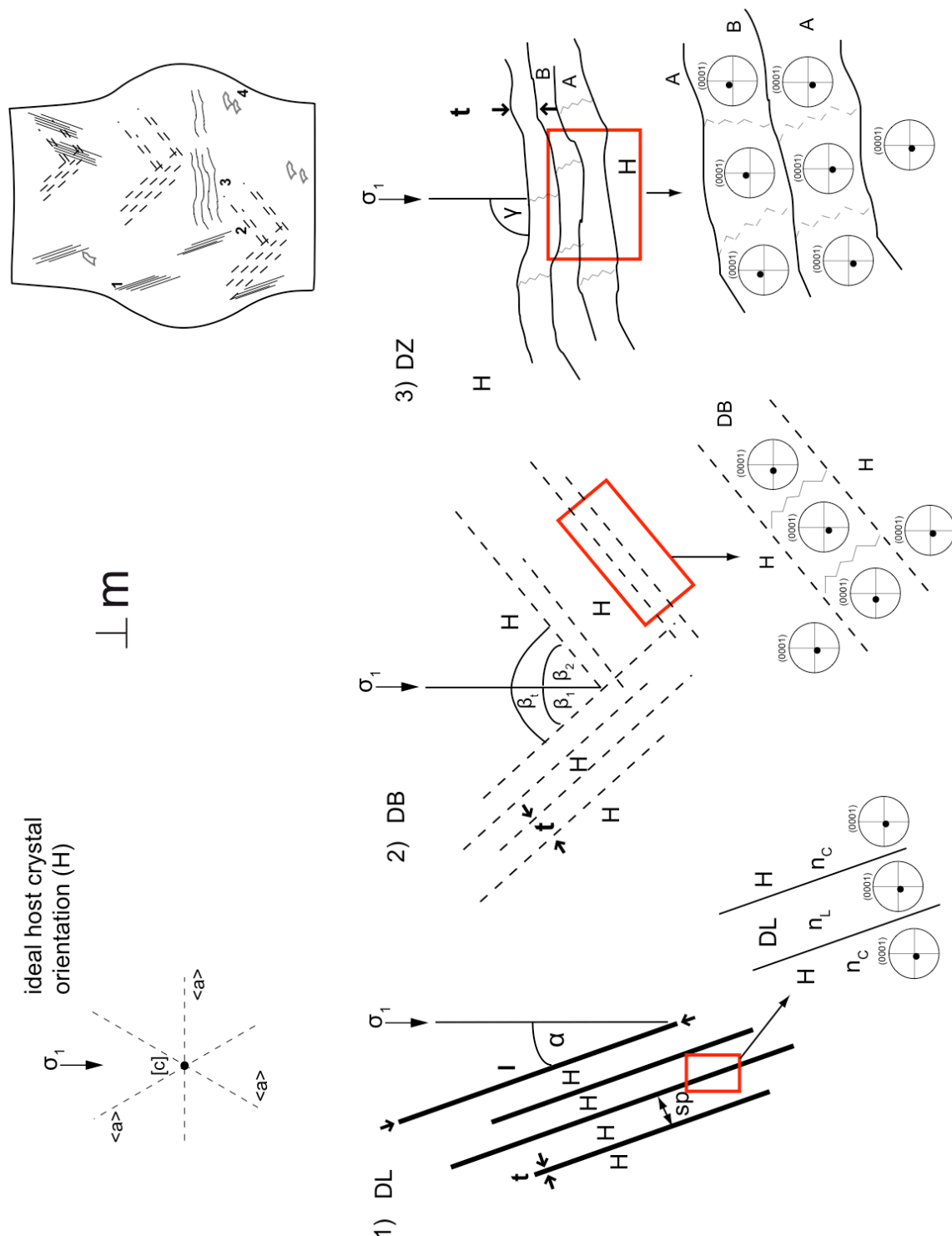


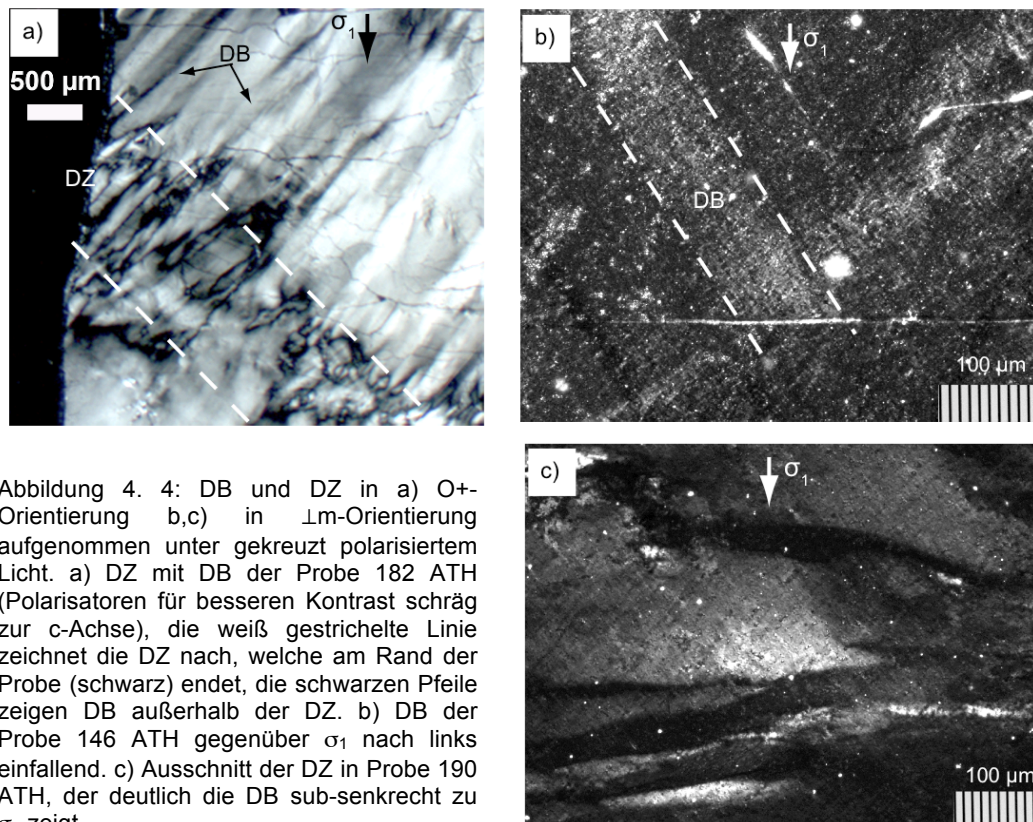
Abbildung 4. 2: Schematische Übersichtsdarstellung der Mikrostrukturen in $\perp m$ Orientierung ausgehende von der idealen Kristallorientierung (a). 1) Deformationslamellen (DL), 2) Deformationsbänder (DB), 3) Deformationszonen (DZ). Die rechteckige Markierung zeigt jeweils einen vergrößerten Ausschnitt um die $[c]$ -Achsen Orientierung deutlich darzustellen. b) Ideal verformte Probe die zeigt an welchen Stellen innerhalb der Probe die Mikrostrukturen bevorzugt auftreten.

zur Spur der Basalfläche, zum Teil subparallel zu Spur der [c]-Achse, wobei letztere seltener zu beobachten sind. Die Spuren der DL subparallel zur Basalfläche sind gleichmäßig gebogen, im Gegensatz dazu verlaufen DL subparallel zur Spur der [c]-Achse und die der $\perp m$ -Orientierung immer geradlinig. Untereinander sind DL stets parallel zueinander ausgerichtet. Die gebogenen DL sind häufig über lange Distanzen zu beobachten (≤ 1 mm), wogegen die gradlinigen nur bis zu 150 μm lang werden. In $\perp m$ -Orientierung treten DL vorwiegend in gering verformten ($\leq 10\%$ strain) Proben und Bereichen auf, in O^+ -Orientierung hingegen treten sie häufiger in stärker ($\geq 10\%$ strain) verformten Proben auf.

2) Deformationsbänder (DB) der $\perp m$ -Orientierung lassen sich besonders durch ihre Breite (t) (Christie and Raleigh, 1959, Christie et al., 1964) von 30 μm (low strain) bis 100 μm (high strain) deutlich von den DL unterscheiden. Auffällig ist dabei, dass die Breite mit zunehmender axialer Verkürzung der Probe zunimmt. Im Unterschied zu den DL sind bei DB nie Becke-Linien zu beobachten. Ihre Begrenzungen zum umgebenden Kristall sind eher diffus (Abb.4.4b). Eine Bestimmung der Länge konnte daher nicht vorgenommen werden. DB treten oft als konjugierte Sets mit einem Öffnungswinkel von 80° bis 90° auf und können über die gesamte Probe beobachtet werden. Ein weiteres auffälliges Merkmal ist die undulöse Auslöschung vorwiegend längs der DB. Quer zu den DB ist die Auslöschung nur schwach und die [c]-Achsen Misorientierung zum Hauptkristall (H) sehr gering. Die [c]-Achsen Misorientierungen längs der DB beträgt bis zu 16° zum Kristall. Am häufigsten treten DB zwischen 35° und 60° geneigt zu σ_1 (im als auch gegen den Uhrzeigersinn) auf. Aufgrund dieser Variation können die DB keiner eindeutigen Kristallorientierung zugewiesen werden.

Deformationsbänder (DB) der O^+ -Orientierung sind zwischen 40 μm und 80 μm breit. Auch hier kann eine Verbreiterung der DB mit zunehmender axialer Verkürzung der Proben festgestellt werden. Oft sind die Probenränder die Begrenzung der DB (Abb.4.4a). Anders als in $\perp m$ -Orientierung sind O^+ -DB nur in einer Richtung ausgebildet, deren Spuren subparallel zur Spur [c]-Achse verlaufen. Die Übergänge zum umgebenden Material sind gut erkennbar, wird jedoch mit zunehmender axialer Verkürzung immer undeutlicher. Eine weitere optische Eigenschaft ist eine undulöse Auslöschung bzw. eine Zonierung innerhalb der DB. Die [c]-Achsen Misorientierung der DB zum Kristall wird mit zunehmender axialer Verkürzung größer ($\sim 4^\circ$ bis 8° low strain, $\sim 20^\circ$ high strain).

3) Deformationszonen (DZ) sind Bereiche in denen die zuvor klassifizierten Mikrostrukturen konzentriert auftreten und bei denen es sich in den beiden Orientierungen um verschiedene Phänomene handelt. In O^+ -Orientierung sind DZ durch ein gehäuftes Auftreten von DB mit leicht unterschiedlichen $[c]$ -Achsenorientierungen zu einander gekennzeichnet (Abb.4.4 a). DZ in $\perp m$ -Orientierung sind Bereich in denen DB mit Orientierungen meist sub-senkrecht zur Verformungsrichtung (σ_1) häufig auftreten (Abb.4.4 b, c). In $\perp m$ -Orientierung treten DZ nur in Proben mit hoher axialer Verkürzung ($>10\%$) auf und sind in diesen nur im zentralen Teil der Proben zu beobachten. $\perp m$ -DZ sind auffällig durch eine horizontale Anordnung der Mikrostrukturen und durch neu gebildete Quarzkörner, deren Längsachse in der Probe \pm senkrecht zu σ_1 liegen und subparallel zur Spur einer Prismenflächen sind. Häufig kann eine undulöse Auslöschung längs der DB erkannt werden. In O^+ -Orientierung sind DZ Bereiche, die vorwiegend durch die Proberänder begrenzt sind. Ihre diffusen Begrenzungen verlaufen subparallel zur Basalfläche. O^+ -DZ sind nur in Proben mit geringer axialer Verkürzung wahrzunehmen.



4.3 Das Ausgangsmaterial

Die Beschreibung des Ausgangsmaterials bezieht ebenfalls Proben ein, welche quasi hydrostatischen Bedingungen ausgesetzt waren (Tabelle 3.1), da diese das Ausgangsmaterial für das verformte Material darstellen. Dieses Kapitel soll zeigen, welche Strukturen vor der Deformation bereits vorhanden sind bzw. während der Druck- und Temperaturerhöhung entstehen.

Neben der in Kapitel 2 ausführlich beschriebenen Flüssigkeitseinschlüsse können im Material der O^+ -Orientierung vereinzelte Bereiche undulöser Auslöschung beobachtet werden. Material der $\perp m$ -Orientierung zeigt bei einer Präparation senkrecht zur $[c]$ -Achse, Bereiche die sich unter gekreuzten Polarisatoren durch eine andere Auslöschung vom übrigen Kristall abzeichnen. In Material parallel zur $[c]$ -Achse präpariert ist dieses Phänomen nicht zu erkennen. Dies verdeutlicht, dass diese Strukturen stark richtungsabhängig sind. Die auftretende kristallographische Orientierungsänderung ist nur sehr gering (Abb.4.5 a,b). Die Bereiche ähneln stark den von Carstens (1967) beschriebenen „Lineage Structures“. Diese durch Wachstum entstehende Streifung gliedert den Kristall in separate Teile, welche eine geringe Misorientierung ($2-3^\circ$) zueinander zeigen. Diese werden während des Kristallwachstums gebildet. Die Zonen treten im hier verwendeten Kristall nur in einigen wenigen Dünnschliffen auf. Daher kann davon ausgegangen werden, dass sich diese Zonierung nicht über den gesamten beprobten Bereich erstreckt. Des Weiteren können im Ausgangsmaterial sehr selten kleine, einzelne Quarzkörner von maximal $20\text{ }\mu\text{m}$ Durchmesser beobachtet werden. CL-Aufnahmen zeigen einen homogenen Kristall (Abb.4.5c). Mit SEM-CL- sowie CC-Aufnahmen konnten keine Hinweise auf weitere Phasen sowie weitere Wachstumszonen nachgewiesen werden. TEM-Aufnahmen des Ausgangsmaterials sind nahezu frei von Versetzungen. In hydrostatischen Experimenten konnten durch EBSD – Messungen Dauphiné Verwilligungen bestimmt werden (Abb.4.6). Während der langsamen Druck- und Temperaturerhöhung bilden sich durch Dekrepitation der Flüssigkeitseinschlüsse vermehrt Mikrobrüche (Kapitel 2). Ein Großteil dieser Brüche verheilt, bevor das eigentliche Deformationsexperiment gestartet wird. Die verheilten Brüche sind durch eine Dekoration mit Flüssigkeitseinschlüssen deutlich zu erkennen. Unabhängig der gewählten Druck- und Temperaturbedingungen für hydrostatische Experimente, lässt sich neben den bereits beschriebenen Veränderungen der Flüssigkeitseinschlüsse (Kapitel 2), vereinzelt eine geringe undulöse Auslöschung erkennen (Abb.4.5d). Darüber hinaus sind an Brüchen sowie

an Flüssigkeitseinschlüssen vereinzelt kleine einzelne Quarzkörner von bis zu 120 μm konzentriert festzustellen (Abb.4.2e,f).

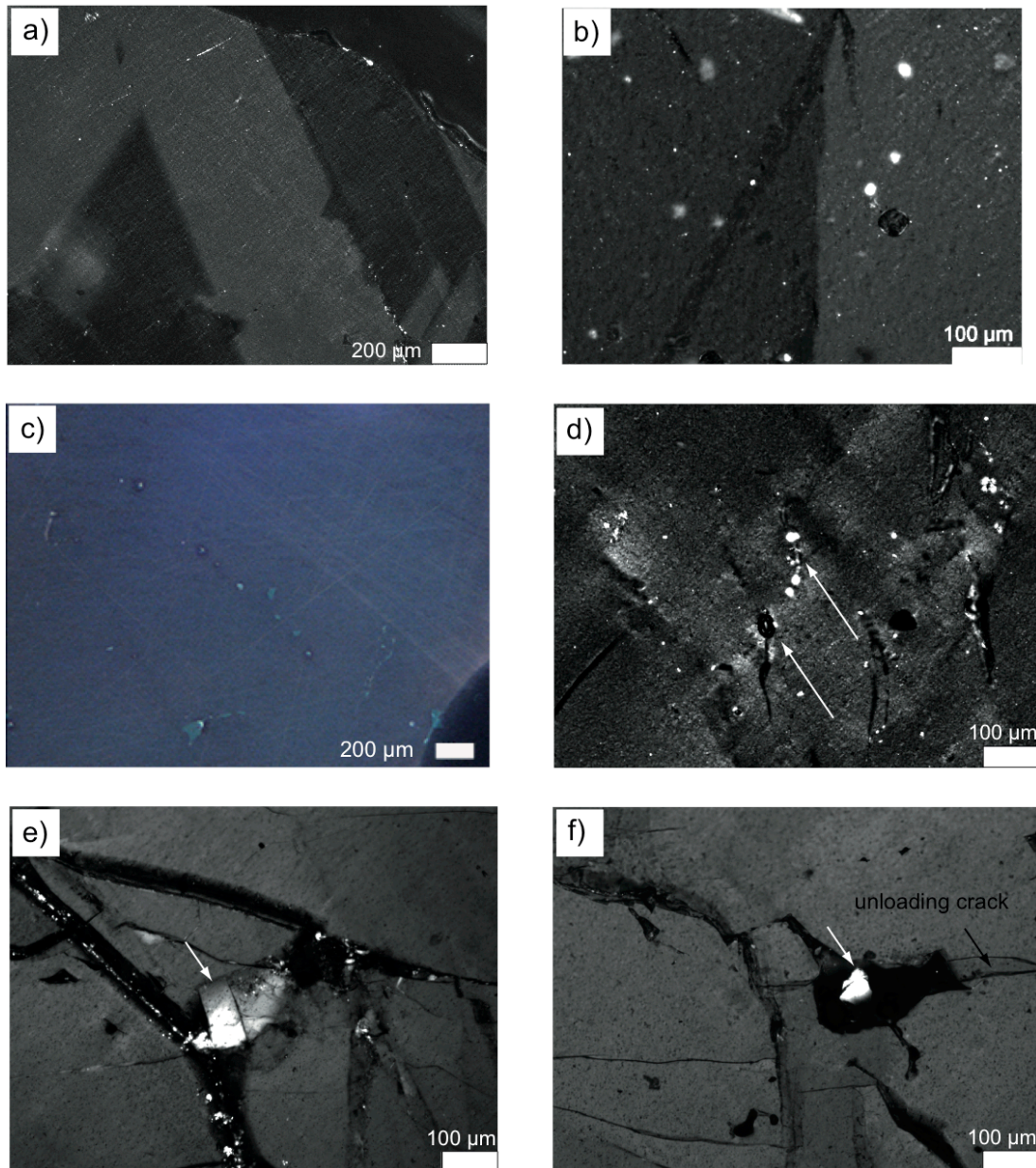


Abbildung 4. 5: Mikroskopische Übersichten des Ausgangsmaterials der $\perp m$ -Orientierung mit gekreuzten Polarisatoren außer c) (Referenzrichtung σ_1 senkrecht zur Bildoberkante). a) Wachstumszonierung (Schliff 18-1- $\perp m$). b) Waschtumszonierung (Schliff $\perp m$ 2). c) CL-Aufnahme (Schliff 18-1- $\perp m$) in der neben kleineren Flüssigkeitseinschlüssen (kleine Löcher) und Schleifspuren (Präparation) keine weiteren Strukturen zu erkennen sind. d) Undulöse Auslöschung (238 ATH) die weißen Pfeile zeigen Flüssigkeitseinschlüsse. e) Brüche und Quarzkorn im Zentrum der Probe (157 ATH, weißer Pfeil). f) Kleines Quarzkorn (weißer Pfeil) innerhalb eines dekretierten Flüssigkeitseinschlusses (157 ATH).

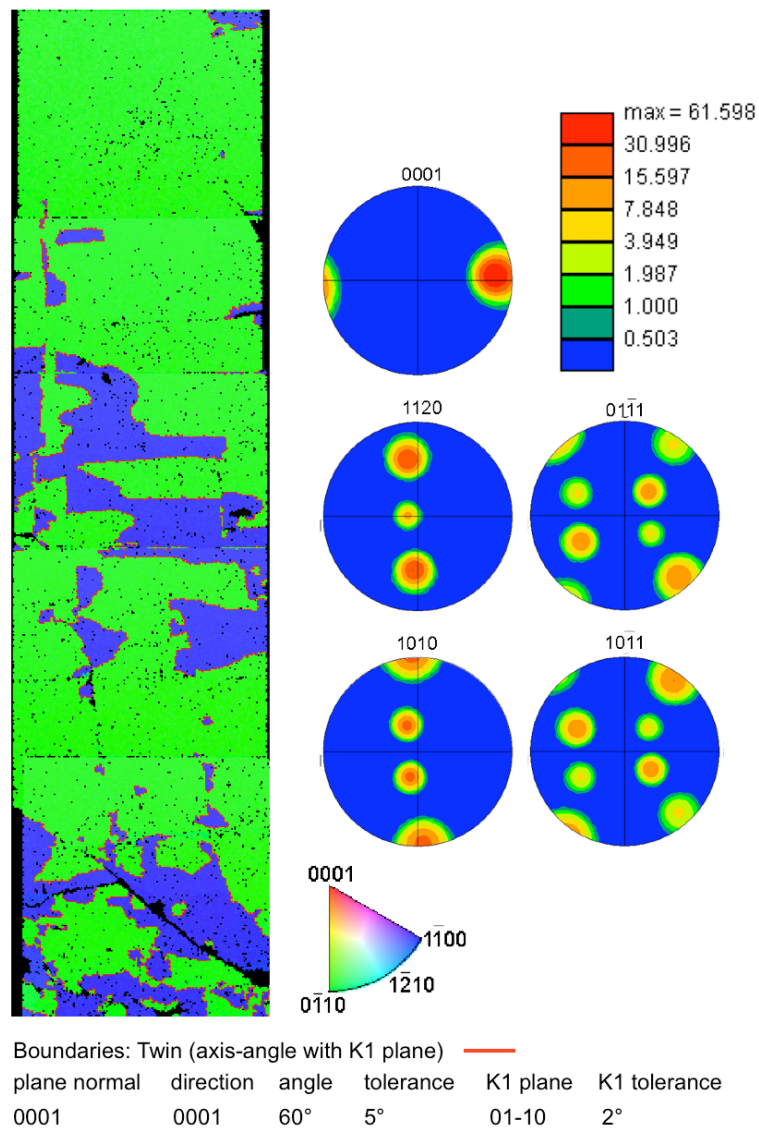


Abbildung 4. 6: EBSD-Aufnahme der Probe 157 ATH (Mosaik) koloriert entsprechend der inversen Polfigur mit Dauphiné - Zwillingsgrenzen (rote Linien) und EBSD-Polfiguren.

4.4 Mikrostrukturen in deformierten Proben mit $\perp m$ -Orientierung (900°C, 1000MPa und 1500 MPa)

Im Folgenden werden an den repräsentativen Proben 144 ATH, 146 ATH und 190 ATH Besonderheiten der zuvor klassifizierten Mikrostrukturen sowie die Probenform genauer beschrieben.

Nach beendetem Experiment zeigen die Proben eine deutliche Formänderung, vorwiegend im zentralen Teil der Proben, beziehungsweise im Bereich der höchsten Temperatur (Sitz des Thermoelements, welches nicht immer exakt im Zentrum der Probe saß). In Folge dieses Temperaturgradienten (z.B. Avé'Lallement and Charter 1971, Tullis et al., 1973, sowie Appendix F) sind die Proben über die gesamte Länge heterogen verformt. Dies macht es in einigen Fällen möglich, einen stark deformierten Teil von einem geringer deformierten Bereichen, zu unterscheiden (siehe Kapitel 3). Der deformierte Teil zeigt eine konvexe Wölbung (Abb.4.7), die mit steigender Verformung immer deutlicher ausgebildet ist und als Bereiche intern eine homogene Verformung aufweist.

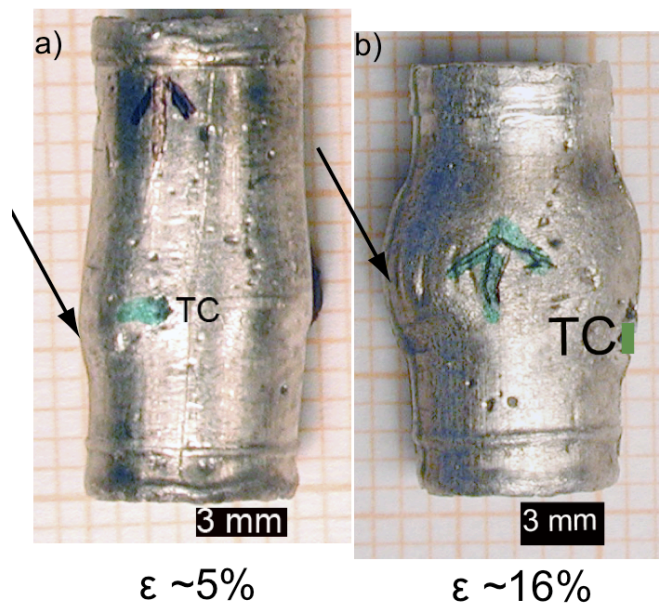


Abbildung 4. 7: Proben $\perp m$ nach der Deformation in Pt-Kapsel a) 144 ATH $\sim 5\%$ strain mit gering ausgebildeter konvexer Wölbung, b) 146 ATH mit $\sim 16\%$ strain zeigt eine starke Ausbildung der konvexen Wölbung – gekennzeichnet durch schwarze Pfeile. TC = Position des Thermoelementes.

1) Deformationslamellen (DL)

Die geradlinigen DL weisen geringe Abstände von max. 6 μm auf und sind nur über kurze Distanzen zu verfolgen. Lokal können sie bis zu 150 μm lang werden. Innerhalb einer Probe lassen sich DL beobachten, die bezüglich der Probenorientierung (σ_1) sowohl nach rechts als auch nach links geneigt sind (Abb.4.8a,b).

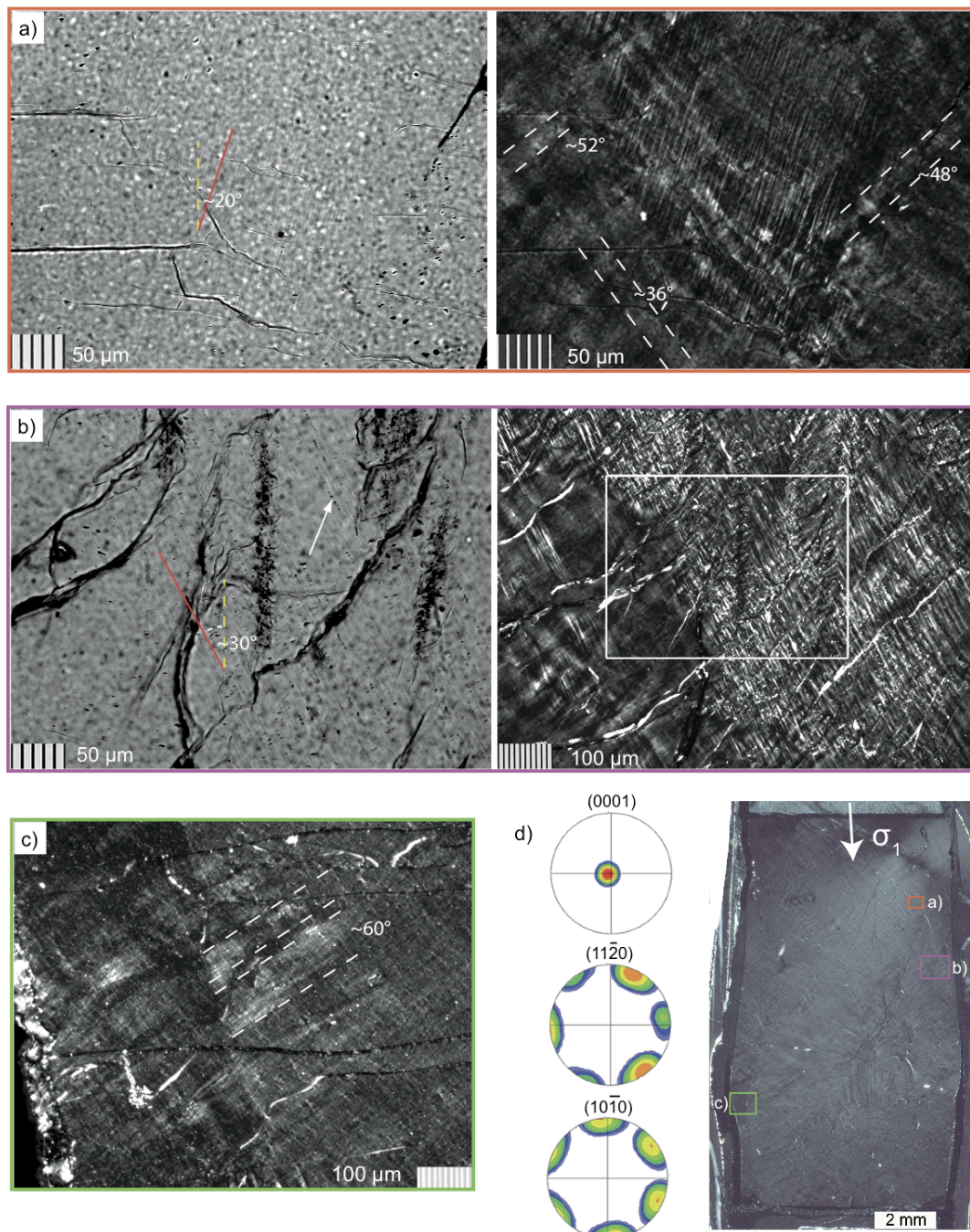


Abbildung 4. 8: Mikroskopische Übersicht DL und DB (144 ATH). Kennzeichnung in d) Scan der Probe (gekennzeichnete Polarisatoren) und den EBSD Polfiguren. a) Gegenüber σ_1 (gelbe Linie) nach rechts geneigte DL (rote Linie), links mit einfach polarisiertem Licht, rechts identischer Ausschnitt mit gekreuzten Polarisatoren, in welchem neben den DL auch DB zu erkennen sind (weiße gestrichelte Linien). b) DL gegenüber σ_1 nach links geneigt, der weiße Pfeil zeigt Flüssigkeitseinschlüsse in ähnlicher Anordnung wie die Spur der DL, rechts: Ausschnitt bei kleiner Vergrößerung mit gekreuzten Polarisatoren. c) DB ca. 60° zu σ_1 .

Außerdem gibt es einige wenige Bereiche, in denen beide Richtungen gleichzeitig ausgeprägt sind. Die DL sind in gering verformten Proben ($\leq 10\%$) und in Bereichen geringer Verformung sowie in den Randbereichen der Proben deutlicher ausgebildet als in stärker verformten Bereichen. Am seltensten treten sie in Bereichen stärkster Verformung (Zentrum) auf. Zu beobachten ist, dass sich kleinste Flüssigkeitseinschlüsse entlang von Flächen anordnen, die parallel zur Spur der DL verlaufen, besonders in Bereichen zwischen den „fluid inclusion trails“ (Abb.4.8b, 4.9). Da die Proben nach der Deformation einen sehr hohen Anteil kleinster Flüssigkeitseinschlüsse besitzen (siehe Kapitel 2), welche sich über weit größere Bereiche verteilen als die DL, kann ein Zusammenhang zwischen der Anordnung der Flüssigkeitseinschlüsse und den DL nicht eindeutig geklärt werden. In Arbeiten von zum Beispiel Böhm (1883) und Becke (1892), wurden DL häufig als planare Strukturen bestehend aus winzigen, eng beieinander liegenden Einschlüsse beschrieben (Böhm-Lamellen; Böhm, 1883). Die hier beobachteten DL sind zum Teil mit kleinsten Flüssigkeitseinschlüssen dekoriert und dies jedoch nur selten über die ihre gesamte Länge. DL selbst zeigen keine Orientierungsänderung der [c]-Achsen und können daher in CIP-Aufnahmen als auch in den EBSD-Aufnahmen nicht ausgemacht werden. Jedoch ist zu beobachten, dass das direkt umgebende Material eine [c]-Achsen Orientierungsänderung aufweist (Abb.4.10 Profile1+2, Abb.4.8,4.11).

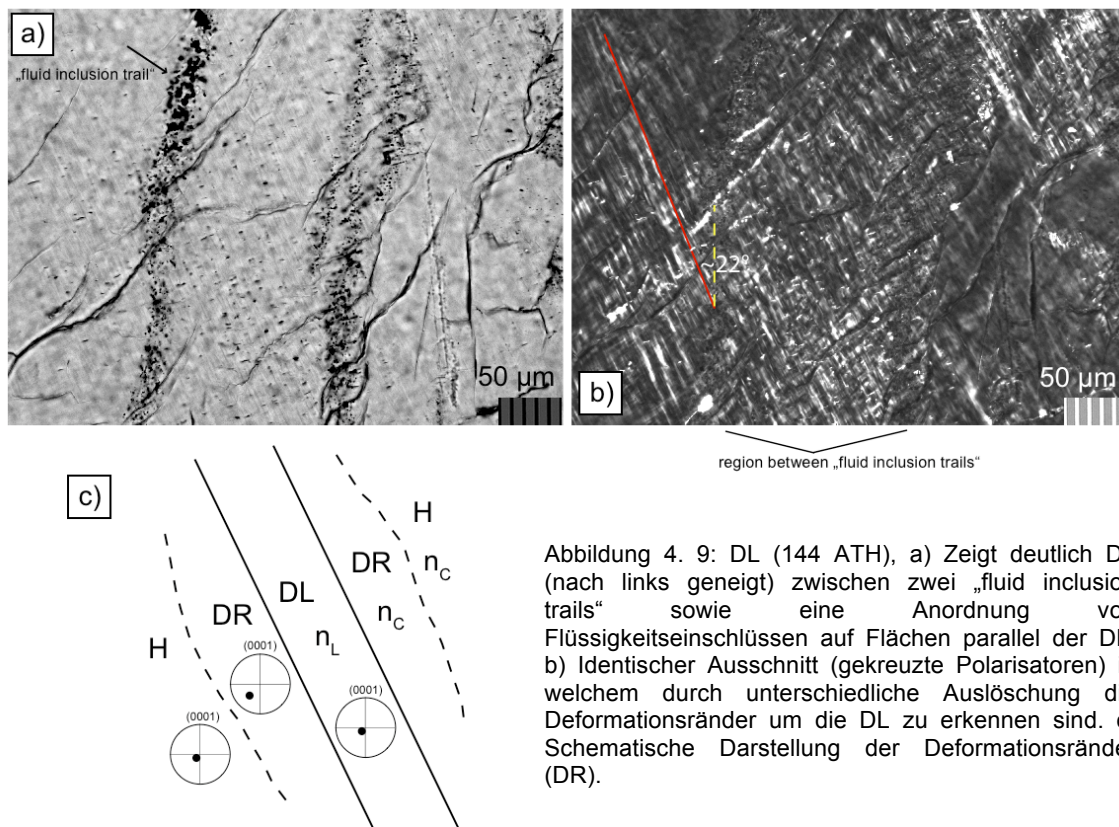
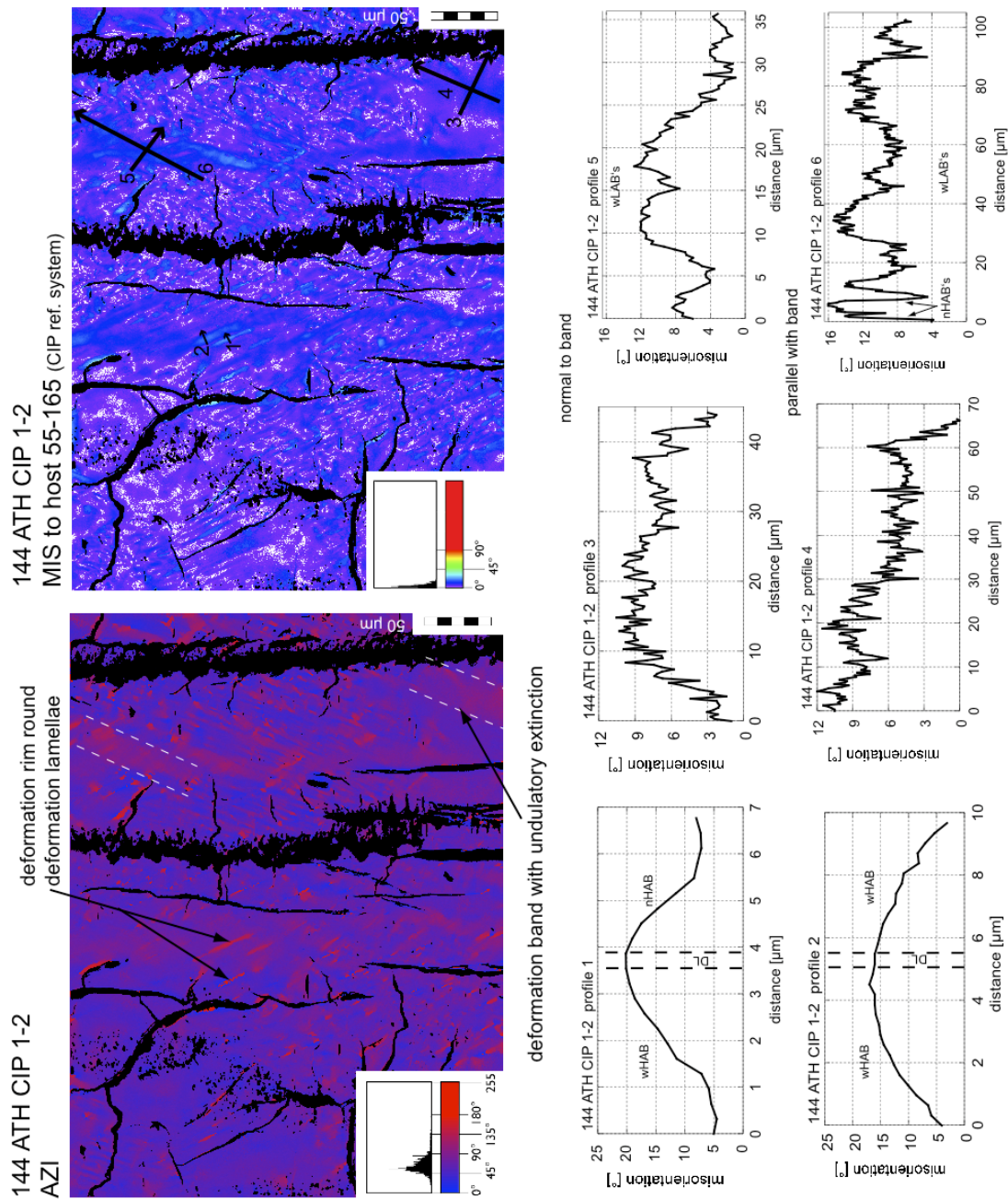


Abbildung 4. 9: DL (144 ATH), a) Zeigt deutlich DL (nach links geneigt) zwischen zwei „fluid inclusion trails“ sowie eine Anordnung von Flüssigkeitseinschlüssen auf Flächen parallel der DL. b) Identischer Ausschnitt (gekreuzte Polarisatoren) in welchem durch unterschiedliche Auslöschung die Deformationsränder um die DL zu erkennen sind. c) Schematische Darstellung der Deformationsränder (DR).



Diese Bereiche werden im Folgenden als Deformationsränder bezeichnet. Deformationsränder bilden sich nicht um alle DL und es lassen sich keine bevorzugten Bereiche innerhalb einer Probe erkennen, in denen sie ausgebildet sind. Die $[c]$ -Achsen Misorientierung der Deformationsränder beträgt bis zu 20° gegenüber dem Kristall (H, Abb.4.10). Deformationsränder sind hauptsächlich durch eine Ausbildung von wHAB mit kontinuierlichem Ansteigen und Abfallen gekennzeichnet. Wobei im Zentrum der Profile jeweils ein schmaler Bereich auffällt, der geradlinig verläuft und als DL oder als optischer Effekt, definiert werden kann. Zur Bestimmung einer Misorientierungsachse wurden die Pole der Deformationsränder aus Azimuth- und Inklinationsbildern (CIP) bestimmt und stereographisch dargestellt. In Abbildung 4.11 ist zu erkennen, dass die Misorientierungsachse im Bereich einer der $\langle a \rangle$ -Achsen liegen. In SEM-CL-Aufnahmen zeichnen sich Deformationsränder durch 6 μm bis 12 μm breite Bereiche hoher Lumineszenz aus (Abb.4.12). DL selbst können in $\perp m$ -Orientierung in CL-

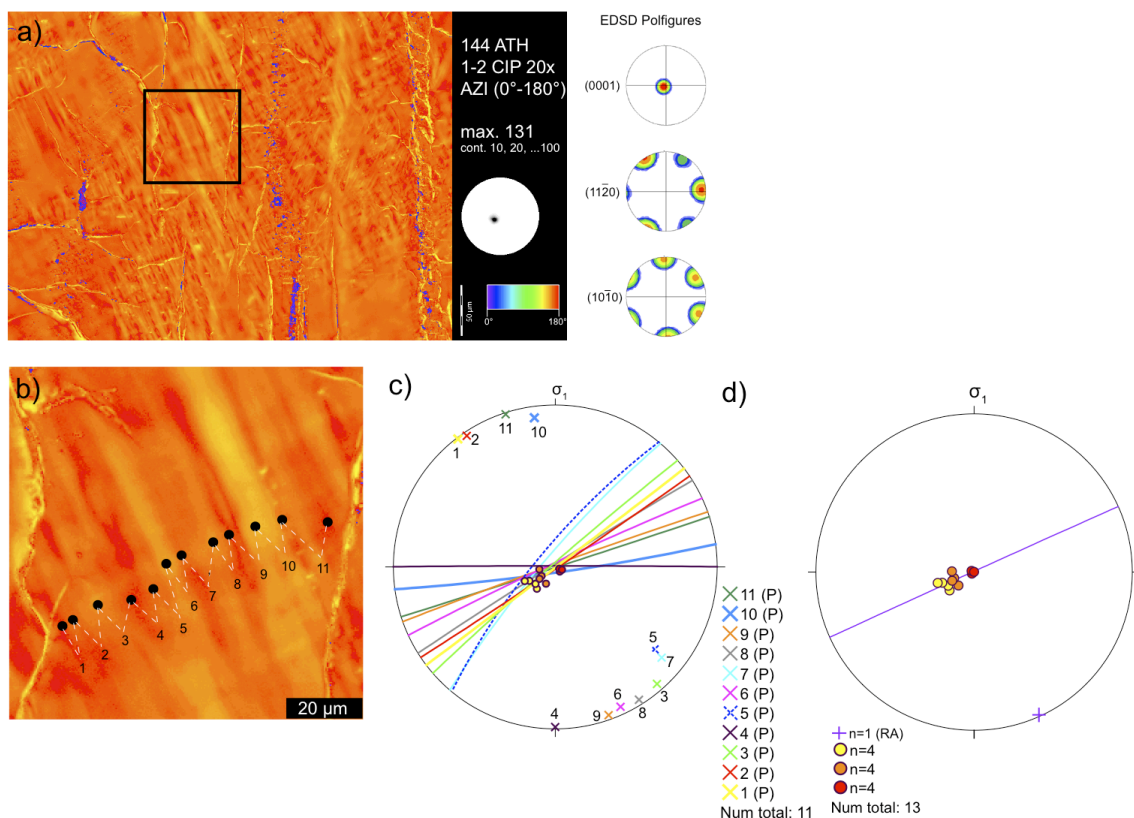


Abbildung 4. 11: Stereographische Projektion der Deformationsränder um die DL (Probe 144 ATH) a) koloriertes Azimutbild b) Detail aus a). c) Pole einzelner Bereiche (gekennzeichnet mit schwarzen Punkten in b) wurden mit identischen Farben dargestellt (Punkte). Von jeweils benachbarten Punkten wurde die Misorientierungsachsen bestimmt (farbige Kreuze und Nummern). d) Durchschnittliche Misorientierungsachse in diesem Bereich (blaues Kreuz).

Aufnahmen nicht beobachtet werden.

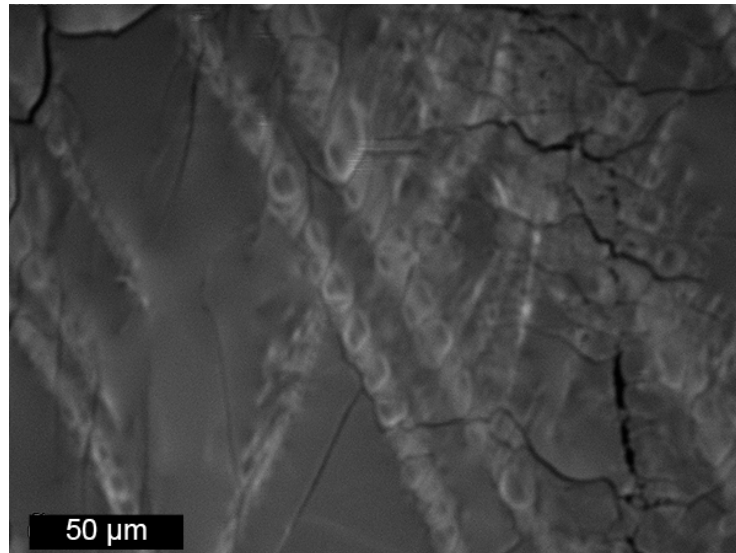


Abbildung 4. 12: SEM-CL der Deformationsränder um DL, die durch eine deutlich erhöhte Lumineszenz auffallen.

Christie et al. (1964) interpretieren Deformationslamellen als Bereiche von Versetzungen nahezu parallel zur Gleitfläche. Ihr optisches Verhalten ist dabei auf eine Anordnung von „edge“ – Versetzungen zurückzuführen, welche an den Gleitflächen blockiert werden. McLaren et al. (1970) konnten in Bereichen von Deformationslamellen in synthetischem Quarz durch TEM - Untersuchungen eine hohe Dichte an vernetzten Versetzungen feststellen. Im Rahmen dieser Arbeit wurden TEM - Aufnahmen nur an einigen wenigen ausgewählten Proben vorgenommen (Appendix H), so dass es nicht möglich ist, die jeweilige Mikrostruktur mit TEM direkt zu bestätigen. In Kapitel 2 wurden einzelne TEM - Aufnahmen im Zusammenhang mit den Flüssigkeitseinschlüssen besprochen und bereits interpretiert.

2) Deformationsbänder (DB)

DB zeigen häufig Abweichungen von ihrer typischen Geometrie. Besonders häufig tritt diese Abweichung in Randbereichen der Proben (Abb.4.13) mit geringer Verformung oder in Bereichen nahe der „fluid inclusion trails“ auf. Dabei kommt es zu großen Variationen ihrer Ausrichtung bezüglich σ_1 und sie sind teilweise subparallel zu σ_1 ausgerichtet. Ihre Breite ist in diesen Bereichen mit $\sim 3 \mu\text{m}$ geringer als in den übrigen Bereichen der Probe.

Wie bereits erwähnt kann den DB keine eindeutige kristallographische Richtung zugewiesen werden. Die [c]-Achsen Misorientierungen der DB sind ebenfalls sehr variabel (Abb.4.10). Nur selten können HAB beobachtet werden. Am häufigsten bilden sich wLAB's aus. In einigen Fällen sind die Änderungen gegenüber dem umgebenden Material so gering ($< 0.5^\circ$), dass keine genauere Bestimmung der [c]-Achsen Misorientierungen vorgenommen werden kann. Aufgrund der durchschnittlich geringen Misorientierungsänderungen von max. 12° und der starken Schwankung sowohl längs als quer zu den Bändern, wurden für DB dieser Orientierung keine [c]-Achsen Misorientierungsachsen bestimmt. In CL-Aufnahmen lassen sich DB nicht erkennen. Ebenfalls lässt sich keine interne Strukturierung der DB ausmachen.

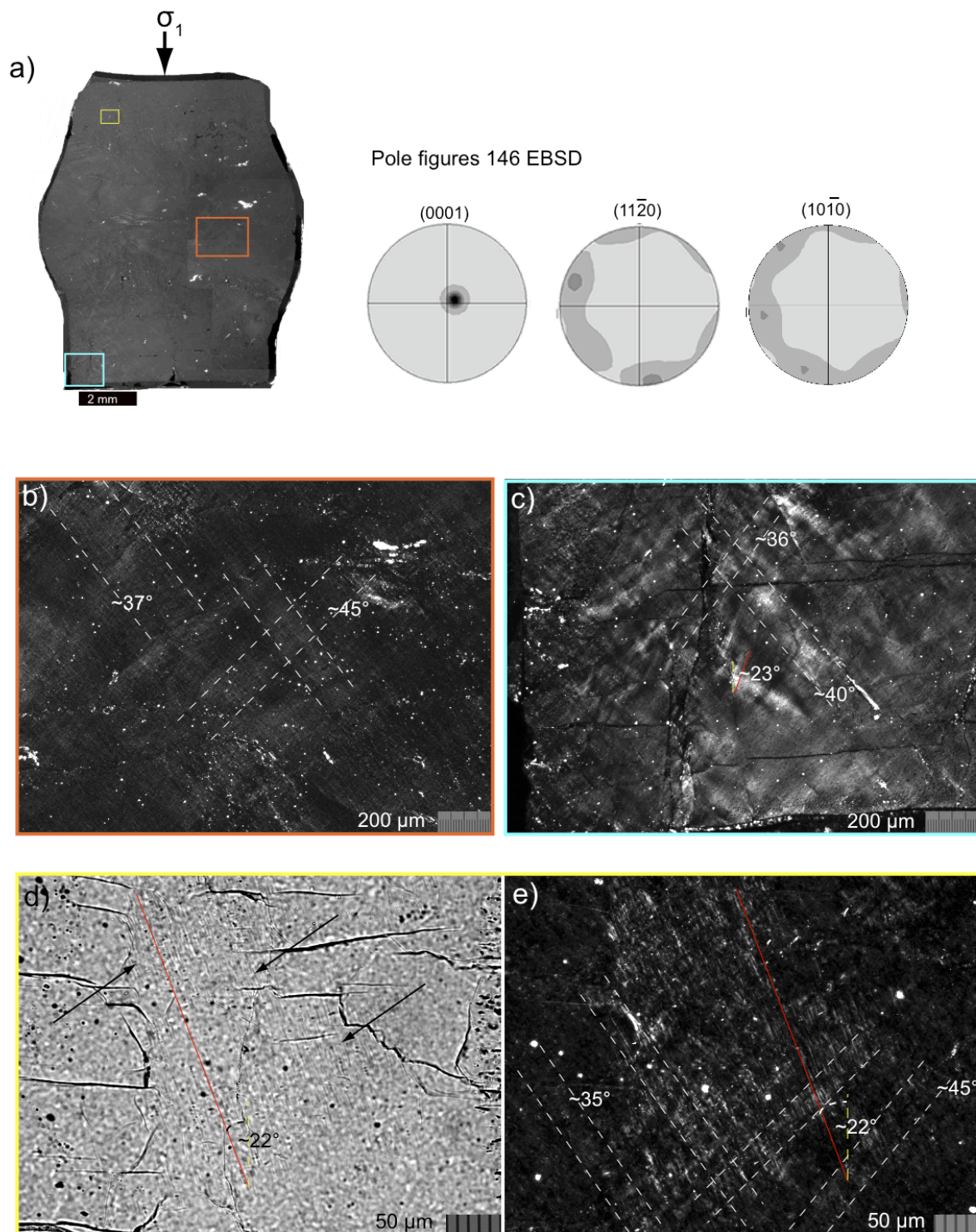


Abbildung 4.13: Mikroskopische Übersichten von DL und DB in 146 ATH sowie a) eine Übersicht der gesamten Probe unter gekreuzt polarisiertem Licht und EBSD-Polfiguren. b) Aufnahme aus dem mittleren Bereich der Probe unter gekreuzt polarisiertem Licht, in denen sich die breiten DB (weiß gestrichelte Linien) erkennen lassen. c) DB unter gekreuzt polarisiertem Licht im geringer deformierten Teil der Probe, sowie DL (rote Linie) mit einer Neigung von 23° gegenüber σ_1 (gelb gestrichelte Linie). d) DL (rote Linie, schwarze Pfeile) unter einfach polarisiertem Licht. e) Gleicher Ausschnitt wie d) unter gekreuzt polarisiertem Licht, in welchem sich neben den DL auch DB (weiß gestrichelte Linien) erkennen lassen.

3) Deformationszonen (DZ)

Der deutlichste Unterschied der DZ bzw. der Mikrostrukturen der DZ untereinander ist ihre kristallographische Anordnung sowie ihre Ausrichtung innerhalb der Probe. In den DZ ordnen sich die Längsachsen der DB und teilweise neu gebildeter Quarzkörner sub-normal zur Referenzrichtung σ_1 an (Abb.4.14, 4.15). In Proben mit hoher axialer Verkürzung von insgesamt 18.3% (verformter Teil = 27.5%, 190 ATH) zeigen die DB der DZ häufig eine interne Zonierung. Ihre Breite variiert sehr stark und beträgt zwischen 9 μm und $\sim 100 \mu\text{m}$. Ebenfalls stark variabel sind die Längen dieser DB von bis zu 1 mm sowie ihr Abstand zueinander. Während in Probe 146 ATH ($\sim 16\%$ total strain) die Bänder in den DZ Abstände zwischen 20 μm bis 100 μm zueinander aufweisen (Abb.4.16) verringert sich dieser Abstand mit zunehmender axialer Verkürzung und in Probe 190 ATH ($\sim 20\%$ total strain) grenzen die einzelnen DB der DZ direkt aneinander (Abb.4.16, 14.17).

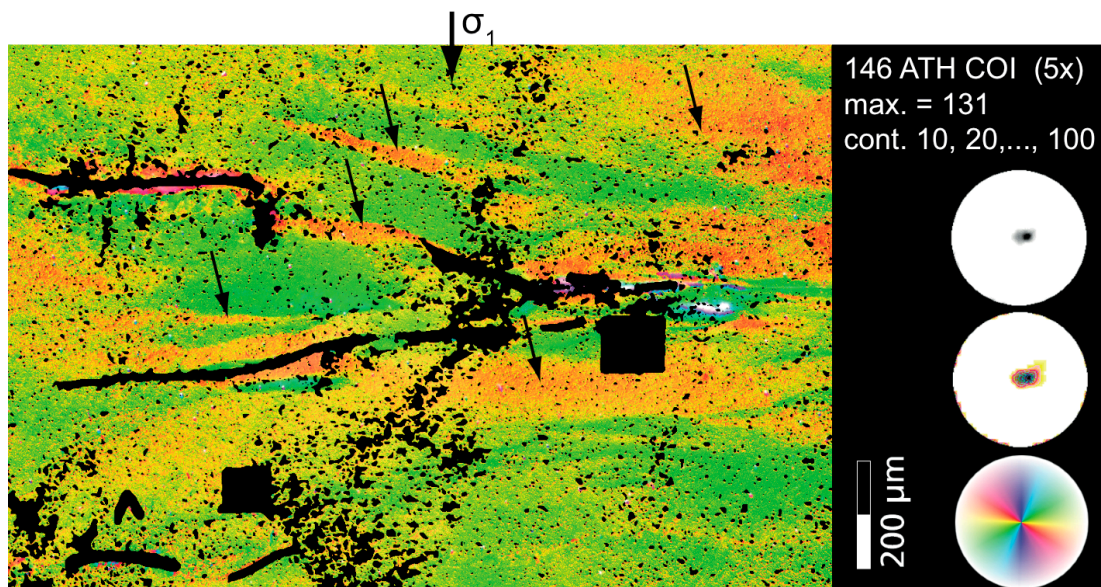


Abbildung 4. 14: [c]-Achsen Orientierungsbild (COI, 146 ATH) eingefärbt entsprechend der nebenstehende CLUT und [c]-Achsen Polfigur unter Verwendung verschieden Farbprofile. In diesem Bild sind die DB der DZ (orange, schwarze Pfeile) deutlich vom Kristall (H, grün) zu unterscheiden.

Die [c]-Achsen Misorientierungen der DB in den DZ in Probe 146 ATH beträgt durchschnittlich $\sim 30^\circ$ zum Kristall (H). Der Übergang zum Kristall ist deutlich zu erkennen und hauptsächlich durch nLAB gekennzeichnet. Vereinzelt treten in dieser Probe auch wHAB auf (Abb.4.15). Je nach der Breite der DB kann innerhalb dieser eine undulöse Auslöschung erkannt werden. Schmale Bänder bis zu 30 μm , welche überwiegend im zentralen Teil der DZ auftreten, zeigen nur sehr selten undulöse Auslöschung (Abb.4.16 Profil 1 und 2). DB breiter 50 μm (Abb.4.15 Profil 3) zeigen häufig interne Änderungen der [c]-Achsenorientierung von bis zu 4° .

In Probe 190 ATH liegt die maximale [c] – Achsen Misorientierung bei 65° (Abb.4.16). In dieser Probe lassen sich neben den DB in der DZ zusätzlich neu gebildete Quarzkörner erkennen, welche [c]-Achsen Misorientierungen bis zu 90° zum Hauptkristall aufweisen. Die Abgrenzung der einzelnen DB zum umgebenden Material sind sehr deutlich ausgeprägt und es bilden sich neben den wHAB immer häufiger nHAB aus. In einzelnen Fällen kommt es zur Ausbildung von pHAB (Abb.4.16). Die neugebildeten Quarzkörner zeigen neben nHAB ebenfalls wHAB (Abb.4.16 Profil 3 und 4). Das edge-8a-Bild der Abbildung 4.17 verdeutlicht, dass sich hohe Misorientierungsgradienten ($>10^\circ$, $>15^\circ$) auf die Grenzen der DB und um die neu gebildeten Körner konzentrieren. Innerhalb der DB sind nur geringe interne Misorientierungen sichtbar. Dabei fällt auf, dass benachbarte DB geringe Unterschiede im Misorientierungsgradienten aufweisen (Abb.4.17).

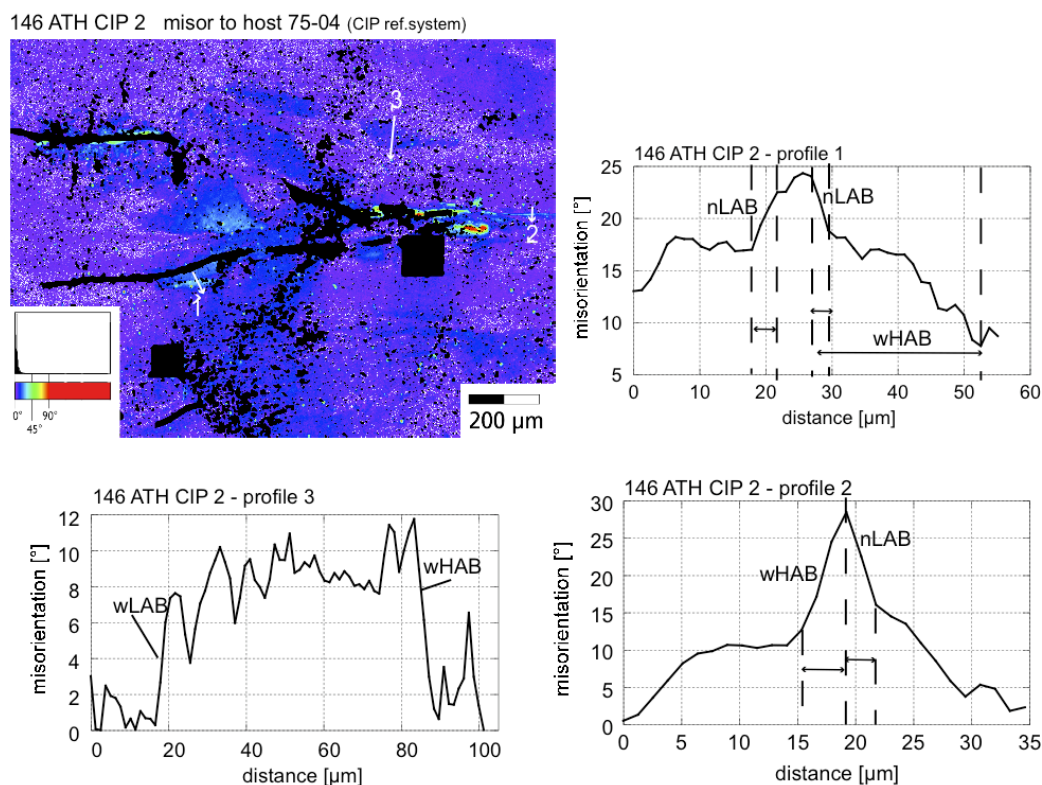
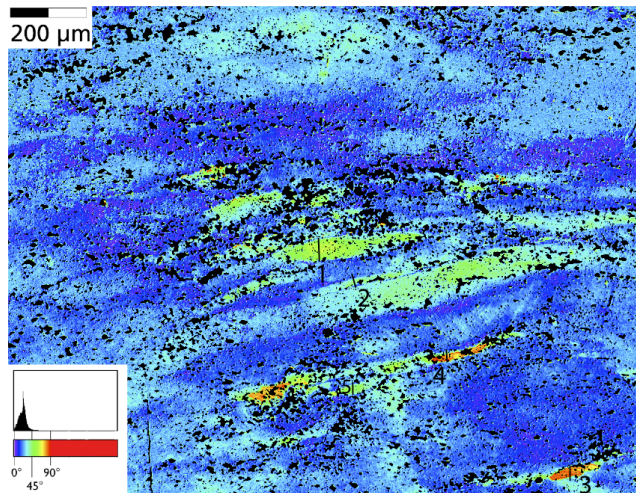


Abbildung 4. 15: [c] – Achsen Misorientierungsbild (146 ATH) zur Referenzrichtung 75 – 04 (CIP ref. System). Durch weisse Pfeile sind die 3 nebenstehenden [c] – Achsen Misorientierungsprofile markiert.



190 ATH CIP 4 misor to host 119-23

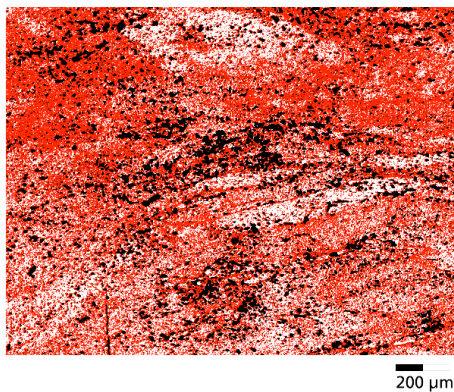
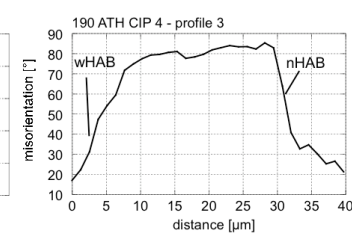
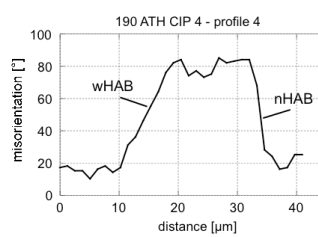
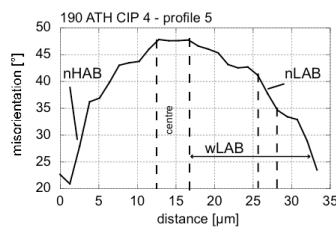
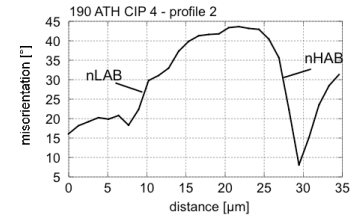
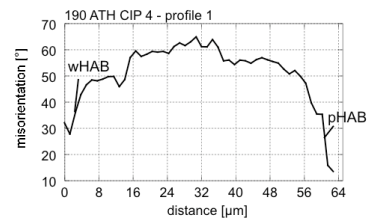
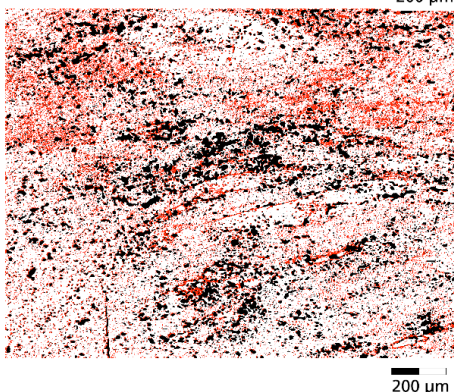
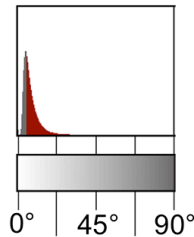
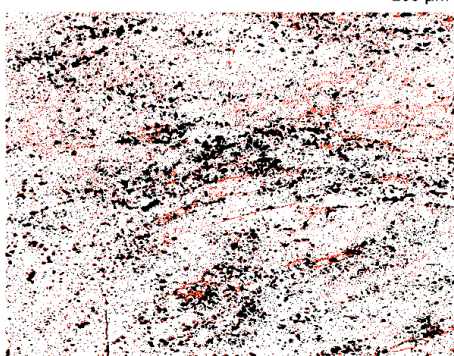
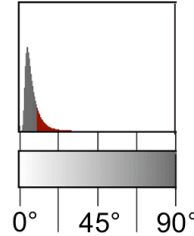
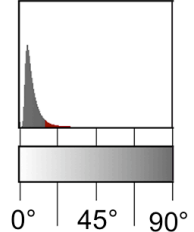
red $\geq 5^\circ$ red $\geq 10^\circ$ red $\geq 15^\circ$ 

Abbildung 4. 16 (oben): [c] – Achsen Misorientierungsbild (190 ATH) zur Referenzrichtung 119 – 23 (CIP ref. System). Durch schwarze Linien sind die 6 nebenstehenden [c] – Achsen Misorientierungsprofile markiert, wobei Profil 3 und 4 über neugebildete Quarzkörner gelegt sind.

Abbildung 4. 17 (links): Misorientierungsgradientenbilder – edge-8a – der Probe 190 ATH – CIP 4. Die rot eingefärbten Bereichen entsprechen dabei einem Misorientierungsgradienten a) $\geq 5^\circ$ b) $\geq 10^\circ$ c) $\geq 15^\circ$. Die schwarzen Bereiche sind dabei Fremdphasen, wie Flüssigkeitseinschlüsse und Schleifmittlrückstände.

Anhand der [c]-Achsen Pole von DB der DZ und der Gesamtkristallorientierung (AZI und INC aus CIP) lässt sich in Probe 146 ATH in der stereographischen Projektion erkennen, dass sich die [c]-Achsen-Misorientierungsachse nahe dem Maximum einer der [m]-Flächennormale befindet (Abb.4.18). Auch in Probe 190 ATH liegt die ermittelte Misorientierungsachse der [c]-Achsen, sowohl längs als auch quer der DB, nahe dem Maximum einer der <m>-Achsen (Abb.4.19). Anhand dieser Abbildung ist deutlich zu erkennen, dass CIP als auch EBSD Messungen die gleiche Rotation erkennen lassen.

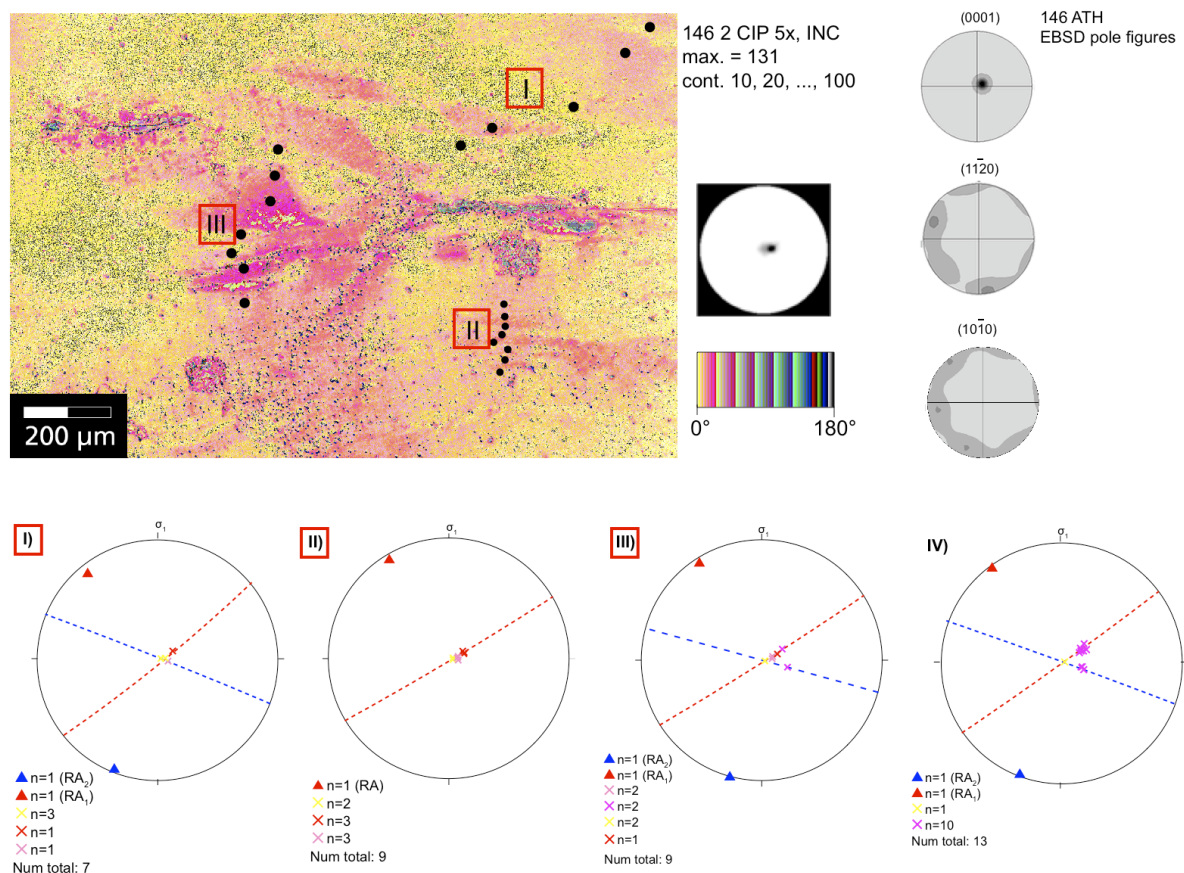


Abbildung 4. 18: Stereographische Projektion (obere Halbkugel) der DB (Probe 146 ATH) zur Bestimmung der Misorientierungsachse. Dazu wurden die Pole von Azimuth und Inklination (hier abgebildet) mit Hilfe des Programms StereoNet graphisch dargestellt. Oben rechts sind ergänzend die EBSD Polfiguren dargestellt. In der Inklinationsabbildung mit CLUT und [c]-Achsenpolfigur sind die DB durch eine rosa Färbung zu erkennen. Die Pole einzelner Bereiche (schwarze Punkte) wurden mit identischen Farbwahl geplottet (Kreuze). Dabei entsprechen die Polfiguren (unten) den jeweiligen Markierungen in der Abbildung (I bis III). In IV wurden über den gesamten Bildausschnitt Pole der Bänder bestimmt. In allen lässt sich eine Misorientierungsachse (rotes Dreieck) nahezu identischen mit einer der [m]-Achsen bestimmen.

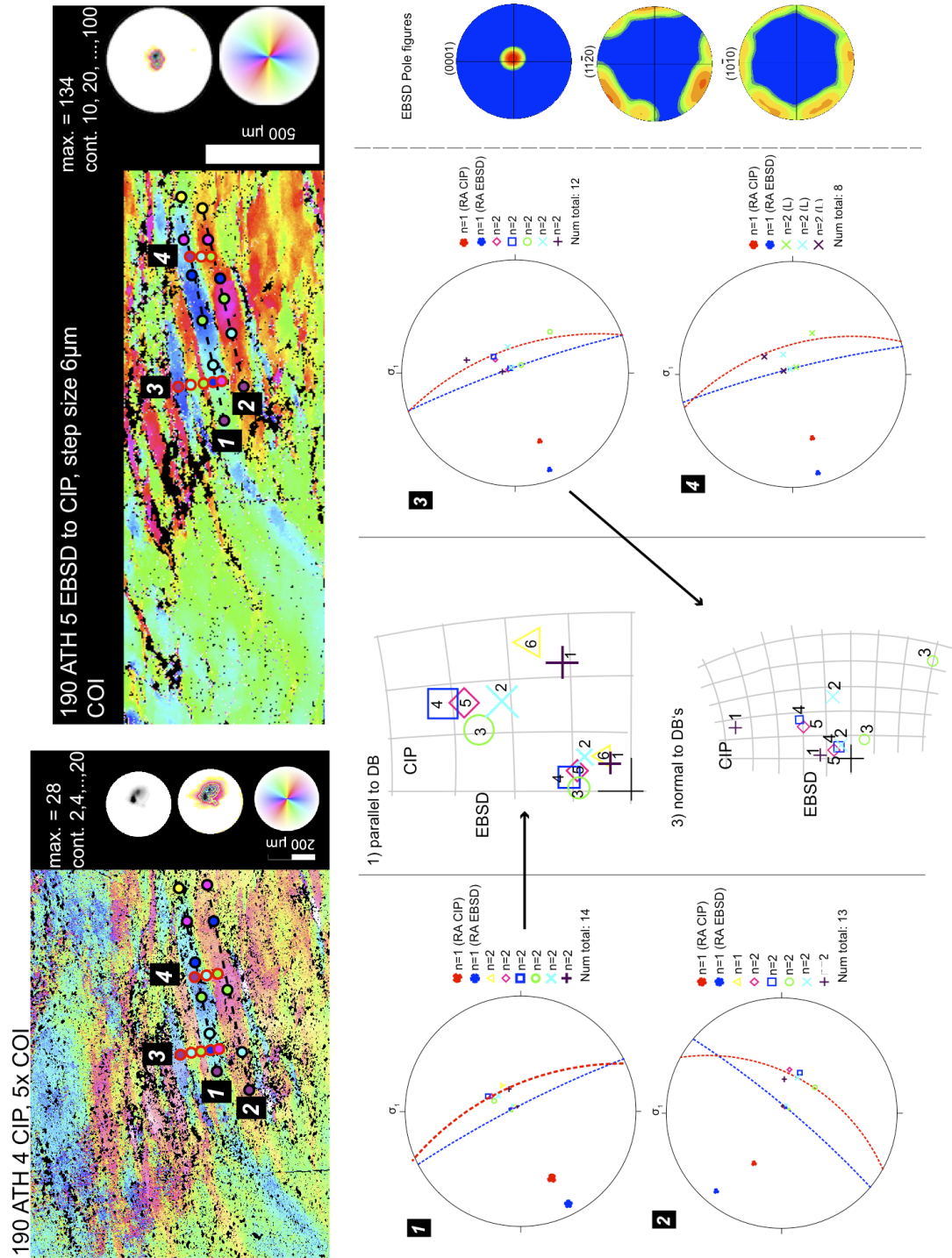


Abbildung 4.19: [c] – Achsen Orientierungsbilder a) aus CIP b) aus EBSD in denen jeweils die gleichen Profile gekennzeichnet sind, deren Pole stereographisch dargestellt wurden. 1 und 2) längs der Bänder 3 und 4 quer der Bänder sowie der jeweiligen Misorientierungsachse. Dabei wurden jeweils die Ergebnisse aus CIP (rot) und aus EBSD (blau) in einer Projektion dargestellt. d) Zeigt stark vergrößert die Unterschiede zwischen CIP und EBSD. f) EBSD Polfiguren.

4) Rekristallisierte Körner

In Experimenten bei 900°C sind rekristallisierte Körner nur selten zu beobachten. Oft sind diese direkt mit Brüchen, ausgehend von dekrepitierten Flüssigkeitseinschlüssen, in Verbindung zu bringen. Neben diesen lassen sich neu gebildete Körner im Bereich der DZ beobachten. Diese seltenen Körner bilden sich erst ab axialen Verkürzungen von 17% und zeigen keinerlei Zusammenhang zu Brüchen oder Flüssigkeitseinschlüssen. Eine genauere Diskussion und Interpretation zu rekristallisierten Quarzkörnern erfolgt in Kapitel 4.7.

Rekristallisierte Körner variieren in ihrer Größe sehr stark von $< 1 \mu\text{m}$ bis zu $200 \mu\text{m}$ und treten hauptsächlich isoliert auf. Die Korngrenzen sind in den meisten Fällen interlobat, selten polygonal (Abb.4.20). Kleine Körner (bis $50 \mu\text{m}$) sind vorwiegend an Brüche gebunden und befinden sich oft in Bereichen in denen sich Flüssigkeitseinschlüsse konzentrieren. Körner mit Durchmessern $> 50 \mu\text{m}$ sind selten zu beobachten und treten nur vereinzelt und isoliert im Hauptkristall auf. Größere Körner zeigen häufig eine undulöse Auslöschung. Die [c]-Achsen der rekristallisierten Körner liegen gegenüber der Hauptkristall [c]-Achse (H) an der Peripherie der Polfigur, was sich deutlich an der [c]-Achsen Misorientierung (hier zum CIP Ref.syst. 0,0) erkennen lässt (Abb.4.21).

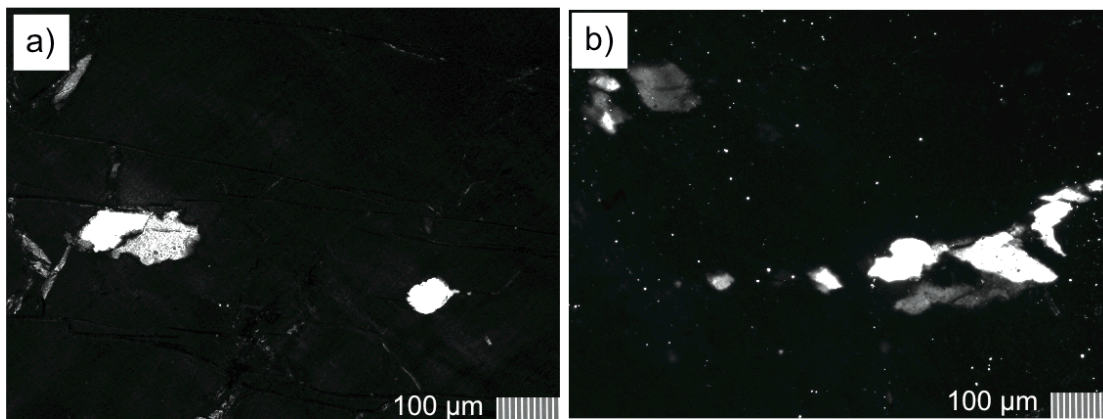


Abbildung 4. 20: Mikroskopische Übersicht von rekristallisierten Quarzkörnern (gekreuzte Polarisatoren)
a) Einzelne Körner (144 ATH) mit flach liegender [c]-Achse b) Quarzkörner mit vereinzelt undulöser Auslöschung (146 ATH).

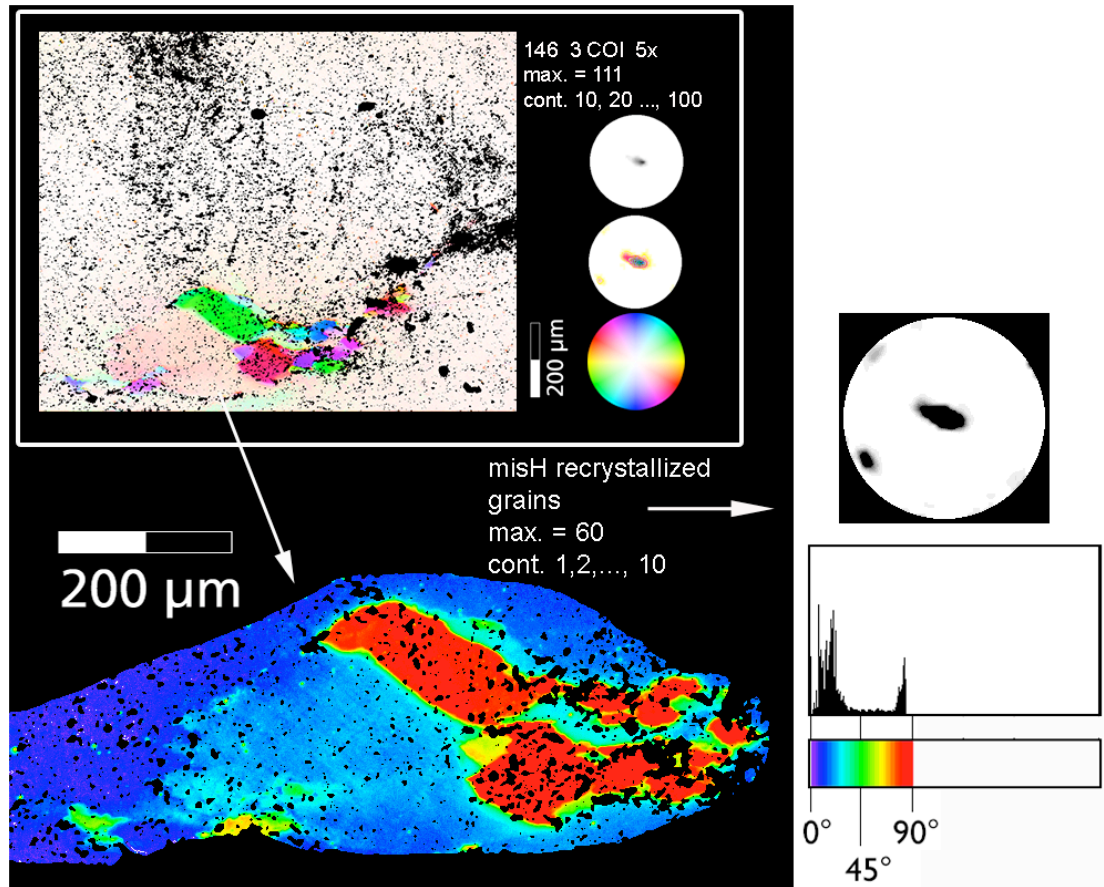


Abbildung 4. 21: Oben: [c]-Achsen Misorientierungsbild der Probe 146 ATH mit rekristallisierten Quarzkörnern mit entsprechender CLUT und den c-Achsen Polfiguren in verschiedener Kolorierung. Unten: Misorientierungsbild zu H (0-0, CIP Ref.system) mit Histogramm und entsprechender CLUT.

4.5 Mikrostrukturen in deformierten Proben mit O^+ -Orientierung (900°C, 1000 MPa und 1500 MPa)

An den repräsentativen Proben 182 ATH, 184 ATH und 192 ATH werden auch für die O^+ -Orientierung die zuvor klassifizierten Mikrostrukturen genauer beschrieben. Diese 3 Proben sind auf Grund ihrer experimentellen Bedingungen und den angewandten mikroskopischen Methoden besonders geeignet um sie mit den zuvor beschrieben zu vergleichen. In O^+ -Orientierung ist die Deformation über die gesamte Probenlänge zu beobachten. Die Formänderung wird dabei hauptsächlich durch konvexe Wölbungen im oberen Bereich als auch im unteren Bereich deutlich und wird als „Z-Form“ bezeichnet (siehe Abb.4.22). Auf Grund dieser Form erscheint die Deformation homogener über die gesamte Probe verteilt. Jedoch kann dadurch keine Unterscheidung zwischen schwach und stark verformten Bereichen innerhalb einer Probe vorgenommen werden. Auch hier kommt es zu einer stärkeren Ausbildung der Wölbungen mit zunehmender axialer Verkürzung.

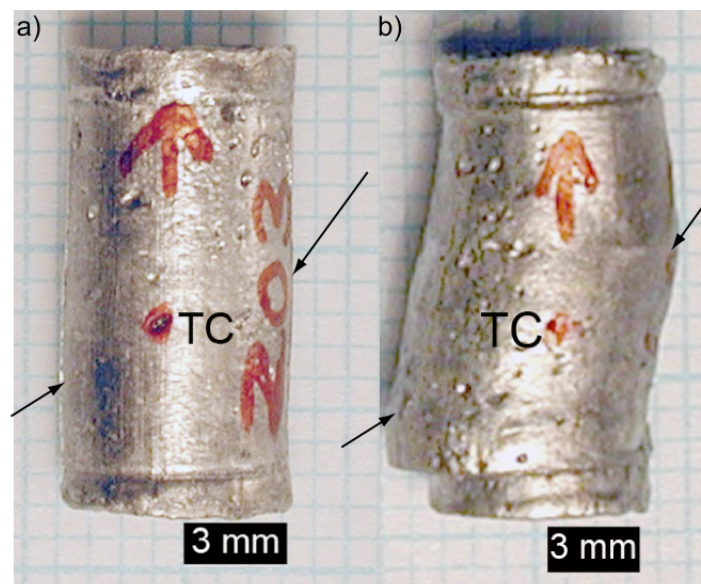


Abbildung 4. 22: Proben nach der Deformation in Pt-Kapsel a) 203 ATH ~5% strain mit gering ausgebildeter konvexer Wölbung, b) 192 ATH mit ~16% zeigt eine starke Ausbildung der Wölbung – gekennzeichnet durch schwarze Pfeile und Shear-displacement. TC = Position des Thermoelementes.

1) Deformationslamellen (DL)

In deformierten Proben der O^+ -Orientierung lassen sich zwei Arten von DL erkennen: 1) subbasal, 2) subparallel zur Spur der $[c]$ -Achse. DL subparallel zur $[c]$ -Achsenspur ähneln stark den DL der $\perp m$ -Orientierung. Sie sind gradlinig, max. bis zu 100 μm lang und sind deutlich seltener zu beobachten als subbasale DL. Subbasale DL sind deutlich ausgeprägt in Proben mit axialen Verkürzungen $> 10\%$. In Proben geringer axialer Verkürzung ($\leq 10\%$) sind diese max. 200 μm lang und sehr häufig in Bereichen um und zwischen den „fluid inclusion trails“ zu beobachten (Abb.4.23, 4.24). Weitere Zusammenhänge mit den Flüssigkeitseinschlüssen können in O^+ -Orientierung nicht deutlich festgestellt werden. Vereinzelt sind Einschlüsse auf Flächen parallel zur Spur der subbasalen DL zu beobachten. Anders als $\perp m$ -DL lassen sich in O^+ -Orientierung subbasale DL in COI's, $[c]$ -Achsen Misorientierungsbildern etc. erkennen. Dabei kann es sich um eine tatsächliche Änderung der Inklination handeln oder es ist lediglich ein optischer Effekt, welcher durch den höheren Brechungsindex verursacht wird. Da DL nur in CIP- und nicht in EBSD-Aufnahmen wahrzunehmen sind, ist ihr optisches Verhalten mit großer Wahrscheinlichkeit auf ihren Brechungsindex zurückzuführen. Die scheinbare $[c]$ -Achsen Misorientierung zum Hauptkristall beträgt max. 6° (Abb.4.25). Anhand der $[c]$ -Achsen Misorientierungsprofile über subbasale DL (Abb.4.25) wird die nur geringe Änderung, gegenüber dem umgebenden Material deutlich. Ihre Übergänge sind charakteristische nLAB's. Deformationsränder sind bei DL in O^+ -Orientierung nur selten zu erkennen. In CL-Aufnahmen zeichnen sich subbasale DL durch ihre starke Lumineszenz ab. In Abbildung 4.26 ist die Biegung der subbasalen DL durch diesen Kontrast deutlich wahrzunehmen. Eine wichtige Beobachtung ist, dass nur subbasale DL vorwiegend in stark verformten Proben durch CL beobachtet werden können. Außerdem steigt die Anzahl der zueinander parallelen subbasalen DL mit zunehmender Verformung stark an.

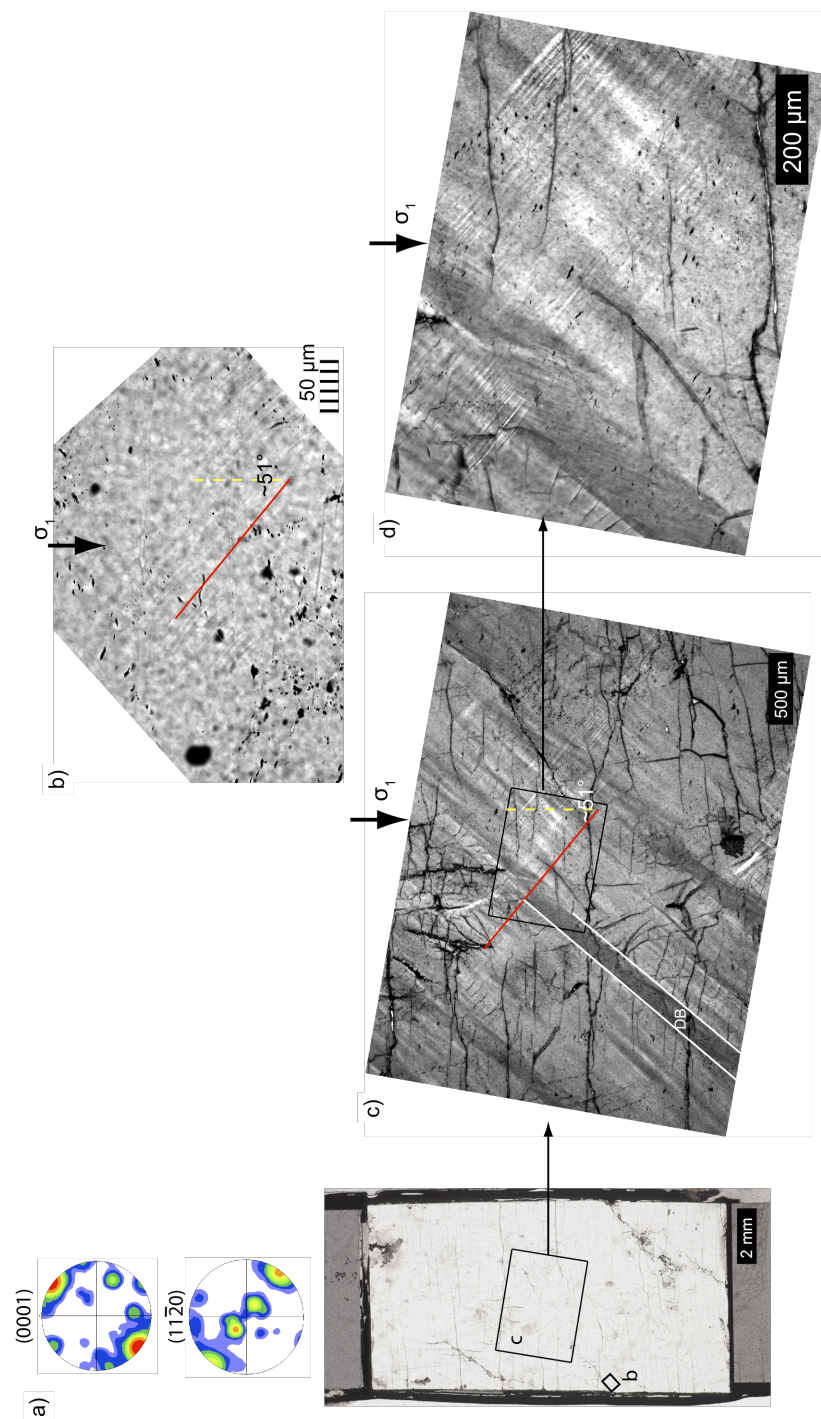


Abbildung 4. 23: DL und DB der Probe 184 ATH. a) EBSD Polfiguren und Übersichtsscan unter einfach polarisiertem Licht mit Position der mikroskopischen Aufnahmen. b) subbasale DL (gekreuzte Polarisatoren) rund 100 μm lang im randlichen Bereich der Probe. c) DL sowie DL (gekreuzte Polarisatoren, für besseren Kontrast schräg zur c-Achse). d) Detail aus c, in dem sich DL durch ihre unterschiedliche Auslöschung erkennen lassen, sowie vereinzelt ein geringer Deformationsrand um DL (Verbreiterung der DL). Außerdem lässt sich an diesem DB ein geringer Versatz erkennen.

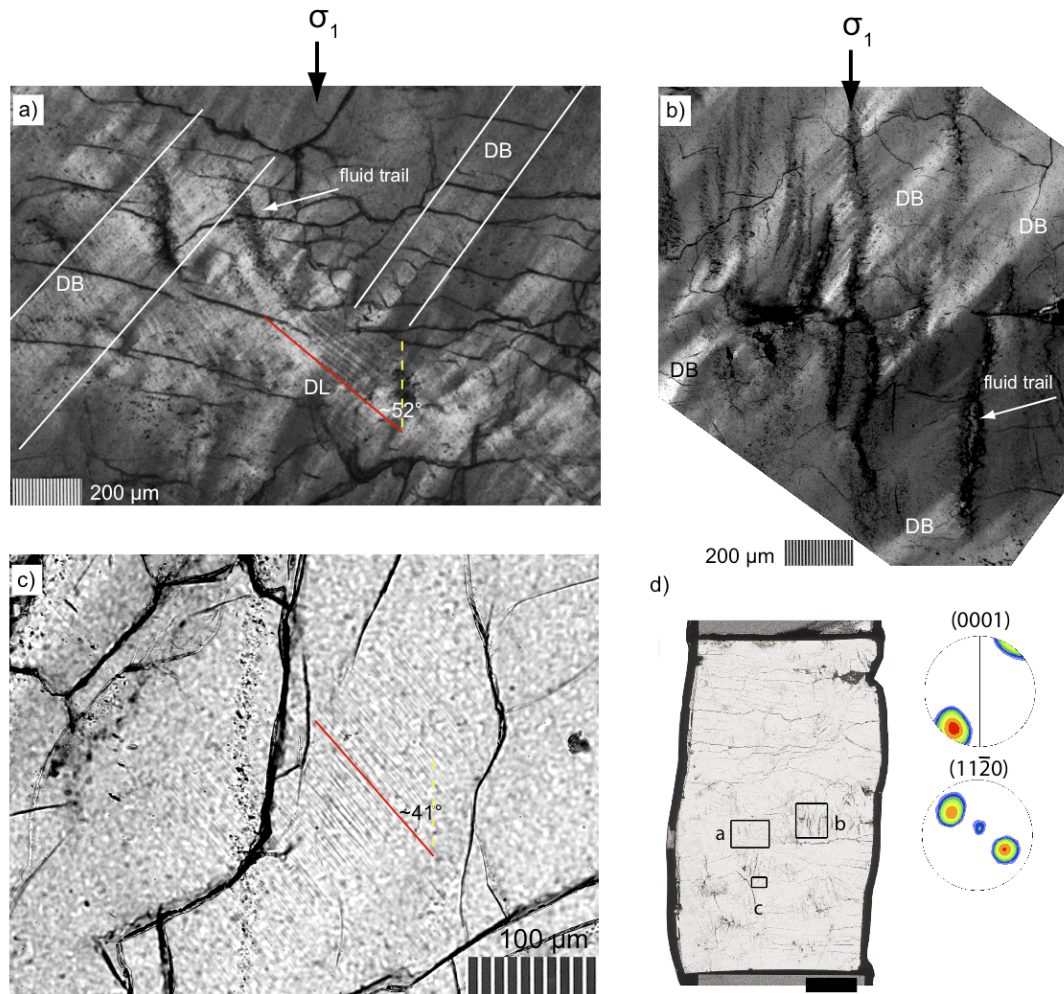


Abbildung 4. 24: DB und DL in 182 ATH. a) Subbasale DL im Bereich von „fluid inclusion trails“ und DB subparallel zur Spur der c-Achse (gekreuzte Polarisatoren, für besseren Kontrast schräg zur c-Achse). b) DB im Bereich von „fluid inclusion trails“. c) subbasale DL im Zentrum der Probe (gekreuzte Polarisatoren). d) Übersichtsaufnahme unter einfach polarisiertem Licht mit Markierung der Aufnahmen und EBSD Polfiguren.

192 ATH CIP 2 MIS to host 35 - 97

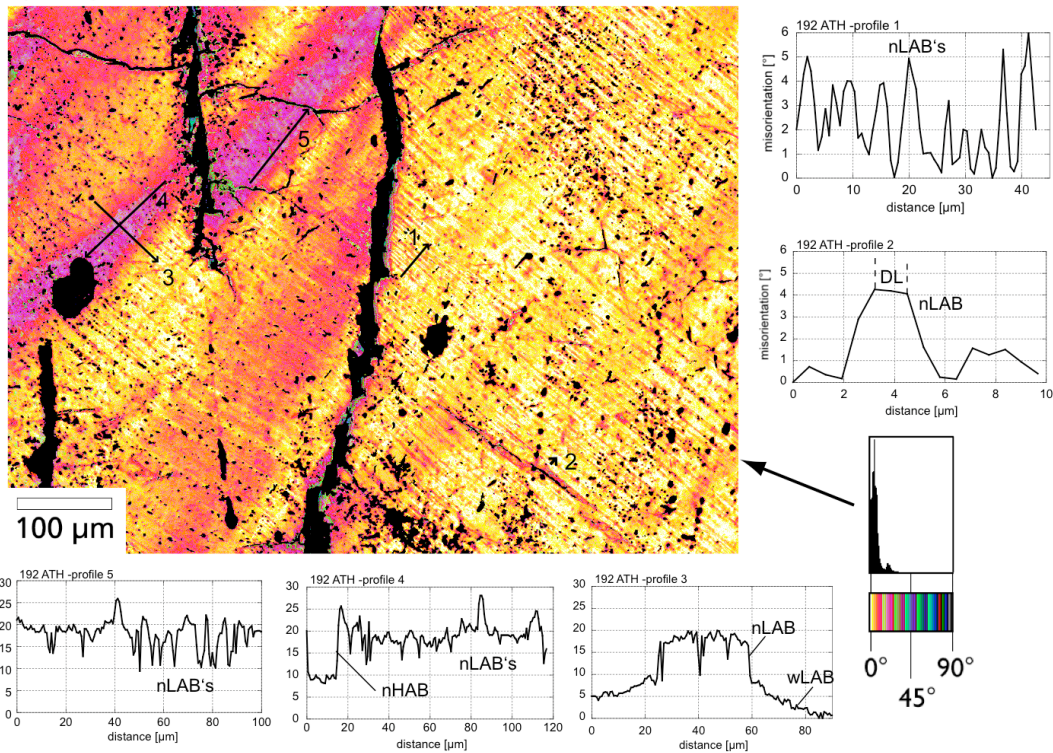


Abbildung 4. 25: [c]-Achsen Misorientierungsbild 192 ATH zur Referenzrichtung 35 – 97 (CIP ref. System) in dem die nebenstehenden [c]-Achsen Misorientierungsprofile mit schwarzen Pfeilen gekennzeichnet sind.

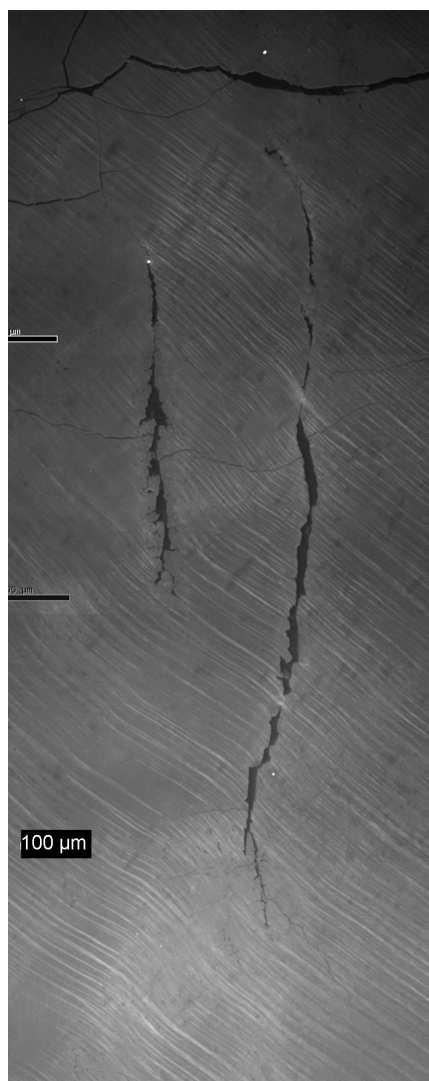


Abbildung 4. 26: SEM-CL der DL in 192 ATH, die sich durch eine deutlich erhöhte Lumineszenz abzeichnen.

2) Deformationsbänder

DB sind in O^+ -Orientierung die wohl auffälligste Mikrostruktur. Wie in der Klassifizierung bereits erwähnt, können DB in O^+ -Orientierung konzentriert in DZ (Deformationszonen) auftreten und sind in ihrer Ausdehnung begrenzt, oder sie treten über Distanzen von bis zu 2 mm über die gesamte Probe verteilt auf. Ihre Längen sind auf Grund ihrer diffusen Begrenzungen nicht exakt zu bestimmen. Vereinzelt bilden sich DB aus, welche sich über die gesamte Probe erstrecken und durch die Probenränder begrenzt sind. Mit Ausnahme der Länge als auch des Abstandes zueinander, zeigen DB der DZ keine weiteren Unterschiede zu den übrigen (meist längeren) DB. Ihre Breite als auch ihr Abstand zueinander, nimmt mit zunehmender axialer Verkürzung der Proben zu. In Proben mit axialen Verkürzungen $<15\%$ sind DB bis zu 300 μm breit. Ein Abstand zwischen den einzelnen DB kann nur zwischen den DB außerhalb der DZ beobachtet werden (Abb.4.23). Dieser Abstand ist sehr unregelmäßig. Ab axialen Verkürzungen von mehr als 15% grenzen die DB häufig direkt aneinander. Ihre Breite kann dann in einzelnen Fällen bis zu 2 mm betragen. Mit zunehmender Verformung wird es immer schwieriger, die DB zum umgebenden Kristall abzugrenzen. Wie in Abbildung 4. 23 zu erkennen ist (184 ATH) ist bei geringer axialer Verkürzung eine Begrenzung zum umgebenden Kristall deutlich auszumachen, wogegen es bereits ab 10% axialer Verkürzung (182 ATH) schwieriger wird eine Abgrenzung vorzunehmen (Abb. 4.24).

Ähnlich verhält es sich mit den [c]-Achsen Misorientierungen der DB. Während in gering verformten Proben maximale Misorientierungen von 10° gegenüber dem Hauptkristall (H) auftreten (Abb.4.27), werden bei axialer Verkürzung von $\sim 20\%$ (192 ATH) [c]-Achsen Misorientierungen bis zu 20° in EBSD und bis zu 28° in CIP gegenüber dem Kristall erreicht (Abb.4.25, 4.28). Die Grenzen zum Hauptkristall sind hauptsächlich durch wLAB's gekennzeichnet. In Abbildung 4.27 und 4.28 sind die [c]-Achsen Orientierungen einzelner Bänder gegenüber dem Kristall, sowie [c]-Achsen Orientierungen einzelner DB-Bereich stereographisch dargestellt. Es ist zu erkennen, dass die DB gegenüber dem Hauptkristall, sowohl mit als auch gegen den Uhrzeigersinn, rotieren. Als Rotationsachse kann in Probe 192 ATH eindeutig eine der $\langle m \rangle$ -Achsen identifiziert werden (Abb.4.28). In 182 ATH liegt die Rotationsachse nur nahe einer der $\langle m \rangle$ -Achsen (Abb.4.27). Der Misorientierungsgradient der einzelnen DB ist im Gegensatz zur $\perp m$ -Orientierung geringer und nur in einigen Fällen deutlich auszumachen. Wenn ein Misorientierungsgradient vorhanden ist,

dann zeichnet dieser besonders die Grenzen der DB zum übrigen Kristall nach (Abb.4.29).

DB in O^+ -Orientierung weisen vereinzelte interne Zonierungen auf (Abb.4.30a) oder sind entlang von „fluid inclusion trails“ und Brüchen versetzt (Abb.4.30b).

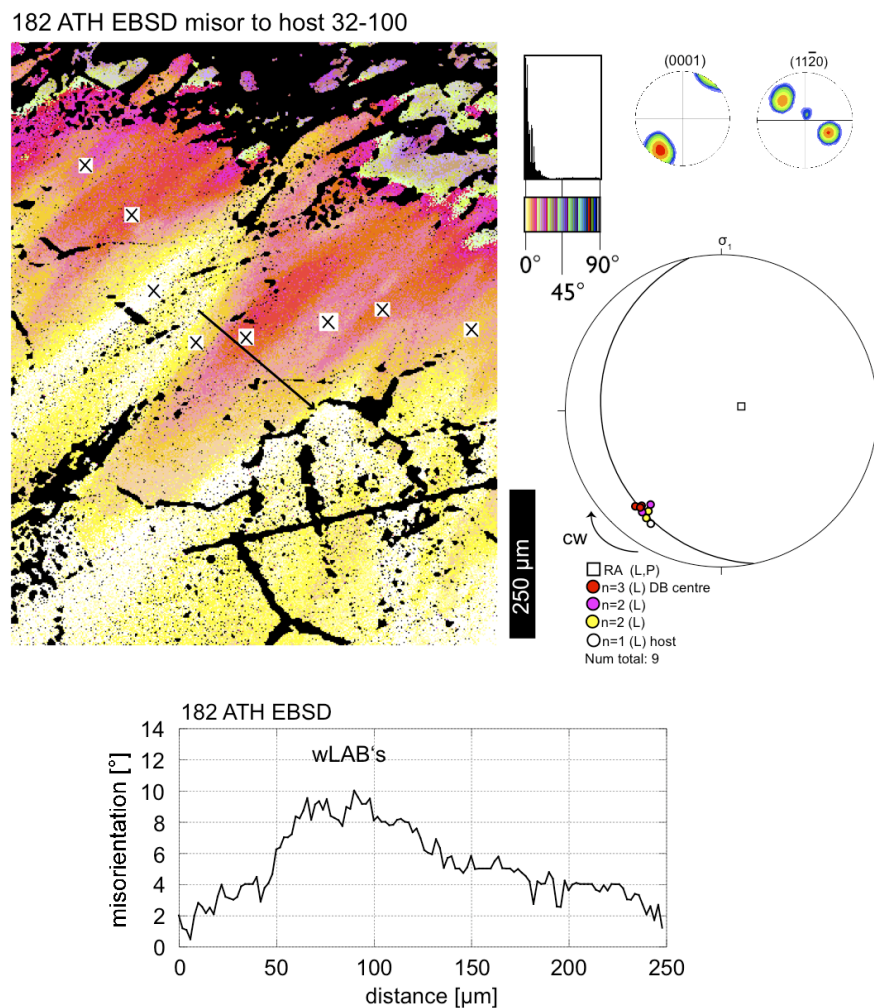


Abbildung 4. 27: [c]-Achsen Misorientierungsbild zur Referenzrichtung 32 -100 (CIP Ref.system) und stereographische Projektion (obere Halbkugel) der DB (Probe 182 ATH) zur Bestimmung der Misorientierungsachse mit Hilfe des Programms StereoNet. Durch das Plotten der Pole (AZI und INCP auf CIP) lässt sich hier eine Rotation der [c]-Achse mit dem Uhrzeigersinn erkennen. Die Lage der Misorientierungsachse kann keiner der kristallographischen Achse eindeutig zugeordnet werden.

192 ATH EBSD (15) MISOR to host 32 -89 (CIP ref.system)

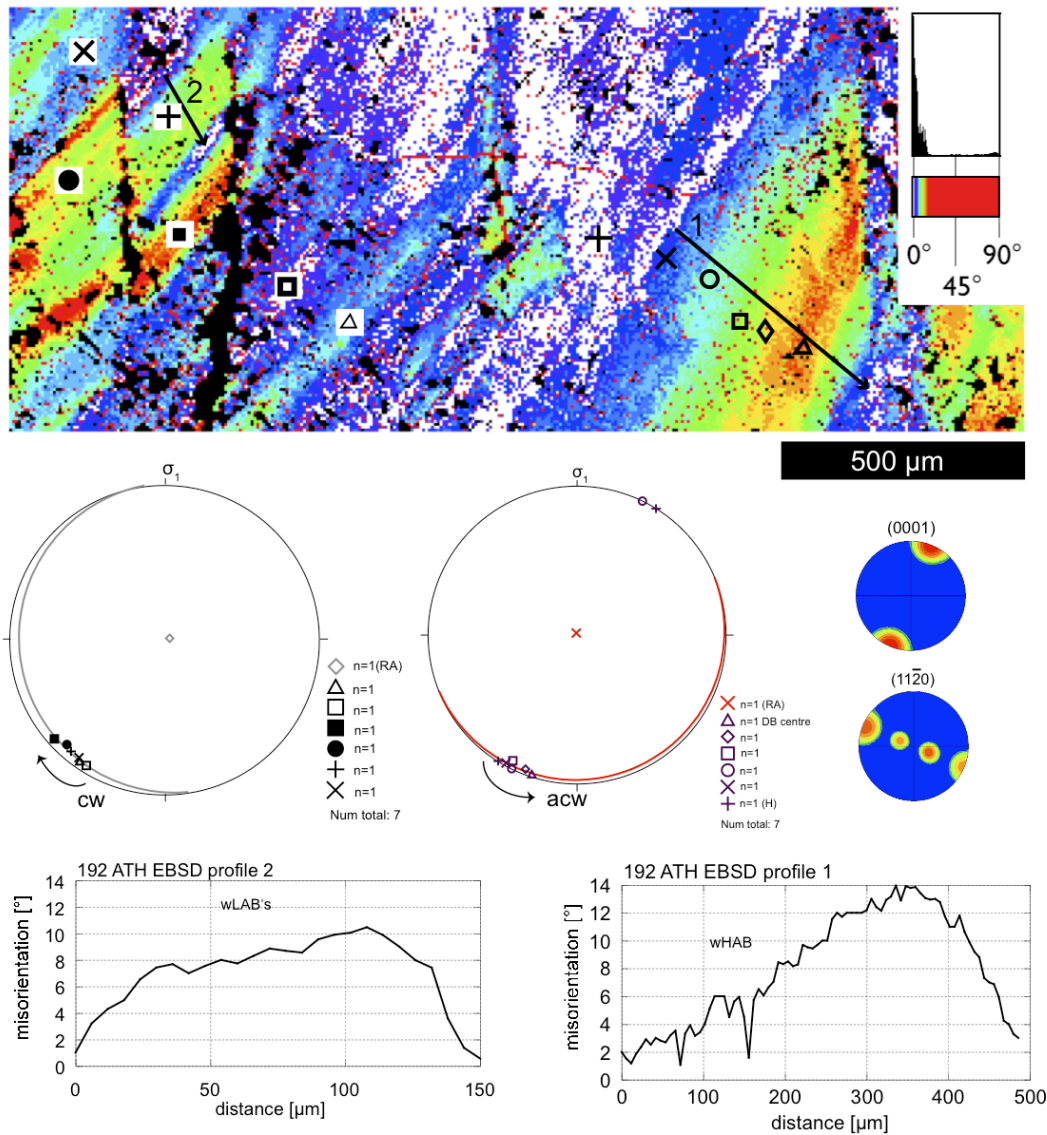


Abbildung 4. 28: [c]-Achsen Misorientierungsbild zur Referenzrichtung 32 -89 (CIP Ref. System), stereographische Projektion (obere Halbkugel) der DB (Probe 182 ATH) zur Bestimmung der Misorientierungsachse mit Hilfe des Programms StreoNet sowie [c]-Achsen Misorientierungsprofile über die DB. Durch das Plotten der Pole (AZI) und INCP aus CIP lässt sich hier eine Rotation der [c]-Achse mit als auch gegen den Uhrzeigersinn erkennen. Die Lage der Misorientierungsachse ist in diesem Fall nahe zu identisch mit der Lage einer der [m]-Achsen.

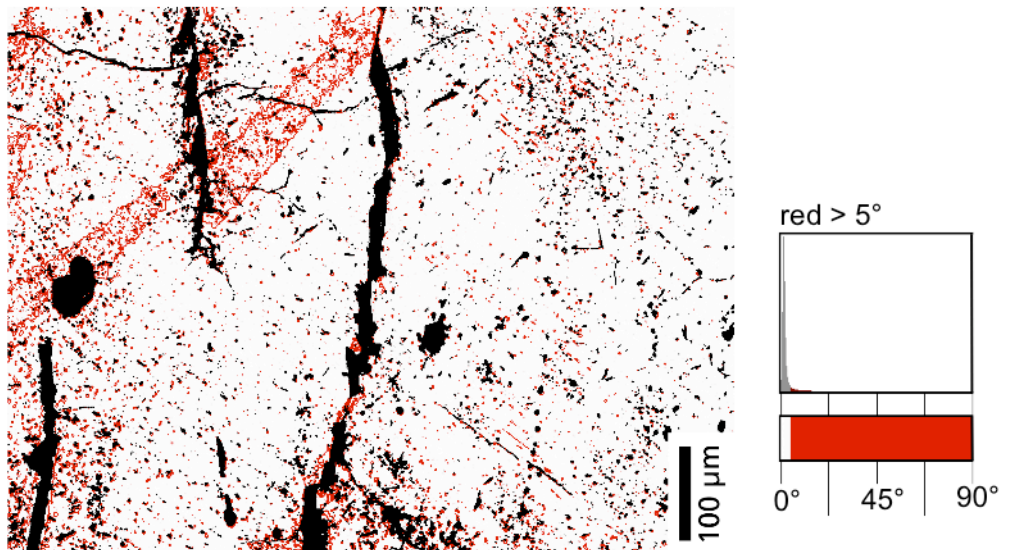


Abbildung 4. 29: Misorientierungsgradientenbild – edge-8a – der Probe 192 ATH – CIP 4. Die rot eingefärbten Bereichen entsprechen dabei einem Gradienten $\geq 5^\circ$.

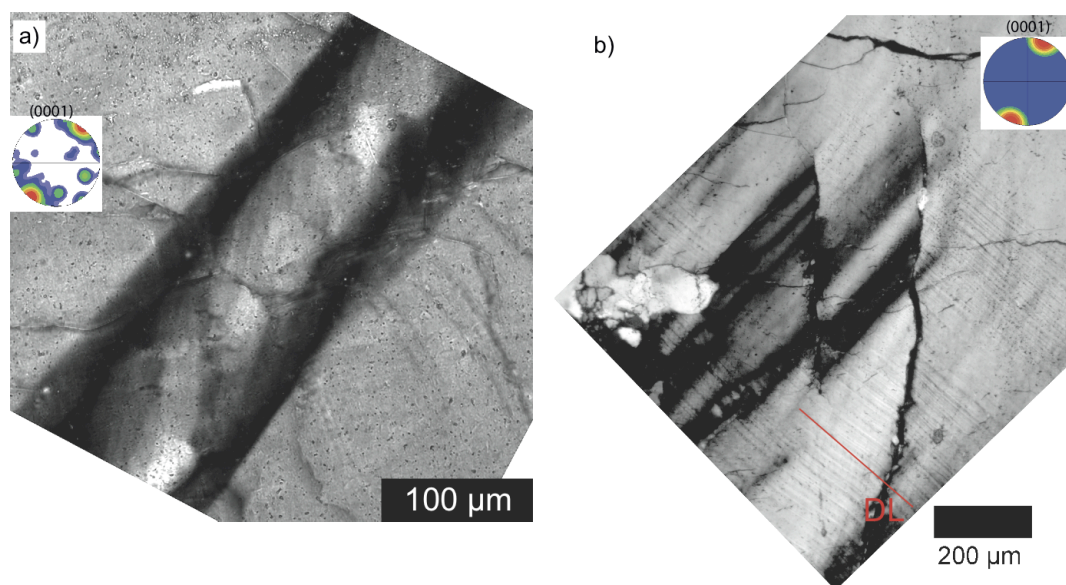


Abbildung 4. 30: DB der O^+ -Orientierung (gekreuzte Polarisatoren, für besseren Kontrast schräg zur c-Achse) a) Einzelnes DB in 184 ATH mit interner Zonierung. b) DB in 192 ATH an „fluid trails“ versetzt.

3) Deformationszonen (DZ)

DZ in O^+ -Orientierung sind keine eigenständigen Mikrostrukturen, sondern vielmehr Bereiche, in denen die zuvor beschriebenen DB gehäuft auftreten (Abb.4.31). DZ variieren in ihrer Breite zwischen 600 μm und 1.8 mm. Dabei ist auffällig, dass DZ mit zunehmender Verformung breiter werden und ab axialen Verkürzungen $> 15\%$ nicht mehr auszumachen sind. Innerhalb einer Probe sind DZ $\sim 45^\circ$ zu σ_1 geneigt und subparallel zur Spur der Basalfläche. Durch die DB innerhalb der DZ und ihrer räumlichen Anordnung hat es den Anschein, dass DB hier generieren und anschließend propagieren.

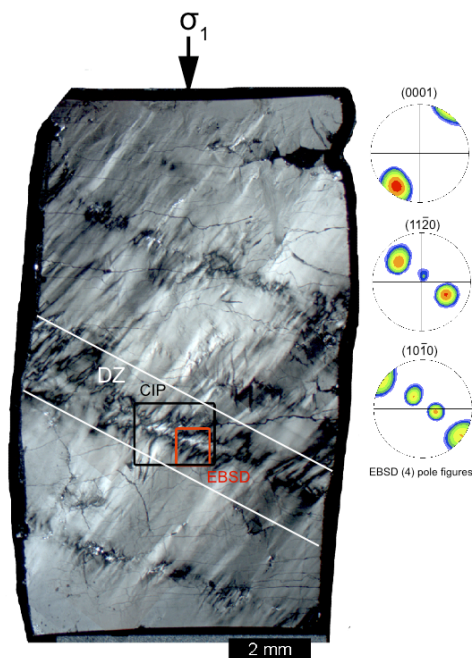


Abbildung 4. 31: DZ in O^+ -Orientierung gekennzeichnet durch gehäuftes Auftreten von kurzen DB (weiße Linien). Kennzeichnung von CIP und EBSD Aufnahmen abgebildet im Mikrostruktur-Atlas, rechts EBSD Polfiguren.

4) Rekristallisierte Körner

In O^+ -Orientierung kommt es häufiger zur Bildung einzelner rekristallisierter Körner als in \perp -m-Orientierung sowie zur Bildung von Rekristallisat - Haufen. Letztere sind häufig entlang von Mikrobrüchen (Abb.4.32) zu beobachten. Ihre Korngrenzen sind interlobat und nur selten polygonal ausgebildet. Nur vereinzelt lassen sich innerhalb der Körner interne Strukturen wie undulöse Auslöschung erkennen. DL oder DB innerhalb der 3 bis 150 μm großen Körner können nicht beobachtet werden. Die Rekristallisat - Haufen sind oft ellipsenförmig ausgebildet (Abb.4.33). Auffällig ist, dass sich die Längsachsen dieser Cluster häufig subparallel zur Spur der Kristall $[c]$ -Achse (H) ausrichten. Sowohl die $[c]$ -Achsen der rekristallisierten einzelnen Quarzkörner, als auch die $[c]$ -Achsen der Cluster - Rekristallisate, kommen nahe der Peripherie der Polfigur zu liegen und zeigen eine Dispersion um das $[c]$ -Achsen Maximum des Kristalls (H) (Abb. 4.33, 4.34).

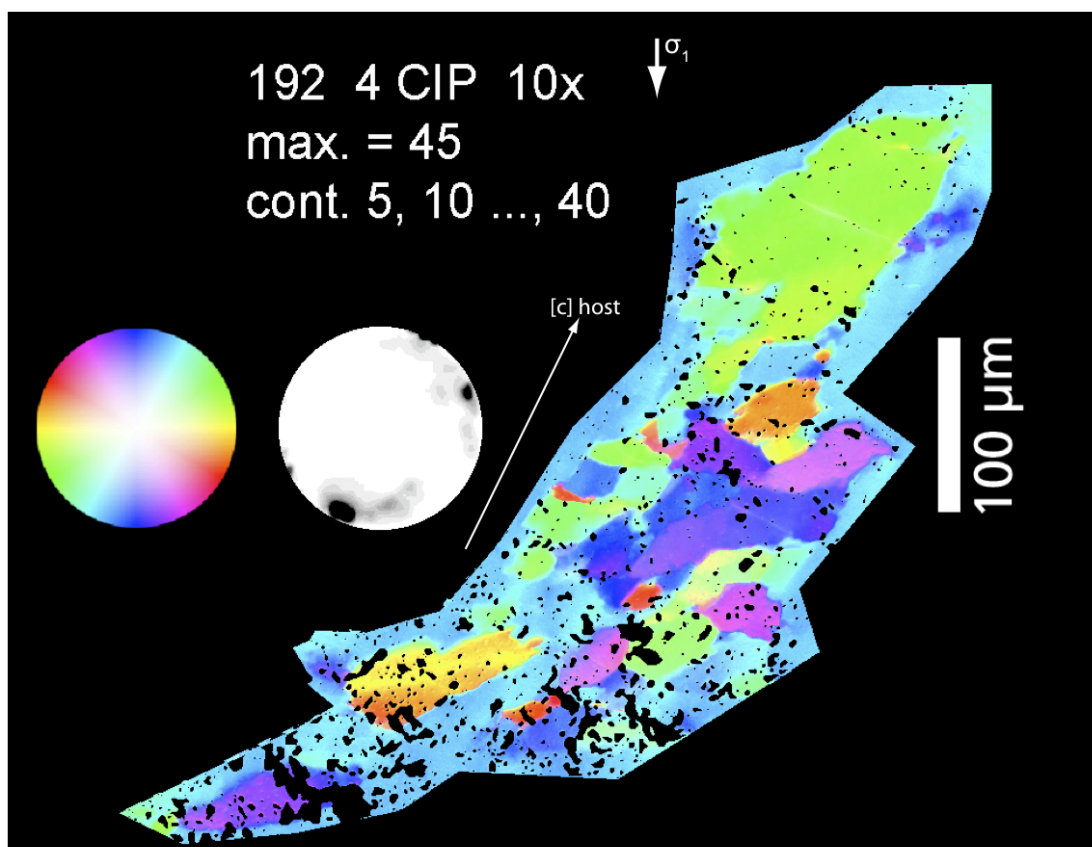


Abbildung 4. 32: COI eines Rekristallisat – Clusters der Probe 192 mit c-Achsen Polfigur und CLUT.

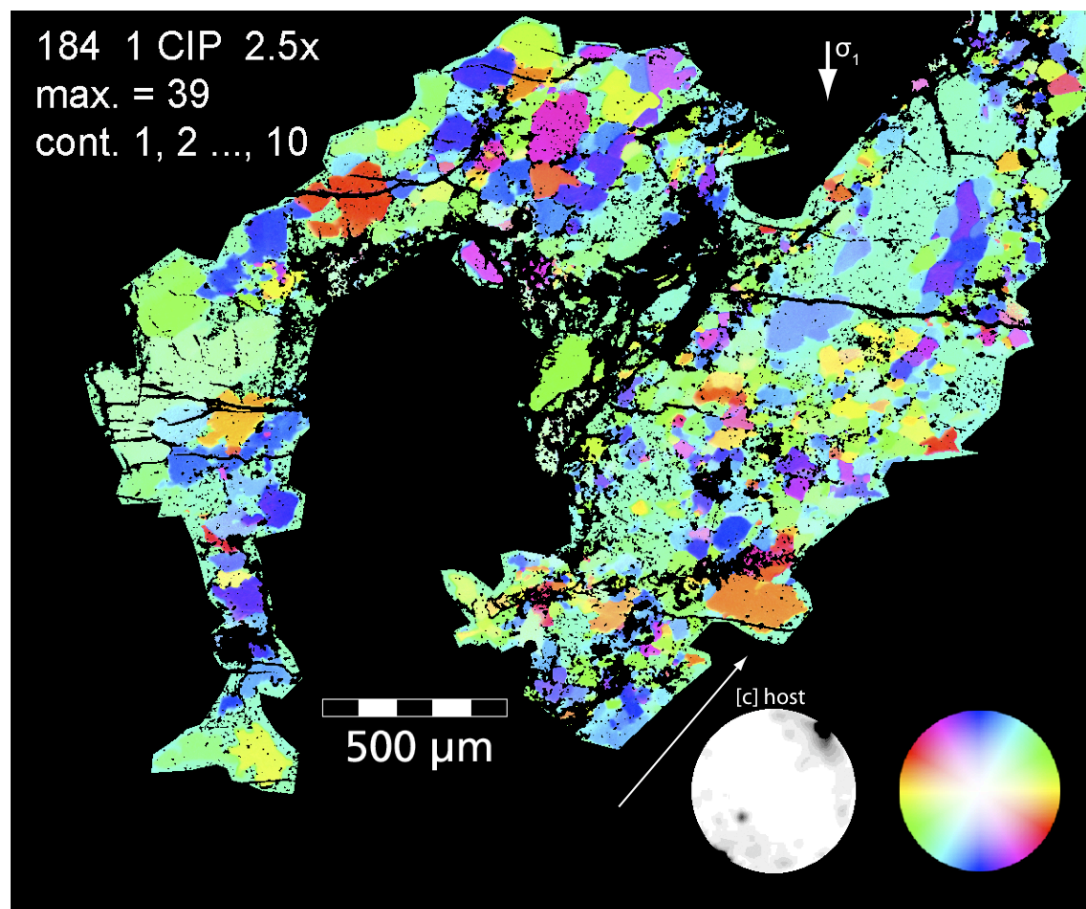


Abbildung 4. 33: COI eines Rekristallisat – Clusters entlang eines Bruches der Probe 184 mit c-Achsen Polfigur und CLUT.

4.6 Mikrostrukturelle Entwicklung bei Temperaturänderungen

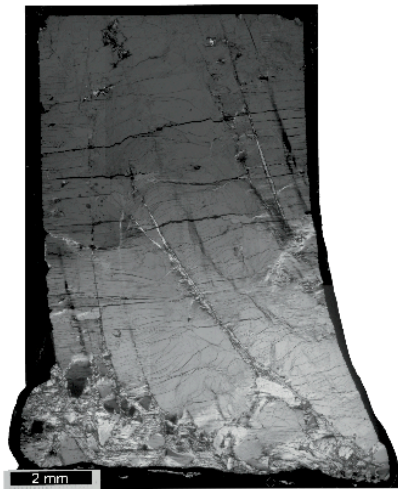
Zusätzlich zu den Experimenten bei von 900°C wurden im Rahmen dieser Arbeit auch die experimentellen Bedingungen variiert, um deren Einflüsse genauer zu untersuchen. Auf diese Änderungen wurde bereits in Kapitel 2 (Wasserneuverteilung) und in Kapitel 3 (mechanische Daten) eingegangen. Auch die mikrostrukturelle Entwicklung wird durch die jeweiligen experimentellen Bedingungen beeinflusst. Die Variation des Umschließungsdruckes (700 MPa, 1000 MPa, 1500 MPa) hatte in den Proben keine systematischen Änderungen der Mikrostrukturen zur Folge, so dass auf eine ausführliche Beschreibung der Mikrostrukturen bei Druckänderung hier verzichtet wird. Anders verhält es sich mit Änderungen der Deformationstemperatur. Bei Modifikationen der Temperatur können deutliche Unterschiede der Mikrostrukturen beobachtet werden. Um diese Experimente bestmöglich miteinander vergleichen zu können, wurden die übrigen experimentellen Bedingungen (\pm) identisch gehalten (Vergleich Tabelle 3.1 Kapitel 3). Die Temperaturen dieser Experimente betrugen sowohl für die $\perp m$ - als auch für O^+ -Orientierung 700°C, 800°C, 900°C und 1000°C.

4.6.1 Mikrostrukturelle Entwicklung bei Temperaturzunahme in Proben der $\perp m$ -Orientierung

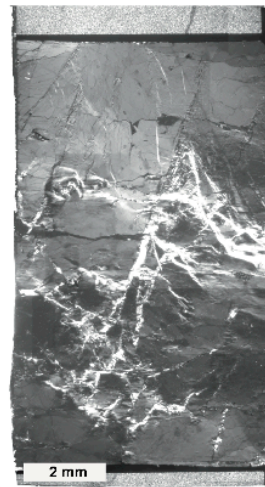
In Abbildung 4.34 kann die systematische Änderung in der Ausbildung der Mikrostrukturen in Proben der $\perp m$ -Orientierung deutlich erkannt werden. Während die Deformation bei 700°C und 800°C klar von Bruchbildung dominiert wird, kann dieses bruchhafte Verhalten in den Experimenten verformt bei 900°C und bei 1000°C nicht mehr beobachtet. Ebenfalls die Formänderung zeigt, dass die Verformung der Proben bei 700°C und 800°C eine andere ist als bei 900°C und 1000°C. Generell ist bei höheren Temperaturen die Verformung gleichmäßiger über die gesamte Probenlänge verteilt, während bei tiefen Temperaturen die Verformung deutlich stärker lokalisiert ist (Abb.4.34). Die bei den niedrigeren Temperaturen (700°C + 800°C) verformten Proben zeichnen sich durch Brüche und durch rekristallisierte Quarzkörner entlang dieser Brüche aus. Bei Probe 169 ATH (700°C) konzentriert sich die Verformung des Materials ausschließlich auf die Bruchzonen (z.B. unterer Bereich), während der obere Teil bis auf einzelne Brüche weitgehend unverformt ist.

Vereinzelt können in den Randbereichen der Brüche DL beobachtet werden (Abb.4.35). Die rekristallisierten Quarzkörner sind teilweise sehr klein und können im Lichtmikroskop nur sehr schwer bis gar nicht identifiziert werden. Die Körner, welche deutlich zu erkennen sind, sind zwischen 1 μm und 100 μm groß. Vereinzelt lassen sich größere Quarzkörner bzw. Quarzklasten beobachten (bis zu 1 mm) welche selten eine interne undulöse Auslöschung aufweisen. Das [c]-Achsen-Misorientierungsgradientenbild der Abbildung 4.35c zeigt deutlich die Krongrenzen der einzelnen Quarzkörner. Die [c]-Achsen-Polfigur (Abb.4. 35a, untere) zeigt ein weiteres Maximum zusätzlich zur Orientierung des Hauptkristalles welches den Bereich der rekristallisierten Quarzkörner zuzuordnen ist. Dieses zweite Maximum ist symmetrisch zum Versatz der Scherzone orientiert (Abb.4.35). Der Hauptkristall weist nur sehr geringe bis keine Misorientierungen der [c]-Achse auf. Auch bei 800°C findet die Deformation vorwiegend durch Bruchbildung statt. Neben den Brüchen und kleinsten rekristallisierten Körner entlang dieser Brüche lassen sich bei 800°C weitere Mikrostrukturen beobachten. So zum Beispiel tritt undulöse Auslöschung über die gesamte Probenlänge auf. Außerdem lassen sich erste DB erkennen, jedoch scheinen diese stärker in Verbindung zu den Brüchen als zu kristallographischen Flächen (siehe 4.3) zu stehen (Abb.4.36). Die bruchhafte Verformung und lokale Rekristallisation ist hier über die gesamte Probe auszumachen. Der Durchmesser der rekristallisierten Quarzkörner beträgt durchschnittlich zwischen 10 μm und 30 μm . Vereinzelt lassen sich größere Körner von Durchmessern von bis zu 80 μm erkennen. Das [c]-Achsen Misorientierungsbild der Abbildung 4.36 verdeutlicht, dass sich die höchsten [c]-Achsen Misorientierungen (bis zu 80° zum Gesamtkristall) in Bereichen auftreten, in denen das Material deutliche Bruchbildung aufweist.

700 °C (169 ATH)



800 °C (242 ATH)



900 °C (146 ATH)



1000 °C (238 ATH)

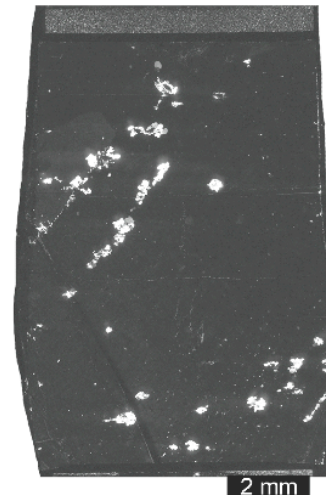


Abbildung 4. 34: Experimente der $\perp m$ -Orientierung durchgeführt bei verschiedenen Temperaturen (Aufnahmen mit gekreuzten Polarisatoren). Hier ist deutlich zu erkennen wie sich die Form der Proben als auch die mikrostrukturelle Entwicklung mit zunehmender Temperatur ändern.

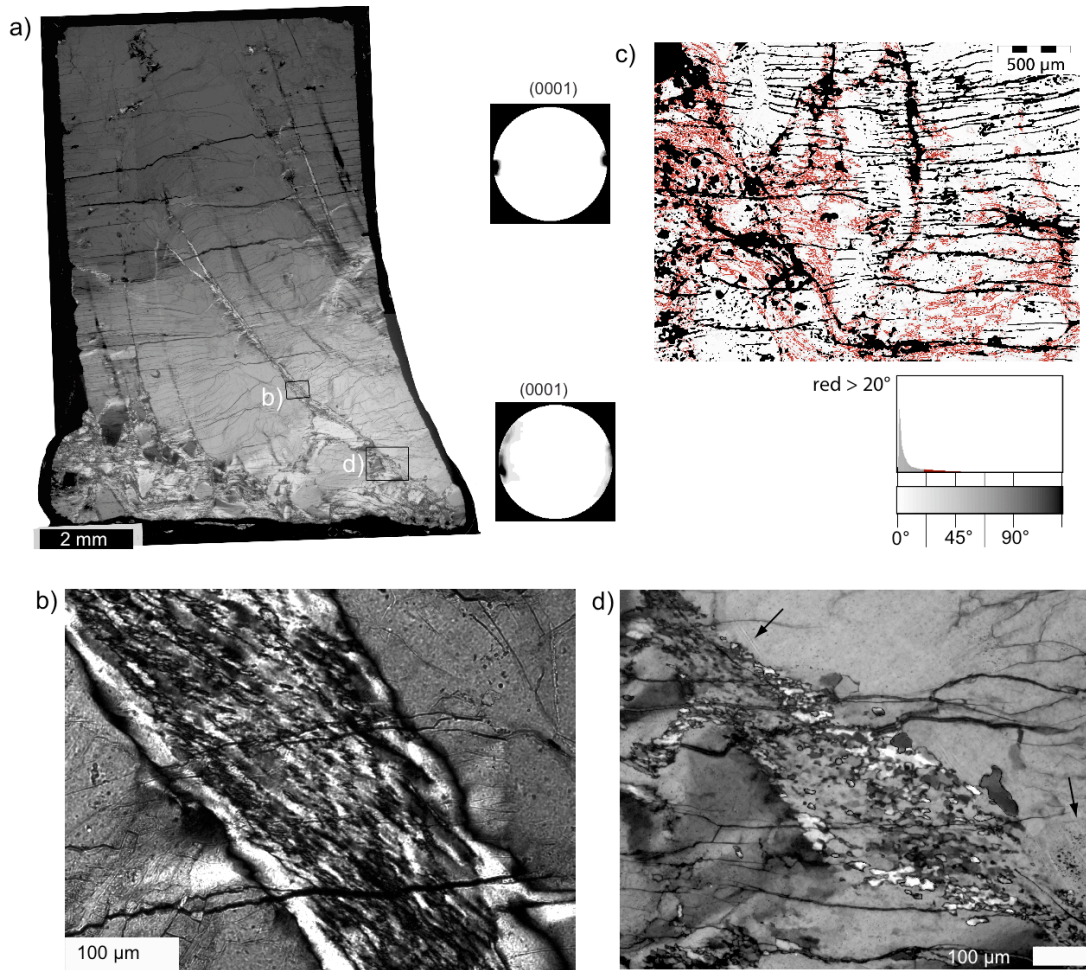


Abbildung 4. 35: Mikroskopische Aufnahmen zu Probe 169 ATH bei 700°C und 1500 MPa. a) Übersicht der Probe (gekennzeichnete Polarisatoren). b und d) Detailaufnahmen b) auf einem Bruch bzw. ein Scherband, in welchem sich die kleinsten rekristallisierten Quarzkörner erkennen lassen. d) Aufnahme im unteren Bereich der Probe in welcher es möglich ist kleinste Quarzkörner zu erkennen und am Rand dieser rekristallisierten Körnern lassen sich Deformationslamellen (DL) erkennen (schwarze Pfeile). b) [c]-Achsen-Misorientierungsgradientenbild, ebenfalls aus dem unteren Bereich der Probe (links) in welchem sich sehr gut die Korngrenzen der neugebildeten Quarzkörner zu erkennen sind.

Ab einer Temperatur von 900°C lässt sich ein deutlicher Unterschied zu den niedrigeren Temperaturen erkennen. Bruchbildung, entlang welcher die Deformation konzentriert ist, lässt sich nicht mehr erkennen. Die auftretende Formänderung der Proben lässt vielmehr auf plastische Deformation schließen, ebenso wie die in Kapitel 4.3 ausführlich beschriebenen Mikrostrukturen. Auffällig ist, dass die Proben

vorwiegend im Zentrum verformen, was in einem engen Zusammenhang mit dem Temperaturgradienten innerhalb der Probenanordnung steht (z.B. Tullis et al. 1973). Experimente, durchgeführt bei 1000°C, zeigen eine weitaus homogenere Verformung über die gesamte Probenlänge (Abb.4.34). Bezüglich der Mikrostrukturen sind Proben verformt bei 1000°C sehr unauffällig. Vereinzelt lassen sich kleine Bereiche einer anderen [c]-Achsenorientierung beobachten (Abb.4.37). DL, DB sowie DZ sind nicht zu erkennen. Im Gegensatz zu Proben verformt bei 900°C treten häufiger rekristallisierte Quarzkörner auf, welche auch hier bevorzugt entlang von Brüchen auftreten. Diese Körner sind in ihrem Durchmesser sehr unterschiedlich und zwischen 30 µm bis ca. 400 µm groß.

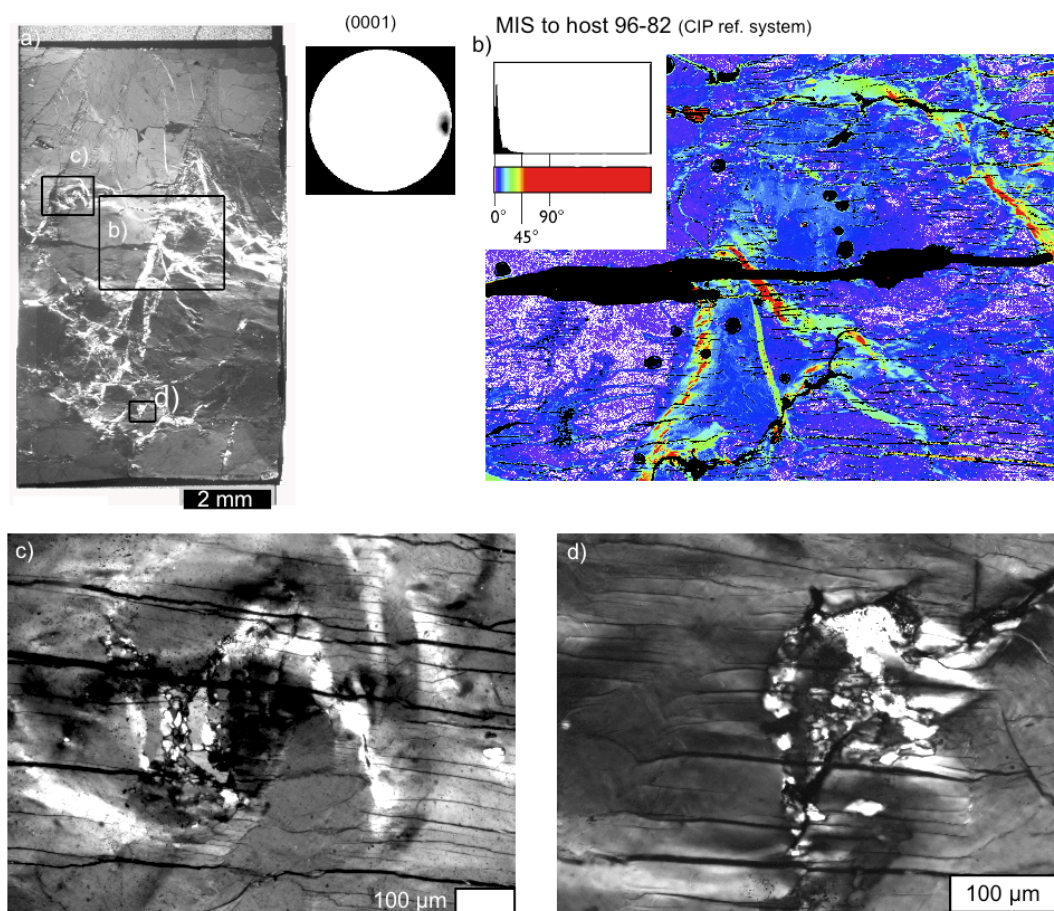


Abbildung 4. 36: Mikroskopische Aufnahmen der Probe 242 ATH deformiert bei 800°C und 1500 MPa. a) Übersicht der Probe (gekreuzte Polarisatoren). b) [c]-Achsen-Misorientierungsbild zur Referenzrichtung 96-82 (CIP Ref.system) in welche sich die höchsten Misorientierungen entlang von Brüchen zu erkennen sind. c und d) Mikroskopische Aufnahmen (gekreuzte Polarisatoren) c) kleinste rekristallisierte Körner entlang von Brüchen und Änderungen in der [c]-Achsen-Orientierung in den umgebenden Bereichen (weiß). d) Rekristallisierte Quarzkörner entlang eines Bruches und undulöse Auslöschung des umgebenden Hauptkristalles.

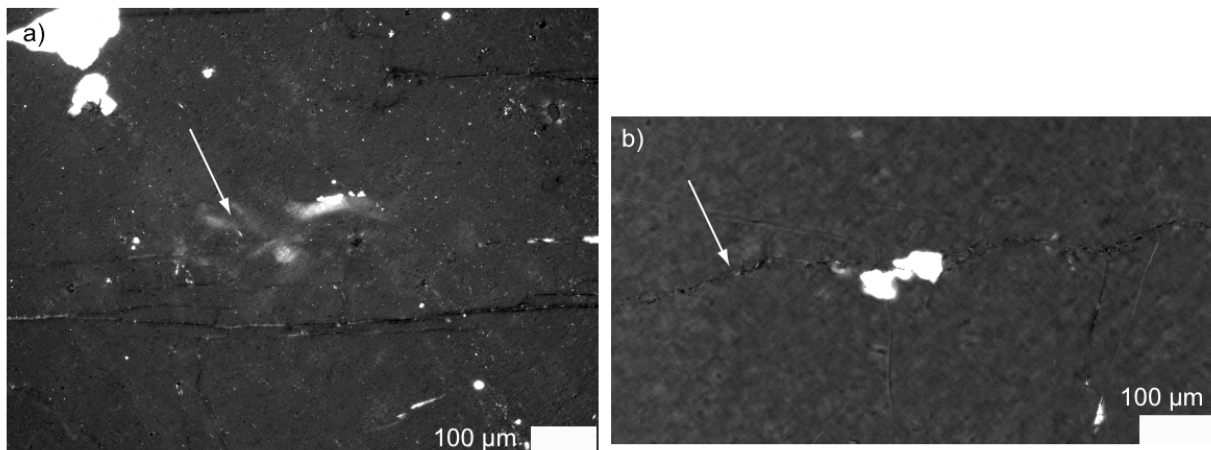


Abbildung 4. 37: Mikroskopische Aufnahmen (gekreuzte Polarisatoren) der Probe 238 ATH verformt bei 1000°C und 1500 MPa. a) Zeigt die nur sehr selten auftretenden Orientierungsänderungen der [c]-Achse (weißer Pfeil), sowie einzelne rekristallisierte Quarzkörner. b) Einzelne, kleine rekristallisierte Quarzkörner entlang eines Bruches, des Weiteren zeigt der umgebende Kristall keine Auffälligkeiten.

4.6.2 Mikrostrukturelle Entwicklung bei Temperaturzunahme in Proben der O^+ -Orientierung

Abbildung 4.38 zeigt vier Experimente der O^+ -Orientierung bei verschiedenen Temperaturbedingungen. Auch hier ist deutlich zu erkennen, dass sich die Mikrostrukturen und auch die Probenform mit Zunahme der Deformationstemperatur systematisch verändern. Im Gegensatz zu den Experimenten der $\perp m$ -Orientierung kann eine Verformung vorwiegend durch Bruchbildung nur im Experiment bei 700°C beobachtet werden. Auffallend ist, dass sich auch hier die Verformung auf den unteren Teil der Probe konzentriert und mit Bruchbildung einhergeht. Wie in Proben der $\perp m$ -Orientierung lassen sich die rekristallisierten Körner entlang der Brüche nur sehr schwer bis gar nicht erkennen. Im Fall der Probe 254 ATH (700°C) konnten die Durchmesser der sehr kleinen Körner nicht bestimmt werden. Neben den Rekristallisaten, kann immer wieder undulöse Auslöschung und bisweilen starke lokale Misorientierung in den Bereichen um die Brüche herum erkannt werden.

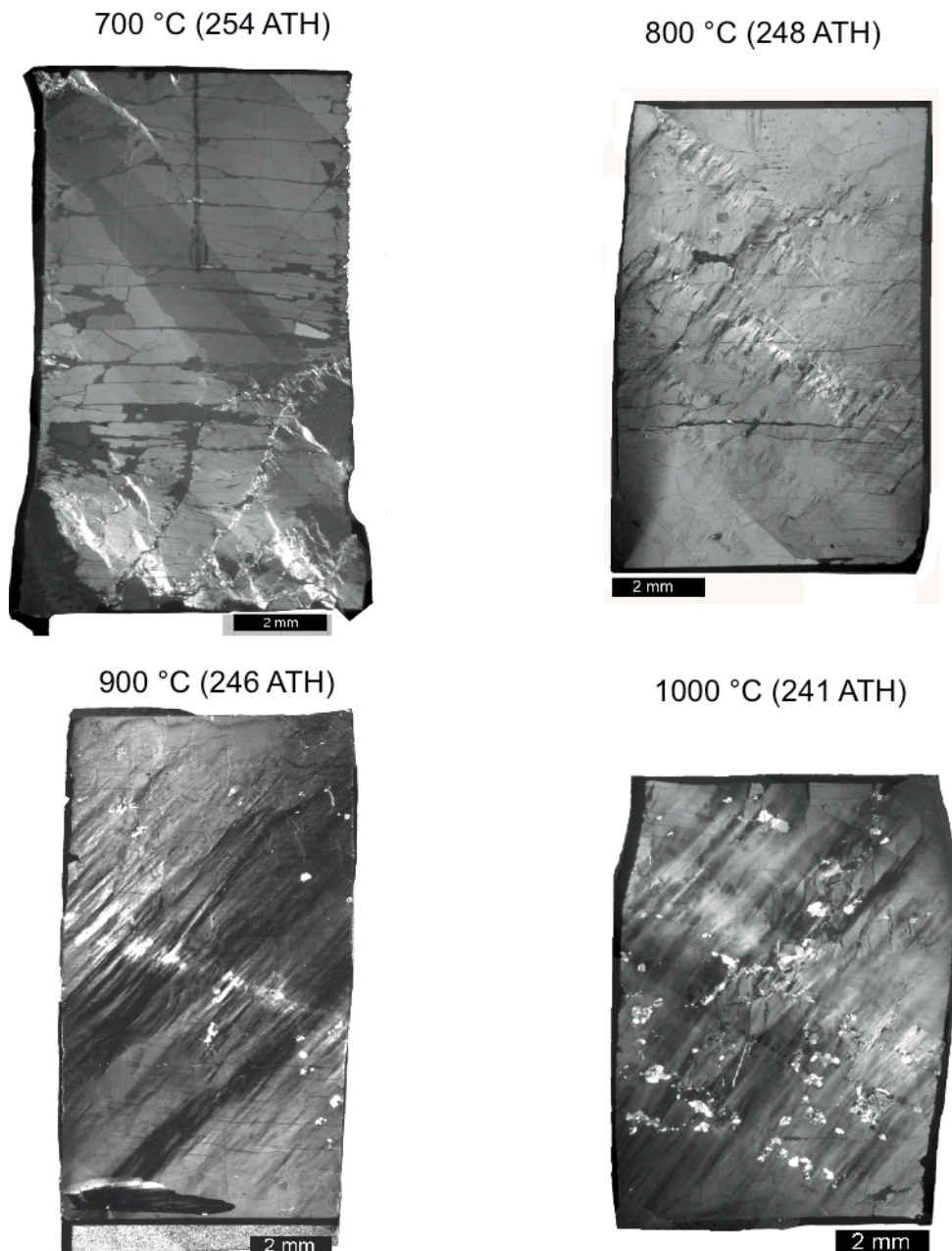


Abbildung 4. 38: Experimente der O^+ -Orientierung durchgeführt bei verschiedenen Temperaturen (Aufnahmen mit gekreuzte Polarisatoren). Hier ist deutlich zu erkennen wie sich die Form der Proben als auch die mikrostrukturelle Entwicklung mit zunehmender Temperatur ändern.

Experimente bei 800°C, zeigen in O^+ -Orientierung eine wesentlich geringere Bruchbildung als bei gleichen experimentellen Bedingungen in $\perp m$ -Orientierung. In Experiment 248 ATH sind bereits erste DB sub-parallel zur $[c]$ -Achse zu erkennen ebenso wie DZ sub-parallel zur Spur der Basalfläche (Abb.4.38, 4.39). Neben diesen sind in 800°C Experimenten der O^+ -Orientierung häufiger DL und rekristallisierte Quarzkörner

zu beobachten, wobei die DL sehr oft in Bereichen um die rekristallisierten Körner auftreten (Abb.4.40). Die Durchmesser der Quarzkörner betragen zwischen $\sim 10\ \mu\text{m}$ und ca. $50\ \mu\text{m}$. Sie treten eher selten auf und sind stets mit Brüchen vergesellschaftet.

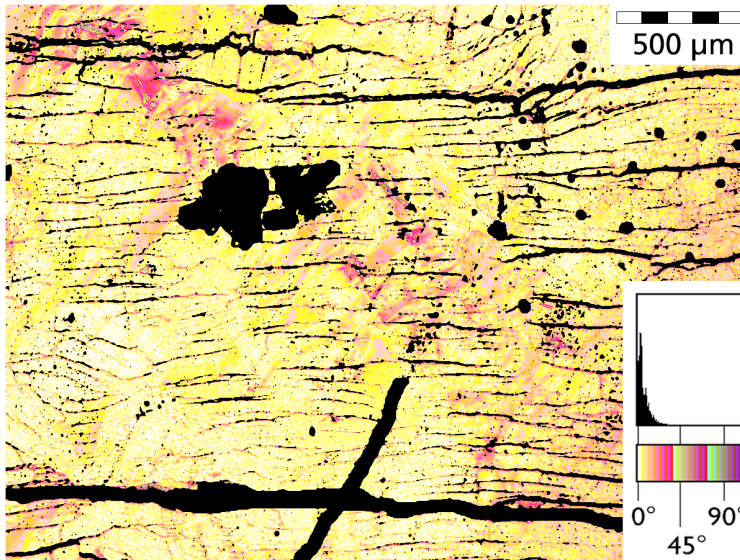


Abbildung 4. 39: [c]-Achsen-Misorientierungsbild 248 ATH zur Referenzrichtung 40-86 (CIP Ref.system) mit entsprechender Kolorierung der Misorientierung

Ab einer Temperatur von 900°C kommt es zu einer deutlichen Änderung in der Probenform (für O^+ Z-Form, Abb.4.38), ebenso wie bei Experimenten der $\perp m$ -Orientierung, zum anderen sind die bereits in 800°C Experimenten beobachteten Mikrostrukturen viel deutlicher ausgebildet und über den gesamten Probenquerschnitt zu verfolgen (Abb.4.38). Etwas anders als in $\perp m$ Proben verhält es sich mit den Mikrostrukturen der O^+ -Orientierung bei 1000°C . Hier lassen sich, mit Ausnahme der DL, die gleichen Beobachtungen machen wie in Experimenten bei 900°C . Neben den DB sind ebenfalls die zuvor klassifizierten DZ noch leicht zu erkennen. Außerdem fallen deutliche Subkornbildung und Quarz-Schachbrett Rekristallisate auf. Auffällig ist auch hier, dass viele rekristallisierte Quarzkörner zu beobachten sind, die sehr oft entlang von Brüchen auftreten (Abb.4.40).

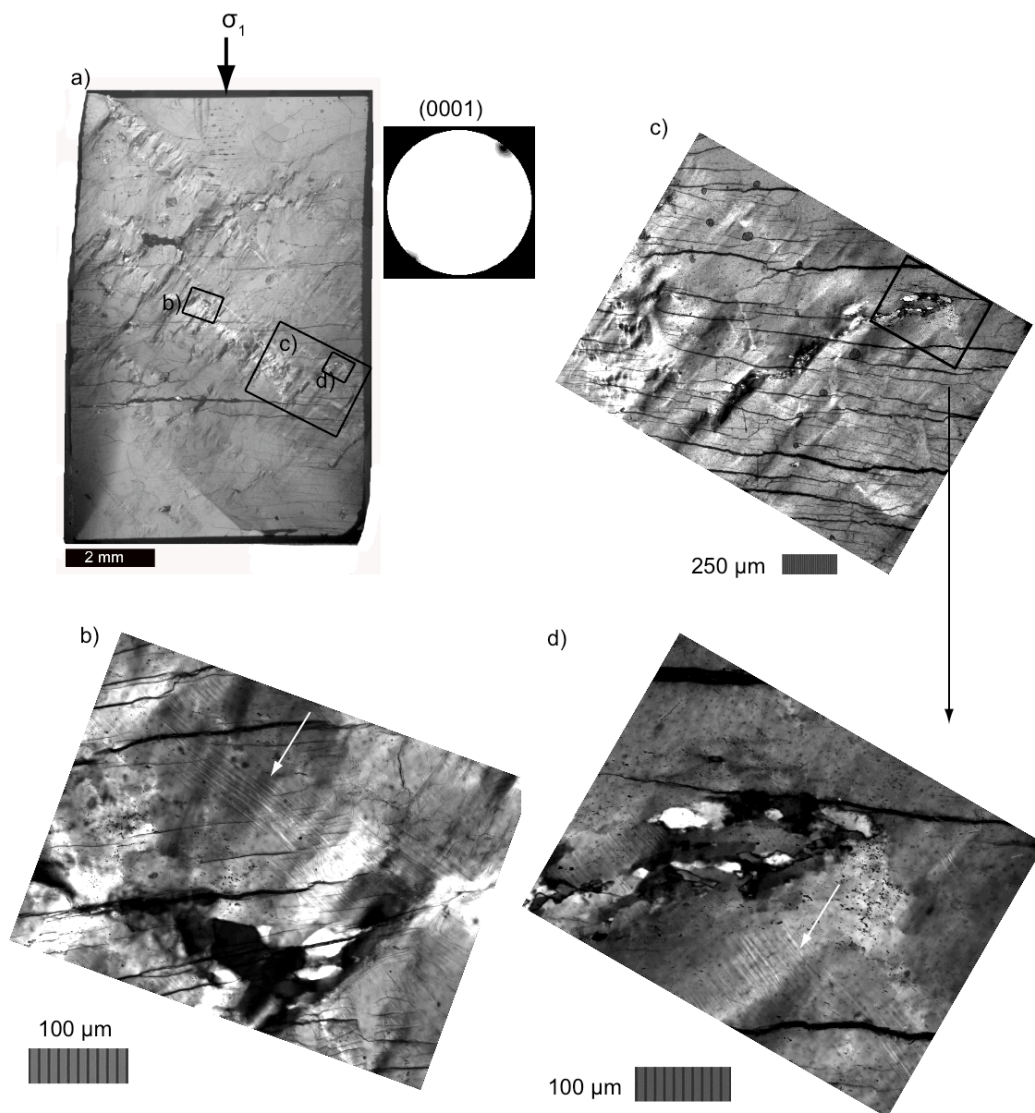


Abbildung 4. 40: Mikroskopische Aufnahmen zu 248 ATH (gekreuzte Polarisatoren, für besseren Kontrast schräg zur c-Achse) a) Übersichtsabbildung mit repräsentativer CIP-Polfigur. b) DL (weißer Pfeil) und kleine rekristallisierte Körner in Bruchbereichen. c) Übersicht zu d. d) Ebenfalls kleinste rekristallisierte Körner und DL (weißer Pfeil).

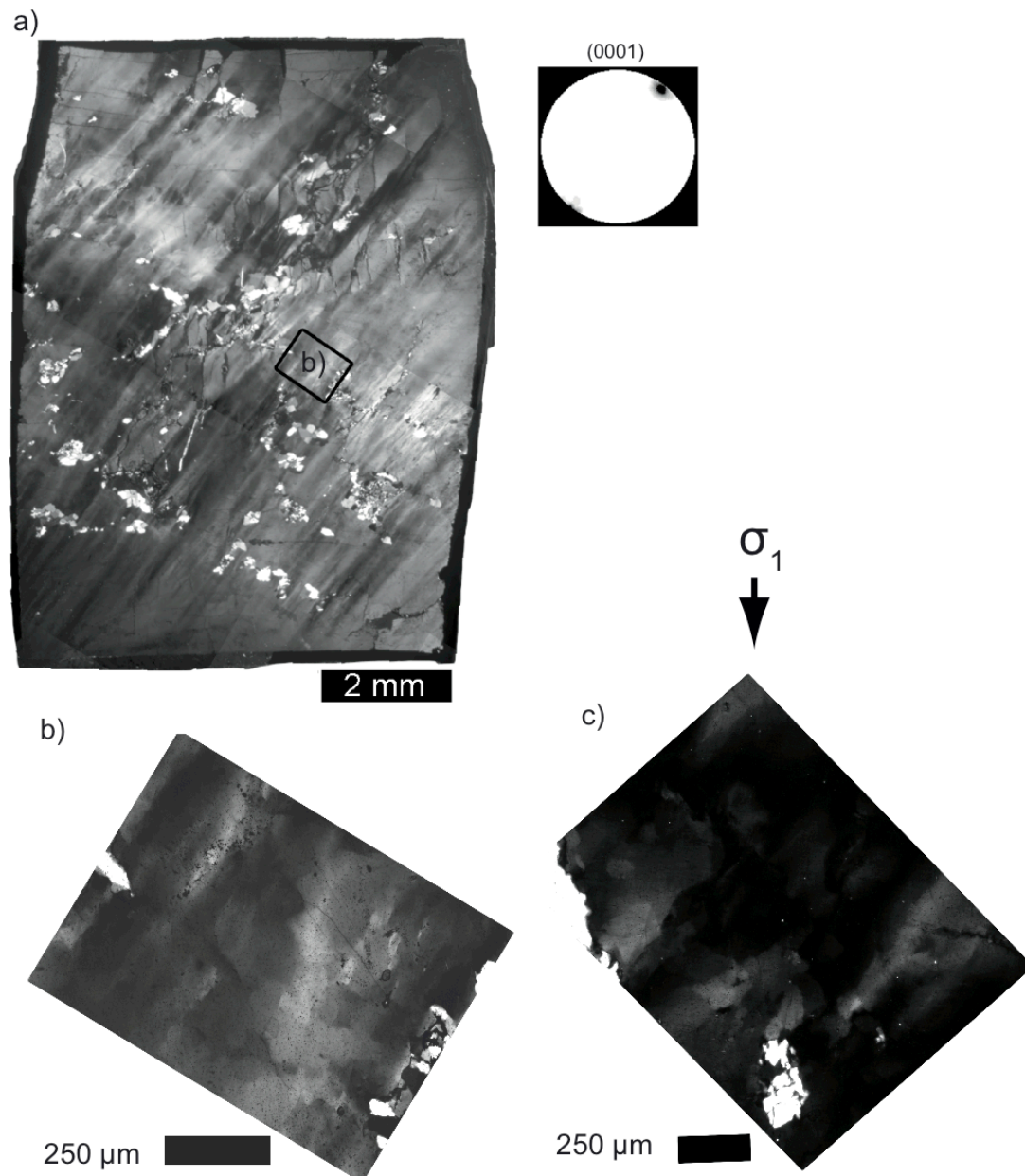


Abbildung 4.41: Mikroskopische Aufnahmen zu 241 ATH (gekreuzte Polarisatoren, für besseren Kontrast schräg zur c-Achse). a) Übersichtsabbildung mit repräsentativer CIP-Polfigur. b,c) Quarz-Schachbrett Rekristallisate und an den Rändern jeweils kleinere rekristallisierte Quarzkörner.

4.7 Interpretation und Diskussion

Die zuvor beschriebenen Mikrostrukturen sollen hier im Zusammenhang betrachtet und interpretiert werden. Dabei werden ebenfalls die Ergebnisse aus den vorherigen Kapiteln (Wassergehalte und mechanische Daten) teilweise mit einbezogen, da sowohl der Wassergehalt als auch die experimentellen Temperaturen einen starken Einfluss auf die Verformung von Quarz haben (z.B. Christie et al., 1964, Griggs und Blacic, 1965, Heard und Carter, 1968, Balcic, 1975). Im Gegensatz dazu scheint der Umschließungsdruck bei dem hier verwendeten Material nur einen sehr geringeren Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften des Materials (Kapitel 3) zu haben aber keinen signifikanten Einfluss auf die mikrostrukturelle Entwicklung. Dies wird daran deutlich, dass unabhängig vom Umschließungsdruck (700 MPa, 1000 MPa und 1500 MPa), bei sonst identischen experimentellen Bedingungen, dieselben Mikrostrukturen (vgl. Kapitel 5) zu beobachten sind (bei beiden Orientierungen).

Ebenfalls keinen erkennbaren Einfluss auf die Verformung und die Ausbildung der Mikrostrukturen haben die im Ausgangsmaterial vorhandenen Dauphiné Verwilligungen sowie die vereinzelt auftretenden Wachstumszonen. In lediglich einer Probe ist zu beobachten, dass sich die Wachstumszonen im stark deformierten Bereichen in Folge der axialen Verkürzungen verbiegen. Da Dauphiné Verwilligungen in allen durch EBSD untersuchten Proben nachzuweisen sind, kann ein Einfluss dieser auf das mechanische Verhalten des Materials nicht vorgenommen werden. Ebenfalls wie die Wachstumszonen kann in einigen Proben ein Verbiegen dieser beobachtet werden. Mikrostrukturen als auch Flüssigkeitseinschlüsse stehen soweit beobachtet nicht im Zusammenhang zu Dauphiné Zwillingen. Die Wachstumszonen hingegen konnten nach der Deformation eindeutig nur in einer Probe nachgewiesen werden (190 ATH). Diese Probe zeigt während der Verformung kein „steady state“. Nach dem Erreichen der Yield-Spannung ist eine Schwächung des Materials um 40 MPa erkennbar. Anschließend, nach ~9% axialer Verkürzung, findet eine Materialhärtung statt. Da die Wachstumszonen nur in dieser einen Probe zu beobachten sind und somit dieses mechanische Verhalten nur an dieser Probe beobachtet werden konnte, liegt es nahe, dass die Wachstumszonen dieses Verhalten beeinflussen (Materialschwächung und –verhärtung).

Im Gegensatz dazu sind die im Ausgangsmaterial enthaltenen Flüssigkeitseinschlüsse sehr wichtig, um das Material plastisch zu verformen (Kapitel 2). An dieser Stelle soll noch einmal darauf hingewiesen werden, dass das Material, welches verformt wird, ein Quarzeinkristall mit vielen kleinen und durch Dekrepitation

entstandenen (beim Erreichen der experimentellen Bedingungen), homogen verteilten Flüssigkeitseinschlüssen ist.

Eines der auffälligsten Merkmale, welche auf die plastische Verformung hinweisen, ist die Probenform nach der Deformation. Weiterhin wird versucht mit Hilfe der identifizierten Mikrostrukturen die aktiven Gleitsysteme und Deformationsmechanismen zu bestimmen.

4.7.1 Probenform

Die Orientierungen der Proben wurde gewählt, um gezielt bestimmte Gleitsystem zu aktivieren: 1) $\perp m$ = Prismen $\langle a \rangle$ Gleiten, 2) O^+ = Basal $\langle a \rangle$ Gleiten sowie Prismen $[c]$ Gleiten (z.B. Baëta & Ashbee, 1969a,b, Hobbs et al., 1972, Blacic, 1975, Morrison-Smith et al., 1976, Linker & Kirby, 1981). Aus den Kenntnissen über die Lage der Kristallstruktur errechnet sich für Prismen $\langle a \rangle$ Gleiten ein Schmidfaktor von 0.43 in $\perp m$ -Orientierung (vgl. Kapitel 3.1.2, z.B. Linker & Kirby, 1981). Auch für die Rhomben $\langle a \rangle$ Gleitsysteme wird in dieser Orientierung, wie bei Linker und Kirby (1981) beschrieben, ein noch recht hoher Schmidfaktor von 0.34 erreicht. Somit sollten in $\perp m$ -Orientierung nur Gleitsysteme in $\langle a \rangle$ - Richtung aktiv werden. Die nahezu symmetrische, konvexe Wölbung der $\perp m$ -Proben, vorwiegend im Zentrum, geben einen deutlichen Hinweis, dass Gleiten in Richtung der $\langle a \rangle$ - Achsen stattfindet.

In O^+ -Orientierung ergibt sich auf Grund der Lage der kristallographischen Achsen für eine ideal präparierte Probe der größtmögliche Schmidfaktor von 0.5 für basales $\langle a \rangle$ Gleiten sowie für Prismen $[c]$ Gleiten. Wie bereits in Kapitel 3.2.1 beschrieben, wurde diese perfekte Lage der kristallographischen Achsen hier nicht erreicht, so dass der Schmidfaktor geringer ausfällt. Dies führt vermutlich dazu, dass die Probenform nicht symmetrisch ist. Die zu beobachtende „Z-Form“ der Proben lässt erkennen, dass sich die Deformation in der Basalebene konzentriert. Ein wichtiger Unterschied zwischen den beiden Orientierungen liegt in der Verteilung der Deformation. In $\perp m$ -Orientierung konzentriert sich die Deformation stets auf den zentralen Teil, bzw. auf den Teil in welchem auch das Thermoelement saß. In O^+ -Orientierung ist die Deformation über die gesamte Länge der Proben verteilt. Griggs und Blacic (1965) und Blacic (1975) beschreiben an Einkristallen der O^+ -Orientierung eine Konzentration der Deformation im zentralen Drittel der Proben. In Experimenten an polykristallinen Materialien ist ebenfalls eine Verformung im Zentrum der Proben

zu erkennen (z.B. Tullis et al., 1973). Die Tatsache, dass in den O^+ -Proben dieser Arbeit eine Konzentration der Deformation nicht zu beobachten ist kann verschiedene Ursachen haben. Einmal kann die Abweichung von der idealen O^+ -Orientierung eine Rolle spielen. Dadurch wird die kritische Scherspannung für die Aktivierung der gewünschten Gleitsysteme zu gering (geringerer Schmidfaktor) und diese kann dadurch nicht bzw. nur teilweise aktiviert werden. Eine weitere Erklärung ist, dass die Aktivierungstemperaturen/ Aktivierungsenergien der beiden Gleitsysteme in O^+ -Orientierung unterschiedlich sind. Wie aus der Literatur bekannt ist, ist die kritische Scherspannung und somit die Aktivierung der Gleitsysteme stark Temperatur abhängig (z.B. Schmid und Casey, 1986, Tullis, 1997, Passchier und Trouw, 2005). Demnach wird in der Natur basales $\langle a \rangle$ Gleiten bereits zwischen 300°C und 400°C aktiv, wogegen Prismen $\langle c \rangle$ Gleiten erst über 700°C dominant ist (Heard und Carter, 1968, Mainprice et al., 1986). Prismen $\langle a \rangle$ Gleiten, welches in $\perp m$ -Orientierung aktiviert werden sollte, ist ab Temperaturen zwischen 400°C und 700°C aktiv. Die Beobachtung das Proben der O^+ -Orientierung bereits bei 800°C eine leichte „Z-Form“ aufweisen sowie die typischen Mikrostrukturen (DL, DB, undulöse Auslöschung) und Proben der $\perp m$ -Orientierung diese Mikrostrukturen als auch die konvexe Wölbung erst bei 900°C aufweisen, bestätigt die Temperaturabhängigkeit der Gleitsysteme. Bei Verformungstemperaturen von 1000°C ist in beiden Orientierungen zu erkennen, dass die Probenform homogener über die gesamte Probe verteilt ist. Der Einfluss der Temperatur auf die Aktivierung der Gleitsysteme wird ebenfalls an den mechanischen Verhalten der Proben ersichtlich (vgl. Kapitel 3).

4.7.2 Deformationslamellen (DL)

DL im Quarz sind häufig beobachtete Mikrostrukturen und treten am häufigsten in basaler bzw. subbasaler Orientierung auf (Christie et al., 1964, McLaren und Hobbs, 1972, Withe 1973a,b, Christie und Ardell, 1974, Drury, 1993, Trepmann und Stöckert, 2003) wie auch in anderen Orientierungen wie zum Beispiel prismatisch oder subprismatisch. Wie DL gebildet werden und wie sie zu interpretieren sind ist bis jetzt nur teilweise verstanden (Passchier & Trouw, 2005). Eine der am häufigsten angewandten Methoden zur Untersuchung von DL ist TEM (McLaren et al. 1967, White, 1973a, Morrison-Smith et al., 1976, McLaren et al. 1989). Christie et al. (1964) beschreiben, dass DL nahezu parallel zur Gleitebene sind und durch Anordnungen von Stufenversetzungen (edge dislocations) entstehen. Blenkinsop und Drury (1988)

sowie Trepmann und Stöckert (2003) beobachten DL bestehend aus verworrenen Versetzungen und kleinen elongierten Subkörnern. Auch McLaren et al. (1970) und McLaren und Hobbs (1972) definieren DL als Effekt von Subkorn Grenzen. Die Bildung von DL kann aber auch mit Bändern unterschiedlich hoher Versetzungsdichten oder mit planaren Strukturen von Mikrobrüchen (verursacht durch Flüssigkeitseinschlüsse) in Zusammenhang gebracht werden (White, 1973b, 1975, Christie und Adrell, 1974, Drury, 1993). Christie et al. (1968) beobachten einen Zusammenhang zwischen dem (OH)-Gehalt und der Bildung von DL. Blacic (1975) nimmt an, dass DL die Spur von Gleitlinien im Kristall sind und somit Informationen zum aktiven Gleitsystem geben. White (1973b), Christie and Ardell (1974) sowie Drury (1993) schlussfolgern, dass DL nicht genutzt werden sollten um auf die aktivierten Gleitsysteme zu zuschließen, da während ihrer Bildung Ausheilprozesse involviert sein können. DL werden viel mehr unter bestimmten Deformationsbedingungen gebildet (Drury, 1993) und sind somit Indikatoren für Kristallplastizität und weisen auf bestimmte Deformationsprozesse wie exponentielles Kriechen (exponential creep) oder Kaltverformungsregimes (cold working regimes) hin (Drury, 1993). Die Variabilität in der Orientierung von DL kann nach Twiss (1974) durch „cross slip“ oder Versetzungsklettern erklärt werden. Heard und Charter (1968) beobachten eine Änderung in der Orientierung von DL, wenn es zu einem Anstieg der Temperatur oder einer Erniedrigung der Verformungsrate kommt, von basal zu subbasal und subprismatisch. Drury (1993) behauptet, dass subbasale DL in Quarz indikativ für gleitkontrollierte Deformation sind bei niedrig-Temperatur Plastizität anzeigen. Auch Trepmann und Stöckert (2003) schließen aus ihren Beobachtungen von subbasalen DL, wenig rekristallisierter Quarzkörner und einer hohen Dichte an verheilten Mikrobrüchen, auf niedrig-Temperatur Plastizität. Christie und Raleigh (1959) schlussfolgern aus ihren Beobachtungen an Quarziten, dass DL nur durch geringe Verformung erzeugt werden und bei intensiver Deformation nicht gebildet werden. Weiss (1954) betrachte DL als ersten Indikator für Deformation.

Die Spuren der DL in $\perp m$ -Orientierung sind subparallel zu den Spuren der $\langle a \rangle$ -Achsen, jedoch ist deren räumliche Lage nicht bekannt, so dass keine Aussagen zum aktiven Gleitsystem gemacht werden können. Das Auftreten der DL sowohl nach rechts als auch nach links geneigt gegenüber der Kompressionsrichtung, deutet darauf hin, dass es sich um symmetrische Gleitsysteme handelt. In O^+ -Orientierung sind die am deutlichsten ausgebildeten DL subparallel zur Basalfläche und seltener auftretende DL parallel zur Spur der $[c]$ -Achse. Für die subbasalen DL der O^+ -

Orientierung konnten TEM-Aufnahmen gemacht werden (vgl. Kapitel 2), welche bestätigen, dass es sich um Gleiten von Versetzungen in der Basalfläche handelt. DL subparallel zur Spur der [c]-Achse würden demzufolge auf Bewegung von Versetzungen in diese Richtung hindeuten. Da DL subparallel zur Spur [c]-Achse weniger häufig zu erkennen sind, liegt die Vermutung nahe, dass ein Gleiten in Richtung [c] eher untergeordnet ist. Ebenfalls wurde an TEM Aufnahmen (vgl. Kapitel 2) deutlich, dass sich die Versetzungsdichten in den Bereichen der DL abwechselnd in Bänder mit hohen – und niedrigeren Versetzungsdichten gliedern. Das häufige Auftreten von Flüssigkeitseinschlüssen in ähnlicher Anordnung wie die DL (Lichtmikroskop) gibt auch hier einen Hinweis darauf, dass die Bildung von DL im Zusammenhang zu diesen steht (White, 1973b, 1975, Christie und Ardell, 1974, Drury, 1993). Da in allen deformierten Proben eine Vielzahl kleinster Flüssigkeitseinschlüsse zu beobachten sind, aber nicht in all diesen Bereichen ebenfalls DL sichtbar sind, ist in den Experimenten dieser Arbeit ein eindeutiger Zusammenhang zwischen Flüssigkeitseinschlüssen und DL nicht gegeben. Die Vermutung liegt nahe, dass Flüssigkeitseinschlüsse, wenn diese in ähnlichen Ebenen angeordnet sind, in denen auch die DL liegen, eine Bildung der DL begünstigen.

Da die Experimente dieser Studie bei Verformungsraten im Bereich von 10^{-6}s^{-1} durchgeführt wurden, kann ein Einfluss der Deformationsrate im Rahmen dieser Arbeit nicht diskutiert werden. Jedoch kann auf den Anstieg der Temperatur eingegangen werden. Auffällig ist, dass DL sehr deutlich und über längere Distanzen nur in 900° Experimenten zu beobachten sind. Bei niedrigeren Temperaturen können DL nur vereinzelt in Bereichen um Brüche oder in Bereichen von rekristallisierten Quarzkörnern beobachtet werden und sind in beiden Orientierungen eher irrational orientiert (abweichend von kristallographischen Richtungen). In Experimenten bei 1000°C können keine DL beobachtet werden. Diese Beobachtungen zeigen eine deutliche Änderung in der Ausbildung von DL bei unterschiedlichen Temperaturen. Das geringe Auftreten von DL bei 700°C und 800°C weist darauf hin, dass in den Bereichen, in denen sie auftreten, plastische Deformationsprozesse aktiv sind. 900°C Experimente verformen eindeutig plastisch und werden durch Versetzungsgleiten dominiert. Da in Proben, die bei 1000°C deformiert wurden, keine DL mehr zu beobachten sind, sind hier vermutlich Deformationsprozesse aktiv, die zu einer höheren Mobilität der Versetzungen führen, wie zum Beispiel Versetzungsklettern oder „cross slip“, oder dass bei 1000°C Erholungsprozesse dominieren, durch welche DL verschwinden. Daraus lässt sich schlussfolgern, dass in den hier durchgeführten Experimenten die Temperatur eine wichtige Rolle für die

Bildung von DL ist, da diese direkt im Zusammenhang zur Aktivierungsenergie der unterschiedlichen Verformungsprozesse steht. Übrige Faktoren, wie zum Beispiel Mikrobrüche, entstehend durch Dekrepitieren von Flüssigkeitseinschlüssen oder der Wassergehalt, begünstigen die Bildung von DL. Einen Zusammenhang zwischen dem (OH)-Gehalt und der Bildung von DL (wie bei Christie et al., 1968) konnte durch FTIR Punktmessungen und durch die Erstellung von „Wasserkarten“ einzelner Proben nicht erkannt werden.

Wie erwähnt, wurden DL in den hier durchgeführten Experimenten nie in EBSD Aufnahmen beobachtet und lediglich in O^+ -Orientierung sind subbasale DL in CIP zu erkennen. Dies kann verschiedene Ursachen haben. Im Allgemeinen ist der Unterschied in der Auslöschung der DL zum Gesamtkristall sehr gering. Diese Beobachtung wurden ebenfalls von Christie und Raleigh (1959, weniger als 3°) sowie von Trepmann und Stöckert (2003, nicht mehr als 2°) gemacht. Dies ist nahe im Bereich der Messungenauigkeit von ungefähr 1° für EBSD (Loyd, 1995). Darüber hinaus wurden im Rahmen dieser Arbeit nur selten EBSD Aufnahmen mit geringen Schrittweiten aufgenommen (vgl. Appendix E). Außerdem liefert EBSD nur eine Information über den obersten Bereich auf Grund der geringen Eindringtiefe. Da es sich bei DL um planare Elemente handelt, könnte es ein weiterer Punkt sein, warum DL in EBSD nicht zu erkennen sind. Jedoch ist der Datensatz an EBSD Messungen zu gering, um dies vollständig zu klären. Das die Subbasalen DL in O^+ -Orientierung in CIP eine scheinbare Inklinationsänderung erkennen lassen, ist mit hoher Wahrscheinlichkeit auf den starken optischen Effekt zurückzuführen und darauf, dass die CIP-Informationen von der gesamten Dicke des Dünnschliffes her stammen.

4.7.3 Undulöse Auslöschung, Deformationsbänder (DB) und Deformationszonen (DZ)

Neben den DL sind auch undulöse Auslöschung und DB Indikatoren für kristallplastische Verformungsprozesse (Christie und Raleigh, 1959, Christie et al, 1964, White, 1973a). Beide entstehen häufig durch Krümmung der Gleitebene in Folge inhomogener Deformation in Zonen normal zum aktiven Gleitsystem. DZ, die Rahmen dieser Arbeit klassifiziert worden, beschreiben Bereiche, in denen sich DB und undulöse Auslöschung konzentrieren.

Undulöse Auslöschung kann durch zwei Versetzungs-Substrukturen verursacht werden, zum einen durch eine große Dichte von Versetzungen, was eine Verbiegung

das Kristallgitters zur Folge hat (White, 1973a, 1976, Passchier und Trouw, 2005), oder es kommt zur Verbiegung durch andere Strukturen wie zum Beispiel durch Nachbarkörner (White, 1976). Häufig wird undulöse Auslöschung parallel bis subparallel zur [c]-Achse beobachtet (Christie et al. 1964). Da keine TEM-Aufnahmen der DB vorliegen, kann eine Interpretation nur an Hand ihrer Anordnung in den Proben und zu anderen Strukturen erfolgen.

Nach Passchier und Trouw (2005) sind DB Übergangszonen zwischen undulöser Auslöschung und Subkorn Grenzen. Diese Zonen erscheinen im Dünnschliff als Bereiche mit einer geringen Orientierungsänderung gegenüber dem Gesamtkristall. Die Definition von DB ist sehr ausführlich in der Literatur zu DB in Metallen (z.B. Barrett, 1952, Cottrell, 1953) erläutert und beschreibt diese als jede lamellare Region in Kristallen, welche eine andere Orientierung als der Gesamtkristall besitzen. Häufig fällt auch der Begriff „kink band“ (Knickband), auch dieser stammt aus der Metallurgie und beschreibt Bänder, welche durch lokalisiertes Gleiten nur eines Gleitsystems entstehen (z.B. Orowan, 1942 an Cadmiumkristallen). Knickbänder sind senkrecht zur Gleitebene und zur Gleitrichtung (z.B. Barrett, 1952). Christie et al. (1964) haben eine sehr genaue Beschreibung der Kriterien von Knickbänder vorgenommen. Knickbänder sind unter anderem durch eine scharfe Begrenzung gekennzeichnet (z.B. Christie et al. 1964, Morrison-Smith et al., 1976). Da die DB der hier vorliegenden Experimente nur selten scharfe Begrenzungen aufweisen und sehr heterogen in ihrer Ausbildung sind sowie hohe [c]-Achsenmisorientierungen aufweisen, wird der Begriff Knickbänder nicht verwendet. White (1976) beschreibt DB als Wände von Versetzungen (dislocation walls) nahezu parallel zur Prismenfläche, die ebenfalls Segmente parallel zu einer Rhombenflächen besitzen. Bereiche zwischen DB sind weniger verformt und enthalten weniger eng liegende Versetzungen (White, 1976). Nach Christie et al. (1964) sind DB ein Ergebnis von der Vernetzung von Stufenversetzungen. Weiss (1954) beschreibt, dass DB und DL innerhalb eines Kornes parallel zueinander sind und darauf hinweisen, dass beide Strukturen den gleichen Ursprung haben und DB lediglich eine fortgeschrittene Deformation anzeigen. Christie et al. (1964) beobachten DB subparallel zu [c]-Achse und sehen diese und die übrigen Mikrostrukturen (DL, undulöse Auslöschung) als ersten Hinweis auf Versetzungsgleiten in der Basalebene. Griggs (1967) beschreibt prismatische Knickbänder in synthetischem Quarz, welche sich mit zunehmender Temperatur verbreitern (300°C nach 400°C). Diese DB bilden sich nach Griggs (1967) primär durch Gleiten in der Basalebene. Dagegen beobachtet er in Experimenten bei 600°C, vorrangig prismatisches Gleiten, jedoch sind in diesen

Experimenten auch Ausheilungsprozesse zu beobachten. Morrison-Smith et al. (1976) beobachten in synthetischen Einkristallen einer anderen Ausgangsorientierung DB in basaler sowie in prismatischer Orientierung. Auffällig in diesen Experimenten ist, dass mechanisch stärkere Proben eine Verbreiterung der DB zeigen, während undulöse Auslöschung mit einer Zunahme der Temperatur gleichmäßiger verteilt scheint. Auch in Experimenten an polykristallinem Material sind DB als Hinweise auf intrakristalline Deformation auszumachen. Tullis et al. (1973) beobachten DB parallel zur [c]-Achse und schlussfolgern aus der Rotation der DB-[c]-Achsen näher zur Kompressionsrichtung, dass DB durch basales Gleiten entstehen. Nach Blacic (1975) sind DB Zonen, in welchen eine Rotation relativ zum Gesamtkristall auftritt. In diesen DB sind die Grenzen entweder deutlich oder zeigen einen graduellen Übergang. Die Orientierungen der DB als auch der DL subparallel zur kristallographischen [c]-Achse demonstriert, dass basales $\langle a \rangle$ Gleiten ((0001), $\langle 11\bar{2}0 \rangle$) der dominante Deformationsmechanismus ist. Baëta und Ashbee (1969a,b) verformten synthetische Quarzeinkristalle und schlussfolgerten aus ihren Beobachtungen für die \perp -Orientierung Prismen- $\langle a \rangle$ Gleiten sowie auf Prismen- $\langle c \pm a \rangle$ Gleiten. In Experimenten der O^+ -Orientierung schließen sie auf basales $\langle a \rangle$ Gleiten und Prismen [c] Gleiten als die aktiven Gleitsysteme. Bei Temperaturen über 850°C dominiert basales Gleiten (Baëta und Ashbee, 1969a,b).

Undulöses Auslöschen wurde in den hier vorliegenden Experimenten sehr häufig beobachtet, jedoch wurde auf diese mikrostrukturelle Erscheinung als Einzelnes nicht eingegangen, da undulöses Auslöschen allein stark heterogen ist und keine auffälligen Orientierungen zeigt. Hingegen wurde in Verbindung mit DB stets undulöses Auslöschen beobachtet und im Zusammenhang näher erläutert.

Während DB der $\perp m$ -Orientierung nur selten eine schwache, undulöse Auslöschung aufweisen, ist undulöses Auslöschen der O^+ -DB sehr deutlich ausgeprägt, sowohl längs als auch quer der Bänder (Abb.4.25, 4.27 und 4.38). Die beobachtete [c]-Achsenrotation der $\perp m$ -Orientierung wird eher als DB klassifiziert als als undulöse Auslöschung, auch wenn die Misorientierung zum Gesamtkristall nur gering ist und nicht immer eine deutliche Begrenzung auszumachen ist. So treten die $\perp m$ -DB doch nur in speziellen Bereichen der Proben auf und sind durch die [c]-Achsen Orientierungsänderung deutlich zu erkennen. Außerdem erscheinen die Bereiche zwischen den DB ohne auffällige Orientierungsänderungen. Allgemein sollte es in $\perp m$ -Orientierung auf Grund der Lage der kristallographischen Achsen zu keiner [c]-Achsen Rotation kommen. Dass diese dennoch zu beobachten ist, kann zum einen

mit der geringen Abweichung von der idealen Orientierung zusammenhängen oder es kommt in dieser Orientierung zur Aktivierung eines untergeordneten Gleitsystems. Die Tatsache, dass die DB der $\perp m$ -Orientierungen keiner eindeutigen kristallographischen Richtung zuzuordnen sind, erschwert die Schlussfolgerung auf ein entsprechendes Gleitsystem. Berücksichtigt man, dass die Proben bis zu ca. 5° von der idealen $\perp m$ -Orientierung abweichen, ist die Spur der meisten $\perp m$ DB parallel zu den Prismenflächen. Ähnliche orientierte DB wurden auch von Linker und Kirby (1981) beobachtet. Sie konnten diese DB mit graden Versetzungen und Versetzungsschleifen parallel zu den Prismenflächen in Verbindung bringen und schließen auf Prismen $\langle a \rangle$ Gleiten als aktives Gleitsystem.

DB der DZ in $\perp m$ -Orientierung hingegen sind deutlicher ausgebildet und zeigen intern eine undulöse Auslöschung (vg. Abb.4.14 und 4.18). Ihre Orientierung ist subnormal zur Kompressionsrichtung (Spur liegt in der Basalebene), und die $[c]$ -Achsen-Misorientierungsachse ist eine der $\langle m \rangle$ -Achsen. Linker und Kirby (1984) haben eine ausführliche Tabelle der verschiedenen Gleitsysteme, basierend auf strukturellen Beobachtungen in Quarzeinkristallen, zusammengestellt und geben dazu weitere Referenzen an. Proben der $\perp m$ -Orientierung verformen nach Linker und Kirby (1984) vorwiegend durch Prismen $\langle a \rangle$ Gleiten, aber sie beobachteten ebenfalls Verformungsstrukturen in der Baselfläche (stress optical features), die durch reines Prismen $\langle a \rangle$ Gleiten nicht zu erklären sind. Daraus schlussfolgern sie, dass Gleiten in $\langle c \pm a \rangle$ Richtung ebenfalls aktiv war. Die Bestimmung der $[c]$ -Achsen-Misorientierungsachse würde eine Aktivität dieses Gleitsystems in der $\perp m$ -Orientierung unterstützen. Außerdem zeigen die $[c]$ -Achsen Misorientierungsprofile über DB in den DZ ($\perp m$ -Orientierung) eine Zunahme der $[c]$ -Achsen Misorientierung bis hin zur Bildung neuer Quarzkörner (vgl. Abb.4.15 und 4.16). Es kommt zur Ausbildung von Misorientierungen von $>10^\circ$ (HAB) bis hin zu Misorientierungen von 40° . Diese Beobachtung weist darauf hin, dass es sich bei DB der DZ um Subkorngrenzen handelt, die sich durch Klettern (climb) von Stufenversetzungen und Quergleiten von Schraubenversetzungen bei fortschreitender Verformung in eine energetisch günstigere Position umlagern. Da dies nur in limitierten Bereichen der Proben zu beobachten als auch nur bei hohen axialen Verkürzungen, ist zu schlussfolgern, dass Versetzungsklettern weniger dominant ist als Versetzungsgleiten.

In O^+ -Orientierung ist die Ausbildung der DB sehr deutlich, und diese ähneln stark den von zum Beispiel Griggs (1967) und Linker und Kirby (1981) beschriebenen. Wie

auch von Griggs (1967) und Morrison-Smith et al. (1976) beschrieben, kann in den hier durchgeführten Experimenten eine Verbreiterung der DB beobachtet werden. Jedoch steht die Verbreiterung der DB nicht im Zusammenhang mit einer Zunahme der Stärke der Proben wie bei Morrison-Smith et al. (1976). Auch ein Zusammenhang zur Verformungstemperatur, wie im Falle von Griggs (1967), kann nicht erkannt werden. In den Experimenten dieser Arbeit geht die Verbreiterung der DB mit einer Zunahme der axialen Verkürzung einher, ebenso wie die Zunahme der Misorientierung von DB. Eine Änderung in der Ausbildung der Mikrostrukturen, respektive der DB, könnten mit einer Änderung in der Rate von Versetzungsklettern und „cross slip“ zusammenhängen (Tullis et al. 1973).

Die Spuren der hier beschriebenen DB sind parallel bis subparallel zu Spur der [c]-Achse und liegen vermutlich in einer der Prismenflächen. Anders als in den Arbeiten von zum Beispiel Christie et al. (1964) sind nur selten DL in ähnlicher Ausrichtung zu beobachten. Diese Beobachtung würde auf die Schlussfolgerung von Weiss (1954) hindeuten, dass sich DB durch voranschreitende Deformation aus DL gebildet werden. Dies würde erklären, dass DL parallel zur Spur der [c]-Achse nur selten zu beobachten sind. Sollte diese Behauptung stimmen, sollten in gering verformten Proben der O^+ -Orientierung weniger DB und dafür mehr DL prallen zur [c]-Achsenspur zu beobachten sein. Jedoch können DL in O^+ -Orientierung generell sehr selten beobachtet werden und sind wenn sie auftreten, sowohl in gering als auch in stärker verformten Proben auszumachen. Ebenfalls sollte es dann ebenfalls in Proben der $\perp m$ -Orientierung mit zunehmender axialer Verkürzung, zu einer deutlicheren Ausbildung von DB in Orientierung der DL kommen. Anhand dieser Beobachtungen wird eine Bildung von DB aus DL ausgeschlossen. Geht man davon aus, dass sich DB normal zum aktiven Gleitsystem ausbilden (z.B. Christie et al, 1964, Griggs, 1976), deuten DB parallel zur Spur der [c]-Achse auf Versetzungsgleiten in der Basalfläche hin.

4.7.4 Rekristallisierte Quarzkörner

Rekristallisierte Körner sind nur selten und nicht in allen Proben zu beobachten. Wie auch bei Muto et al. 2011 kann beobachtet werden, dass es in $\perp m$ -Orientierung langsamer zu Ausbildung rekristallisierter Körner kommt (dynamische Rekristallisation) als in O^+ -Orientierung. Da jedoch nur wenige rekristallisierte Quarzkörner zu beobachten sind (in beiden Orientierungen) liegt die

Schlussfolgerung nahe, dass hauptsächlich kristallplastische Verformung durch Versetzungsgleiten aktiv ist und Ausheilungsprozesse wie Versetzungsklettern als auch Rekristallisation nur untergeordnet stattfinden. Ein Großteil der rekristallisierten Quarzkörner entstehen vermutlich durch die Bildung kleinster Quarzfragmente, welche sich bereits bei der Erhöhung der experimentellen Bedingungen bilden und vor der eigentlichen Deformation wachsen können. Teilweise beobachtetes undulöses Auslöschen größerer Körner deutet auf eine Bildung dieser vor der eigentlichen Deformation hin.

Hobbs (1968) sieht in Ausheilungsexperimenten einen Zusammenhang zwischen dem Wassergehalt (OH) und der Ausbildung rekristallisierten Körner. Dabei spielt neben der Anwesenheit von Wasser auch die Bildung kleiner Quarzfragmente eine wichtige Rolle. Als eine Schlussfolgerung behauptet Hobbs (1968), dass bereits geringe Mengen an Wasser (OH) im Kristall ausreichen um eine Rekristallisation zu begünstigen und dies in sehr kurzer Zeit ($\sim 2\text{h}$). Der hier verwendete Quarzkristall besitzt einen sehr hohen Wassergehalt. Auch wenn ein Grossteil davon als molekulares Wasser in den Flüssigkeitseinschlüssen vorliegt, zeigen die in Kapitel 2 abgebildete FTIR – Spektren nach der Deformation, dass Wasser auch in der Kristallstruktur auftritt (scharfe Absorptionsbänder). Da es sich bei den hier beschriebenen Experimenten um reine Deformationsexperimente handelt, kann man diese nicht direkt mit denen von Hobbs (1968) vergleichen. Aber die Tatsache, dass sich rekristallisierte Körner bereits bei sehr geringen Mengen an Wasser und in sehr kurzer Zeit bilden, lässt vermuten, dass sich diese auch in Experimenten beobachten lassen, welche sehr langsam verformt wurden. Vor allem die Quarzkörnern in O^+ -Orientierung, bestärken die Annahme von Hobbs (1968), dass Wasser einen Einfluss auf die Häufigkeit der Rekristallisate hat. Betrachtet man an dieser Stelle zwei weitere Experimente, kommen Zweifel auf. Es handelt sich dabei um zwei Ausheilungsexperimente, welche durchgeführt wurden (siehe Kapitel 2), um zu beobachten, wie sich die FTIR – Spektren durch Ausheilung verändern. In Abbildung 4.42 sind die beiden Proben (199 ATH - $\perp m$, 244 ATH - O^+) mit gekreuzten Polarisaoren dargestellt.

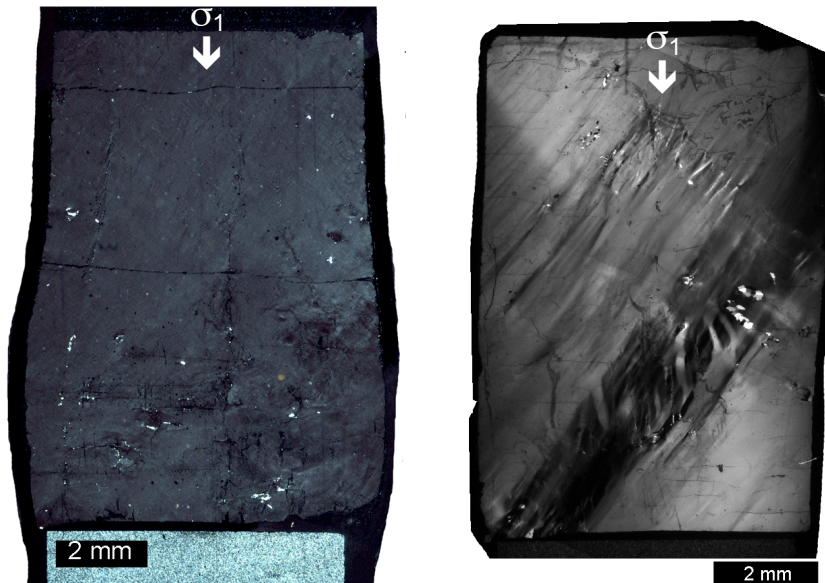


Abbildung 4. 42: Mikroskopische Übersichtsaufnahmen der Ausheilungsexperimente (gekreuzte Polarisatoren) a) $\perp m$ - Orientierung 199 ATH, b) O^+ -Orientierung 244 ATH.

Die nach der Deformation auftretenden Mikrostrukturen sind nach ~ 48 h bei 900°C nahe zu komplett ausgeheilt. Anhand dieser Abbildung wird deutlich, dass nach dem Ausheilen weniger rekristallisierte Körner zu erkennen sind, vor allem in O^+ -Orientierung (verglichen mit deformierten Proben, vgl. Mikrostrukturatlas). Da jedoch auch nach dem Ausheilen noch strukturell gebundenes Wasser nachzuweisen ist, lassen diese Experimente die Schlussfolgerung zu, dass Spuren von Wasser im Kristall ($< 200 \text{ H}/10^6\text{Si}$) die Bildung von Quarzkörnern nur bedingt begünstigen. Auch Karato (1989) beschreibt eine Begünstigung des Kornwachstums beim Vorhandensein geringer Wassermengen, jedoch auch die Unterbindung von Kornbildung bei der Anwesenheit großer Wassermengen. Da insgesamt in den Flüssigkeitseinschlüssen sehr viel Wasser enthalten ist (z. B. $\sim 40.000 \text{ H}/10^6\text{Si}$ Punktmessungen Flüssigkeitseinschlüsse), kann dies eine mögliche Erklärung für das nur geringe Auftreten von rekristallisierten Quarzkörnern sein. Vermutlich spielen die Quarzfragmente, welche durch die Einstellung der experimentellen Bedingungen (Druck- und Temperaturerhöhung) in den Experimenten dieser Arbeit entstehen, eine größere Rolle für die Bildung der einzeln auftretenden Quarzkörner.

5 Zusammenfassung und Schlussfolgerungen

Proben eines natürlichen „milky“ Quarzeinkristalls wurden im Griggs Deformationsapparat bei verschiedenen Umschließungsdrücken (700 MPa, 1000 MPa, 1500 MPa) und verschiedenen Temperaturen (700°C, 800°C, 900°C, 1000°C) bei konstanter Verformungsgeschwindigkeit verformt. Die Wahl zweier unterschiedlicher Ausgangsorientierung ($\perp m$ und O^+) diente der Aktivierung verschiedener Gleitsysteme. Eine wichtige Besonderheit des Ausgangsmaterials ist, dass es aus einer Vielzahl verschiedener (Größe, Form), wasserhaltiger Flüssigkeitseinschlüsse besteht. Aus dem Verformungsverhalten und den anschließenden Untersuchungen der verschiedenen Experimente konnten folgende Ergebnisse abgeleitet werden.

Anhand der mechanischen Daten wird deutlich, dass sich das Material bei hohen Temperaturen (900°C) plastisch verformt. Dabei treten in beiden Orientierungen Unterschiede in der Differentialspannung auf (in den meisten Fällen zwischen 150 MPa und 250 MPa), die mit hoher Wahrscheinlichkeit auf die Heterogenität des Ausgangsmaterials zurückzuführen sind. Bei hohen Temperaturen (900°C) lassen sich keine systematischen Unterschiede der Differentialspannungen zwischen den beiden Orientierungen erkennen. Experimente bei 1000°C sind ähnlich stark wie Experimente bei 900°C aber auch hier lässt sich kein Unterschied zwischen den beiden Orientierungen erkennen. Allerdings ist bei 1000°C der Berührungspunkt (hit point) der Probe nur sehr schwach oder gar nicht zu erkennen, so dass die Verformungsdiagramme und die daraus bestimmten Differentialspannungen nur eine Abschätzung darstellen. Vermutlich ist das Material bei 1000°C so schwach, dass die eigentliche Differentialspannung nicht mehr genau bestimmt werden kann und vielmehr in der Größenordnung der gesamten Probenanordnung liegt. Mit Verringerung der Verformungstemperatur kommt es zu einem Anstieg der Differentialspannung. In den Verformungsdiagrammen bei niedrigen Temperaturen (700°C, 800°C) kann kein Hinweis auf Bruchbildung erkannt werden.

Die Änderungen im Umschließungsdruck sind auf Grund der nur wenigen Experimente bei 700 MPa und vor allem auf Grund der Heterogenität der Daten nur ansatzweise zu interpretieren. Die vorhandenen Daten deuten auf eine inverse Druckabhängigkeit hin, wie von Kronenberg und Tullis (1984) für polykristallines Material beobachtet wurde. Um eine Druckabhängigkeit auf die plastische Verformung und die damit verbundenen Verformungsmechanismen in Einkristallen

genauer zu untersuchen, ist dieses Material auf Grund der heterogen verteilten Flüssigkeitseinschlüsse für solche Untersuchungen eher ungeeignet. Der Vergleich von Experimenten bei 1000 MPa und 1500 MPa zeigt deutlich, dass es in 1000 MPa Experimenten bei Temperaturen von 900°C sowohl in $\perp m$ -Orientierung als auch in O^+ -Orientierung häufiger zur Ausbildung des „steady state“ Zustandes kommt. Eine mögliche Ursache hierfür könnte darin liegen, dass Proben, welche bei 1500 MPa und 900°C verformt werden, im Stabilitätsfeld des α -Quarz liegen, wogegen Experimente bei 1000 MPa und 900°C in dem von β -Quarz liegen. Die Verformung im Stabilitätsfeld des β -Quarzes könnte somit das Erreichen des „steady state“ Zustandes begünstigen.

Die Neuverteilung des in den Flüssigkeitseinschlüssen enthaltenen Wassers spielt für die Verformung bei den hier durchgeführten Experimenten eine sehr wichtige Rolle, wenn nicht sogar die wichtigste Rolle. Zu Beginn besitzt das Ausgangsmaterial eine sehr heterogene Verteilung an Flüssigkeitseinschlüssen, sowohl in der Größe, der Form, sowie der lokalen Anordnung. Durch den Aufbau der experimentellen Bedingungen kommt es bereits vor der eigentlichen Deformation zu Veränderungen der Flüssigkeitseinschlüsse. Vor allem durch die Erhöhung des Umschließungsdruckes kommt es zur Dekrepitation der Einschlüsse, wo durch sich Mikrobrüche bilden. Entlang dieser Brüche kann die Flüssigkeit migrieren. Da zeitgleich ebenfalls die Temperatur erhöht wird, können die Brüche schnell wieder verheilen. Dadurch kommt es zur Bildung kleinerer Flüssigkeitseinschlüsse sowie zu einer Neuverteilung innerhalb der Probe. Diese Beobachtungen resultieren von Experimenten, die aufgrund von technischen Problemen nicht verformt werden konnten und von quasi-hydrostatischen Experimenten. Das zeigt, dass bereits durch das Einstellen der experimentellen Bedingungen entscheidende Materialveränderungen stattfinden, welche einen Einfluss auf das spätere Verformungsverhalten der Proben haben. Daher ist es enorm wichtig, dass das Erreichen der experimentellen Bedingungen dem jeweiligen Material angepasst wird. Durch die Neuverteilung der wasserhaltigen Flüssigkeitseinschlüsse entsteht somit ein quasi neues Ausgangsmaterial mit kleineren Flüssigkeitseinschlüssen und einer homogenen Verteilung dieser. Mit einsetzender Deformation kommt es zu weiteren Veränderungen der Einschlüsse. Im Zuge der Deformation erfolgt eine weitere Größenreduktion bis hin zu Flüssigkeitseinschlüssen im nm-Bereich, und auch die lokale Verteilung schreitet weiter voran. Neuverteilung und Neuordnung spielt eine wichtige Rolle in Bezug auf das zur Verfügung stehende Wasser, welches nach

Griggs und Blacic (1965, Hypothese vom „hydrolytic weakening“) das Deformationsverhalten von Quarz enorm beeinflusst. Das hier untersuchte Material zeigt dabei ähnliche Differentialspannungen wie die Experimente von Griggs und Blacic (1965) und ist vergleichbar mit anderen Studien, die sich mit dem Thema des „hydrolytic weakening“ beschäftigten (z.B. Kekulawala et al. 1978, 1981, Blacic und Christie, 1984, Doukhan und Trepied, 1985, Muto et al. 2011).

Um auf den Wassergehalt der Proben zu schließen, wurden im Rahmen dieser Arbeit FTIR- Punktmessungen durchgeführt und Wassergehalte bestimmt. Anhand der Form der Absorptionsspektren können Rückschlüsse auf die Speziation (H_2O , OH^- , H^+) des Wasser vorgenommen werden. Spektren des unveränderten Ausgangsmaterials zeigen in Bereichen ohne Flüssigkeitseinschlüsse eine nahezu flache Absorptionskurve im Bereich zwischen 3000 cm^{-1} bis 3700 cm^{-1} (Bereich von Wasserspeziationen). Diese flachen Absorptionsspektren zeigen, dass der Quarzkristall selbst „trocken“ ist. Messungen direkt auf Flüssigkeitseinschlüssen hingegen verdeutlichen, dass die Einschlüsse aus molekularem Wasser bestehen. Das veränderte Ausgangsmaterial hingegen zeigt breite Absorptionsspektren mit einem Maximum im Bereich um 3400 cm^{-1} , typisch für molekulares Wasser in Flüssigkeitseinschlüssen (Aines und Rossman, 1984, Krobner und Wolf, 1990). Auch wenn versucht wurde, Flüssigkeitseinschlüsse bei den entsprechenden Punktmessungen zu meiden, gelang dies nur in wenigen Fällen, da die Einschlüsse im veränderten Material bereits sehr klein sein können (10er μm -Bereich). Daher spiegeln diese Messungen die Wassergehalte von Flüssigkeitseinschlüssen wider und nicht die des Kristalls selbst. Die Veränderungen allein durch die Erhöhung der experimentellen Bedingungen bewirkt, dass nur noch vereinzelt zwischen „trockenem“ Quarz und Flüssigkeitseinschlüssen unterschieden werden kann.

FTIR-Messungen nach der Deformation sind deutlich verschieden. So zeigen diese Spektren zwar immer noch ein breites Absorptionsspektrum beeinflusst durch H_2O der Flüssigkeitseinschlüsse, jedoch in veränderter Form. Diese wurde im Rahmen dieser Arbeit als „spitzes“ breites Absorptionsspektrum bezeichnet, wogegen das des veränderten Ausgangsmaterials „rundes“ breites Absorptionsspektrum genannt wird, um den Unterschied zwischen diesen beiden Spektrenformen zu verdeutlichen. Zusätzlich zur Formänderung der Spektren, kommt es zur Ausbildung eines scharfen Peaks bei 3585 cm^{-1} . Dieser Peak tritt nur in den verformten Proben auf. In Proben der $\perp\text{m}$ -Orientierung, in denen deutlich zwischen verformten und unverformten Bereichen unterschieden werden kann, ist der Peak nur in den deutlich deformierten Bereichen ausgebildet. Scharfe Absorptionspeaks sind eindeutige Hinweise mit O-H Dehnungsschwingungen (Kats, 1962; Aines and Rossman, 1984). Messungen bei

niedriger Temperatur weisen darauf hin (Kühlisch, bis zu -150°C), dass der Großteil des Absorptionsspektrums durch molekulares Wasser gebildet wird, deutlich durch das Eisband im Bereich von 3220 cm^{-1} . Nur ein geringer Teil der Spektren, deutet auf OH^- oder auf extrem kleine Einschlüsse im nm Bereich hin, in denen Wasser nicht gefriert (Kronenberg und Wolf, 1990). Die aus den FTIR Messungen berechneten Wassergehalte variieren sehr stark. Lediglich für das unveränderte Ausgangsmaterial kann eindeutig gesagt werden, dass der Quarzkristall selbst einen niedrigen (einige $10^6\text{ H}/10^6\text{ Si}$) bis kaum nachzuweisenden Wassergehalt aufweist und die im Kristall enthaltenen Flüssigkeitseinschlüsse aus sehr viel molekularem Wasser (größtenteils übersättigte Spektren und nicht zu bestimmen) bestehen (vgl. Abb. 2.1 Kapitel 2).

Schlussfolgernd ist das Ausgangsmaterial als ein „zwei Phasen“ Material zu bezeichnen – „trockener“ Quarz plus wasserhaltige Flüssigkeitseinschlüsse. Mit der Erhöhung des Umschließungsdruckes und der Temperatur werden die Wassergehalte variabler (zwischen $10^6\text{ H}/10^6\text{ Si}$ und $1000\text{ H}/10^6\text{ Si}$), da es nicht mehr zu 100% möglich ist, Flüssigkeitseinschlüsse bei den Messungen zu vermeiden. Nach der Deformation liegen die Wassergehalte in Bereichen zwischen einigen $100\text{ H}/10^6\text{ Si}$ und mehreren $1000\text{ H}/10^6\text{ Si}$. Dies resultiert aus den immer kleiner werden Flüssigkeitseinschlüssen, die bei allen FTIR – Messungen die Absorptionsspektren beeinflussen. Aus diesen Beobachtungen ist zu schließen, dass der Wassergehalt, welcher aus FTIR – Absorptionsspektren berechnet wird, stets durch kleinste (nm-Bereich) und kleine (μm -Bereich) Flüssigkeitseinschlüsse bestimmt wird. Es ist nicht möglich, Einschlüsse dieser Größenordnungen bei FTIR-Punktmessungen zu meiden. Folglich sind die Wassergehalte stets eine Kombination aus Wasser in Flüssigkeitseinschlüssen und der jeweiligen Wasserspeziationen im Kristall. Die Spektrenformen jedoch sind sehr hilfreich zu Bestimmung der einzelnen Wasserspeziationen, sofern die Spektren nicht zu stark durch das molekulare Wasser der Flüssigkeitseinschlüsse überlagert werden. Vor allem kann anhand der Daten dieser Arbeit klar gezeigt werden, dass die Spektrenform Hinweise auf den Grad der Deformation geben. Speziell der Peak bei 3585 cm^{-1} ist in den hier untersuchten Proben immer ein Beleg für die kristallplastische Verformung. Das wird dadurch gezeigt, dass dieser Peak deutlicher wird mit zunehmender Deformation und schwächer wird bei zunehmender Differentialspannung sowie beim Ausheilen der Proben.

Zusammenfassend lassen diese Ergebnisse die Schlussfolgerung zu, dass nicht die Menge an Wasser selbst, sondern vielmehr der Weg und die Art und Weise, wie sich das Wasser im Kristall verteilt, ausschlaggebend für das mechanische Verhalten ist. Dabei spielt die Bildung von Mikrobrüchen, wie schon von Kronenberg et al. (1986), Bakker and Jansen (1990), Bakker and Jansen (1991) FitzGerald et al. (1991) Bakker and Jansen (1994) beobachtet wurde und das Entweichen von Wasser aus den Flüssigkeitseinschlüssen eine entscheidende Rolle. Für die Theorie des „hydrolytic weakening“ bedeutet dies, dass es nicht ausschlaggebend ist, ob ein Material „trocken“ oder „nass“ ist. Wenn die Verteilung nicht ausreichend gleichmäßig ist, wird es keinen Effekt auf die mechanische Stärke der Materials haben. Da ein Großteil der experimentellen Arbeiten zu dieser Theorie an synthetischen Kristallen durchgeführt wurden (z.B. Kekulawala, et al., 1978, 1981, Blacic und Christie, 1984, Gerretsen et al., 1993, Muto et al., 2011), sind die berechneten Wassermengen stets durch die feinen und klein verteilten Flüssigkeitseinschlüsse des synthetischen Materials bestimmt. Die Einschlüsse des synthetischen Quarz sind sehr homogen im gesamten Kristall verteilt und ermöglichen eine Deformation sowie geringere Differentialspannungen.

Durch die Ergebnisse dieser Arbeit kann gezeigt werden, dass die feinen und homogen verteilten Flüssigkeitseinschlüsse für den Effekt des „hydrolytic weakening“ verantwortlich sind und nicht nur die Menge an Wasser ausschlaggebend ist. Denn es ist deutlich zu sehen, dass Proben mit höheren Differentialspannungen (bei gleichen experimentellen Bedingungen) zum Teil sehr hohe Wassergehalte (einige $1000 \text{ H}/10^6 \text{ Si}$) zeigen und Proben, in denen identische oder sogar geringe Wassergehalte bestimmt wurden, geringere Differentialspannungen aufweisen. Inwiefern das strukturell gebundene Wasser, welches sich durch scharfe Absorptionspeaks nachgewiesen wurde, die Deformation des hier verwendeten Material mit beeinflusst, konnte im Rahmen dieser Arbeit nicht geklärt werden. Zum einen, weil das Wasser der Flüssigkeitseinschlüsse die Absorptionsspektren zu stark beeinflusst. Zum anderen, beprobt man mit der hier angewandeten Methode zu große Bereiche. Weitere Untersuchungen zur Identifikation der Wasserspeziationen könnten eventuell mit Synchrotron FTIR erfolgen. Dabei können Dünnschliffe verwendet werden, das heißt es wäre viel besser möglich, Mikrostrukturen und Wassergehalte zu korrelieren. Außerdem würde es auf Grund des geringeren Volumens einfacher sein, Flüssigkeitseinschlüsse bei den Messungen zu vermeiden und es könnten kleinere Bereiche beprobt werden.

Mikrostrukturell können für beide Orientierungen vor allem undulöse Auslöschung, Deformationslamellen und Deformationsbänder beobachtet werden. Diese Mikrostrukturen sind sichtbare Effekte plastischer Deformation (z.B. Carter et al., 1964, White, 1976), ebenso wie die Formänderung der Proben. Anhand der Formänderung und der Ausrichtung der Mikrostrukturen innerhalb der Proben können Rückschlüsse bzw. Vermutungen auf die aktiven Gleitsysteme sowie auf Verformungsmechanismen gezogen werden. Die Probenform in $\perp m$ -Orientierung (konvexe Wölbung) gibt einen deutlichen Hinweis auf Gleiten in Richtung der $\langle a \rangle$ -Achsen. In Proben der O^+ -Orientierung ist zu beobachten, dass sich die Deformation in der Basalebene konzentriert. Weitere Schlussfolgerungen, auf Grund der Probenform allein, sind nicht möglich. Jedoch bieten die Beobachtungen erste Anhaltspunkte auf die aktiven Gleitsysteme. Mit Hilfe der Mikrostrukturen ist es möglich, hinsichtlich dessen weitere Aussagen zu treffen. Sehr auffällig und in beiden Orientierungen ausgebildet sind Deformationslamellen. Deformationslamellen sind nach Christie et al. (1964) und Blacic (1975) nahezu parallel zur Gleitebene und können so Informationen über das aktive Gleitsystem geben. Andere Autoren wie White 1973b, Christie und Ardell (1974) und Drury (1993) schlussfolgern, dass Deformationslamellen nicht genutzt werden sollten, um auf die aktiven Gleitsysteme zu schließen, sondern dass dieses vielmehr Indikatoren für spezielle Deformationsbedingungen sind.

In der hier vorliegenden Arbeit wurden die Mikrostrukturen vorrangig mit Hilfe von Lichtmikroskopie, der CIP-Methode und einzelnen EBSD - Messungen untersucht. Nur in einigen wenigen Fällen konnten entsprechende Mikrostrukturen durch TEM-Aufnahmen betrachtet werden, so dass keine vollständigen räumlichen Informationen vorliegen. Die Interpretationen und Schlussfolgerungen stützen sich somit vorrangig auf die Ausrichtung der Spuren der jeweiligen Mikrostrukturen im Kristall und die $[c]$ -Achsenrotationen sowie auf Beobachtungen vorangegangener Arbeiten. Deformationslamellen der $\perp m$ -Orientierung sind subparallel zu den Spuren der $\langle a \rangle$ -Achsen ausgerichtet und lassen die Vermutung zu, dass die Bewegungen der Versetzungen ebenfalls in Richtung der $\langle a \rangle$ -Achsen stattfinden. Da jedoch keine räumlichen Informationen vorliegen, kann nicht auf das aktive Gleitsystem geschlossen werden. Sowohl nach rechts als auch nach links geneigte Deformationslamellen (bezüglich der Kompressionsrichtung) deuten auf ein symmetrisches Gleitsystem hin. Im Fall der $\perp m$ -Orientierungen könnte das ein Hinweis auf Versetzungsgleiten in den Prismenflächen oder den Rhombenflächen

sein. Da in O^+ -Orientierung TEM-Aufnahmen für die subbasalen Deformationslamellen gemacht werden konnten, kann für diese Orientierung eindeutig Versetzungsgleiten in der Baselfläche belegt werden. Ausgehend von diesen Beobachtungen und den Schlussfolgerungen anderer Arbeiten, sind die seltener auftretenden Deformationslamellen subparallel zu Spur der $[c]$ -Achse Versetzungsgleiten in einer der Prismenflächen zuzuordnen. Da Deformationslamellen der subbasalen Orientierung wesentlich häufiger und sehr deutlich ausgebildet sind, ist anzunehmen, dass das assoziierende Gleitsystem das dominante ist.

Weitere Hinweise, auf aktive Gleitsysteme liefern Deformationsbänder. In $\perp m$ -Orientierung sind die Deformationsbänder deutlich zu erkennen, jedoch mit keiner bestimmten kristallographischen Richtung eindeutig in Verbindung zu bringen. Ausgehend davon, dass die Proben der $\perp m$ -Orientierungen nahezu ideal präpariert wurden, sind die Deformationsbänder dieser Orientierung ein Hinweis auf Versetzungen parallel zu den Prismenflächen. Diese Beobachtung wurde von Linker und Kirby (1981) gemacht und lässt auf Prismen $\langle a \rangle$ Gleiten schließen. Die Deformationsbänder der Deformationszonen lassen weitere Rückschlüsse auf die aktiven Gleitsysteme zu, da es in Proben $\perp m$ -Orientierungen bei reinem Prismen $\langle a \rangle$ Gleiten zu keinen Änderungen der $[c]$ -Achsen Orientierung kommen sollte. Somit liegt es nahe, dass ein weiteres Gleitsystem bzw. weitere Gleitsysteme aktiv sind. Auch Linker und Kirby (1984) beobachteten dies in ihren Experimenten. Sie schlussfolgern, dass die Änderung der $[c]$ -Achsen Orientierung auf Gleiten in $\langle c \pm a \rangle$ Richtung hervorgerufen wird. Eine Rotation der $[c]$ -Achsen in $\perp m$ -Orientierungen um eine der $\langle m \rangle$ - Achsen würde dies bestätigen und somit die $[c]$ -Achsen Misorientierungen erklären.

Deformationsbänder der O^+ -Orientierung sind sehr deutlich ausgebildet und stehen im direkten Zusammenhang zur axialen Verkürzung. Deformationsbänder parallel zur Spur der $[c]$ -Achsen sind ein Hinweis auf Versetzungsgleiten in der Baselfläche (z.B. Christie et al., 1964, Griggs, 1976). Dies unterstützt die vorherigen Beobachtungen und verstärkt die Annahme, dass basales $\langle a \rangle$ Gleiten in dieser Orientierung das dominierende Gleitsystem ist. In $\perp m$ -Orientierungen kann anhand der Mikrostrukturen und der Probenform Prismen $\langle a \rangle$ Gleiten als dominantes Gleitsystem bestimmt werden. Da in beiden Orientierungen rekristallisierte Quarzkörner eher vereinzelt und isoliert auftreten, ist hauptsächlich kristallplastische Verformung durch Versetzungsgleiten aktiv und Ausheilungsprozesse wie Versetzungsklettern und Rekristallisation spielen nur eine untergeordnete Rolle.

Ein weiteres Resultat dieser Arbeit bezieht sich auf die Verformungstemperatur. Bereits in der Darstellung der mechanischen Daten wird deutlich, dass die Proben beider Orientierungen bei Temperaturen um die 900°C geringe Differentialspannungen aufweisen, die auf kristallplastische Verformung hindeuten. Die Probenform und die entsprechenden Mikrostrukturen bestätigen und unterstützen dies. So sind deutlich ausgebildete Deformationsbänder erst in Experimenten bei Verformungstemperaturen von 900°C deutlich zu erkennen. Deformationslamellen lassen sich bei geringen Verformungstemperaturen (700°C, 800°C) nur in vereinzelten Bereichen (Brüche, rekristallisierte Quarzkörner) beobachten, bei 900°C hingegen sind sie sehr deutlich ausgebildet, und bei einer Verformungstemperatur von 1000°C sind sie wieder verschwunden. Da Deformationslamellen ein Hinweis auf kristallplastische Verformung sind, kann daraus gefolgert werden, dass 900°C die Temperatur ist, ab welcher sich der hier beprobte Kristall komplett plastisch verhält. Bei geringeren Temperaturen tritt plastische Verformung nur in einzelnen Bereichen auf, und die Verformung ist insgesamt durch teilweise bruchhaftes (semi-brittle) Verhalten gekennzeichnet. Wie bereits erwähnt, kann anhand der mechanischen Daten kein Versagen/Brechen der Proben beobachtet werden. Aus den mikrostrukturellen Untersuchungen wird jedoch deutlich, dass sich Brüche im Material bilden und sich entlang dieser die Verformung konzentriert. In Bereichen, in welchen keine deutliche Bruchbildung zu erkennen ist, lassen sich keine Hinweise auf Deformation erkennen. Die Differentialspannung wird vermutlich hauptsächlich durch den sich nicht verformenden Teil des Kristalls bestimmt, und die Bruchbildung sowie die lokale Deformation entlang der Brüche führt dazu, dass der Kristall im Gesamten nicht versagt. Die Probenform verdeutlicht, dass die Verformungstemperatur geringe Unterschiede zwischen den beiden Orientierungen hervorruft. In Proben der $\perp m$ -Orientierungen ist die Verformung bis einschließlich 800°C teilweise bruchhaft, und erst ab 900°C dominiert plastisches Verhalten. Hingegen zeigen Proben der O^+ -Orientierung bereits bei 800°C einen stärkeren Anteil an plastischer Verformung, und bruchhaftes Verhalten tritt in den Hintergrund. Diese Beobachtung kann abschließend die Aktivität der Gleitsysteme bestätigen. Das Gleitsystem, welches in der Natur bereits bei geringen Temperaturen von 300°C bis 400°C aktiv wird, nämlich basales $\langle a \rangle$ Gleiten, kann in Proben eines experimentell verformten Einkristalls bei Verformungstemperaturen von 800°C aktiviert werden. Prismen $\langle a \rangle$ Gleiten, welches in der Natur zwischen 400°C und 700°C aktiv ist, im Labor bei Verformungstemperaturen von 900°C vollständig aktiviert werden. Die hier durchgeführten Experimente, die resultierenden

Differentialspannungen, und die beobachteten Mikrostrukturen repräsentieren eine niedrig-Temperatur Plastizität.

Um genauere Aussagen zu den aktiven Gleitsystemen machen zu können, müssen räumliche Untersuchungen der auftretenden Mikrostrukturen erfolgen. Hilfreich wäre ebenfalls, wenn man die Proben anders präparieren würde. Da in dieser Arbeit gezielt auf die entstehenden Mikrostrukturen eingegangen werden sollte, wurden die Proben nach der Deformation jeweils gleich präpariert. Es wurde versucht, die Probe so zu präparieren, dass man die größtmögliche Fläche erhält. Um einerseits die einzelnen Proben besser miteinander vergleichen zu können, und zum anderen, um bessere Aussagen zur Orientierung der Mikrostrukturen zu erhalten, würden zum Beispiel Schnitte in Orientierungen parallel zur [c]-Achse sehr interessant und aufschlussreich sein. Auch würde man so weite Informationen zur Orientierung und Ausrichtung der Flüssigkeitseinschlüsse bekommen und könnte versuchen Mikrostrukturen und Einschlüsse genauer im Zusammenhang zu betrachten.

6 Literaturverzeichnis

- Aines R.D., Kirby, S.H. and Rossman G.R. 1984. Hydrogen speciation in synthetic quartz. *Physics and Chemistry of Minerals*, 11, 204-212.
- Aines, R.D. and Rossman G.R., 1984. Water in minerals? A peak in the infrared. *Journal of Geophysical Research*, Vol. 89, B6, 4059-4071.
- AvéLallement, H.G. and Charter, N.L., 1971. Pressure dependence of quartz deformation lamellae orientations. *American Journal of Science* 270, 218-235.
- Baëta, R.D. and Ashbee K.H.G., 1969a. Slip systems in quartz, I, Experiments. *American Mineralogist*, 54, 1551-1573.
- Baëta, R.D. and Ashbee K.H.G., 1969b. Slip systems in quartz, II, Interpretation. *American Mineralogist*, 54, 1574-1582.
- Baëta, R.D. and Ashbee K.H.G., 1970a. Mechanical deformation of quartz, I, Constant strain-rate compression experiments. *Philosophical Magazine*, 22, 601-623.
- Bakker, R.J. and Jansen, J.B.H. 1994. A mechanism for preferential H₂O leakage from fluid inclusions in quartz, based on TEM observations. *Contribution to Mineralogy and Petrology*, 116, 7-20.
- Bakker, R.J. and Jansen, J.B.H., 1991. Experimental post-entrapment water loss from synthetic CO₂-H₂O inclusions in natural quartz. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 55, 2215-2230.
- Bakker R.J. and Jansen J.B.H., 1990. Preferential water leakage from fluid inclusions by means of mobile dislocations. *Nature* 345, 58-60.
- Barrett, C.S. 1952. *Structures of metals*, 2d edition, New York, McGraw-Hill Book Co.
- Becke, F., 1892. Petrographische Studien am Tonalit der Riesenferner. *Zeitschrift für Kristallographie, Mineralogie und Petrographie*, 13, 379-430
- Bergren, M.S., Schuh, D., Sceats, M.G., and Rice, S.A. 1978. The OH stretching region infrared spectra of low density amorphous solid water and polycrystalline ice Ih. *Journal of Chemical Physics*, Vol. 69, 8, 3477-3482.
- Blacic, J.D., 1975. Plastic-Deformation mechanisms in quartz: The effect of water. *Tectonophysics* 27, 271-294.

- Blacic, J.D. and Christie, J.M., 1984. Plasticity and hydrolytic weakening of quartz single crystals. *Journal of Geophysical Research*, 89, 4223-4239.
- Blenkinsop, T.G. and Drury, M.R., 1988. Stress estimates and fault history from quartz microstructures, *Journal of Structural Geology*, 10, 673-684.
- Bodnar, R.J., 1993. Revised equation and table for determining the freezing point depression of H₂O-NaCl solutions. *Geochim. Cosmochim. Acta* 58, 1053–1063.
- Bodnar, R.J., 2003. Introduction to aqueous-electrolyte fluid inclusions. In Samson IM, Anderson AJ, Marshall DD (Eds.), *Fluid Inclusions: Analysis and Interpretation*. Min. Ass. Canada, Short Course Series Volume 32, 81–100.
- Boullier, A-M., 1999. Fluid inclusions: tectonic indicators. *Journal of Structural Geology* 21, 1229-1235.
- Boullier, A-M., France-Lanord, C., Dubessy, J., Adamy, J. and Champenois, M., 1989. Linked fluid and tectonic evolution in the high himalaya mountains (Nepal). *Contribution to Mineralogy and Petrology*, 107 Nr.3, 358-372.
- Brace, W.F. and Kohlstedt, D.L., 1980. Limits on lithospheric stress imposed by laboratory experiments. *Journal of Geophysical Research*, 85, 6248-6252.
- Böhm, A., 1883. Über die Gesteine des Wechsels: Tschermak min. u. petr. Mitt., Band, 5, 197-214.
- Carstens, H., 1967. The Lineage structure of quartz crystals. *Contribution to Mineralogy and Petrology* 18, 295-304.
- Carter, N.L., 1971. Static deformation of silica and silicates. *Journal of Geophysical Research*, 76, 5514-5540.
- Carter, N.L., Kronenberg, A.K., Ross, J.V. and Wiltschko, D.V., 1990. Control of fluids on deformation of rocks. Geological Society, London, Special Publication, 54, 1-13.
- Chakraborty, D. and Lehmann, G., 1976a. Distribution of OH in synthetic and natural quartz crystals. *Journal of Solid State Chemistry*, 17, 305-311.
- Chakraborty, D. and Lehmann, G., 1976b. On the structure and orientations of hydrogen defects in natural and synthetic quartz crystals. *Physica status solidi (a)*, 34, 467-474.

- Chernak, L.J., Hirth, G., Silverstone, J, Tullis, J., 2009: Effect of aqueous and carbonic fluids on the dislocation creep strength of quartz. *Journal of Geophysical research* 114, B04201.
- Christie, J.M. and Ardell, A.J., 1974, Substructures of deformation lamellae in quartz. *Geology*, 2, 405-408.
- Christie, J.M., Tullis, J. and Blacic, J.D., 1968. The non-rational nature of deformation lamellae in quartz. Abstract, American Geophysical Union transactions, 49, 314.
- Christie, J.M., Griggs, D.T., Carter, N.L., 1964. Experimental evidence of basal slip in quartz. *Journal of Geology*, 72, 734-756.
- Christie, J.M. and Raleigh, C.B., 1959. The origin of deformation lamellae in quartz. *American Journal of Science* 257, 385-407.
- Cottrell, A.H., 1953. Dislocations and plastic flow in crystals. London, Oxford University Press.
- Cordier, P., Doukhan, J.C., 1991. Water speciation in quartz: A near infrared study. *American Mineralogist*, 76, 361-369.
- Cordier, P. and Doukhan, J.-C., 1989. Water solubility in quartz and its influence on ductility. *European Journal of Mineralogy* 1, 221-237.
- Del'Angelo, L.N. and Tullis, J., 1996. Textural and mechanical evolution with progressive strain in experimentally deformed aplite. *Tectonophysics*, 256, 57-82.
- den Brock S.W.J. and Spiers, C.J., 1991. Experimental evidence for water weakening of quartzite by microcracking plus solution-precipitation creep. *Journal of Geology*, 148, 541-548.
- Diamond, L.W., 1992. Stability of CO₂-clathrate-hydrate + CO₂ liquid + CO₂ vapour + aqueous KCl-NaCl solutions: Experimental determination and application to salinity estimates of fluid inclusions. *Geochimica et Cosmochimica* 56, 273-280.
- Diamond, L.W., 1994. Salinity of multivolatile fluid inclusions determined from clathrate hydrate stability. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 58, 19-41.
- Diamond, L.W., Tarantola, A. and Stünitz H., 2010. Modification of fluid inclusions in quartz by deviatoric stress. II: experimentally induced changes in inclusion volume and composition. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 160, 845-864.
- Doukhan, J.C., 1995. Lattice defects and mechanical behaviour of quartz SiO₂. *Journal de physique III France* 5, 1809-1832.

- Doukhan, J.-C. and Trépied, L., 1985. Plastic deformation of quartz single crystals. *Bulletin Mineralogie*, 108, 97-123.
- Drury, M.R., 1993. Deformation lamellae in metals and minerals. In: *Defects and Processes in the Solid State: Geoscience Applications - The McLaren Volume* (eds. Boland, J.N. and FitzGerald, J.D.), pp. 195-212.
- Drury M.R. and Urai, J.L., 1990. Deformation-related recrystallization processes. *Tectonophysics* 172, 235-253.
- Fairbairn, H.W., 1941. Deformation lamellae in quartz from the Ajibik formation, Michigan. *Geological Society of America Bulletin*, 1941, 52, 1265-1277.
- FitzGerald, J.D., Boland, J.N., McLaren, A.C., Hobbs, Ord, A. and Hobbs, B.E., 1991. Microstructures in water-weakened single crystals of quartz. *Journal of Geophysical Research*, 96, B2, 2139-2155.
- Fronde, C., 1982. Structural hydroxyl in chalcedony (Type B quartz). *American Mineralogist*, 67, 1248-1257.
- Gerretsen, J., McLaren, A.C. and Paterson, M.S., 1993. Evolution of inclusions in wet synthetic quartz as a function of temperature and pressure; Implications for water weakening. In: Boland, J.N., FitzGerald, J.D. (Eds.), *Defects and Processes in the solid state: Geosciences Applications*. Elsevier, Amsterdam, pp 27-47.
- Gerretsen, J., Paterson, M.S. and McLaren, A.C., 1989. The uptake and solubility of water in quartz at elevated pressure and temperature. *Physics and Chemistry of Minerals*, 16, 334-342.
- Gleason, G.C. and DeSisto S., 2008. A natural example of crystal-plastic deformation enhancing the incorporation of water into quartz. *Tectonophysics*, 446, 16-30.
- Gleason, G.C. and Tullis, J., 1995. A flow law for dislocation creep of quartz aggregates determined with the molten salt cell. *Tectonophysics*, 247, 1-23.
- Gratier, J.P. and Jenatton, L., 1984. Deformation by solution-deposition, and re-equilibration of fluid inclusions in crystals depending on temperature, internal pressure and stress. *Journal of Structural Geology* 6 (1/2):189-200.
- Griggs, D., 1967. Hydrolytic weakening of quartz and other silicates. *Geophysical Journal of the Royal Astronomical Society*, 14, 19-31.

- Griggs, D.T. and Blacic, J.D., 1965. Quartz: Anomalous weakening of synthetic crystals. *Science*, 147, 292-295.
- Halliburton, L.E., Koumvakalis, N., Markes, M.E., and Martin, J.J., 1981. Radiation effects in crystalline SiO₂: The role of aluminum. *Journal of Applied Physics*, 52, 3565-3574.
- Halfpenny, A., Prior, D.J., Wheeler, J., 2006. Analysis of dynamic recrystallization and nucleation in a quartzite mylonite. *Tectonophysics* 427, 3-14.
- Heard, H.G. und Carter, N.L., 1968. Experimental induced "natural" intragranular flow in quartz and quartzites. *American Journal of Science*, 266, 1-42.
- Heilbronner, R., 2000a. Optical orientation imaging. In: *Stress, Strain and Structure - a volume in honor of W.D. Means* (eds. Jessell, M.W. and Urai, J.L.), *Journal of the Virtual Explorer* 2.
- Heilbronner, R., 2000b. Automatic grain boundary detection and grain size analysis using polarization micrographs or orientation images. *Journal of Structural Geology*, 22, 969-981.
- Heilbronner, R. and Tullis, J., 2006. Evolution of c axis pole figures and grain size during dynamic recrystallization: Results from experimentally sheared quartzites. *Journal of Geophysical Research*, 111, 19.
- Heilbronner, R. and Tullis, J., 2002. The effect of static annealing on microstructures and crystallographic preferred orientations of quartzites experimentally deformed in axial compression and shear. In: *Deformation Mechanisms, Rheology and Tectonics: Current Status and Future Perspectives*, Special Publication, 200 (eds.) De Meer, S., Drury, M. D., De Bresser, J. H. P., Pennock, G. M.), pp. 191–218. Geological Society, London.
- Hirth, G. and Tullis, J., 1992. Dislocation creep regimes in quartz aggregates. *Journal of Structural Geology*, 14, 145-159.
- Hobbs, B.E., 1968. Recrystallisation of single crystals of quartz. *Tectonophysics* 6 (5), 353-401.
- Hobbs, B.E., McLaren, A.C. and Paterson, M.S., 1972. Plasticity of single crystals of synthetic quartz. In: *Flow and Fracture of Rocks* (eds. Heard, H.C., Borg, I.Y., Carter, N.L. and Raleigh, C.B.), American Geophysical Union, *Geophysical Monograph*, 16, 29-53.

- Hollister, L.S., 1990. Enrichment of CO₂ in fluid inclusions in quartz by removal of H₂O during crystal-plastic deformation. *Journal of Structural Geology* 12(7), 895-901.
- Holyoke, C.W. and Kronenberg, A.K., 2010. Accurate differential stress measurement using the molten salt cell and solid salt assemblies in the Griggs apparatus with applications to strength, piezometers and rheology. *Tectonophysics*, 494, 17-31.
- Johnson, E.L. and Hollister, L.S., 1995. Syndeformational fluid trapping in quartz: determining the pressure-temperature conditions of deformation from fluid inclusions and the formation of pure CO₂ fluid inclusions during grain-boundary migration. *Journal of Metamorphic Geology* 13(2), 239-249.
- Kats, A., 1962. Hydrogen in alpha-quartz. Dissertation.
- Karato, S., 2008. Deformation of earth materials – An introduction to the rheology of solid earth. Cambridge University Press.
- Karato, S., 1989. Grain growth kinetics in olivine aggregates. *Tectonophysics*, 155, 255-273.
- Keulen, N.T., 2006. Grain scale processes in fault rock – a comparison between experimental and natural deformation. Dissertationen aus dem Geologisch-Paläontologischen Institut der Universität Basel, Nr. 43.
- Kekulawala, K.R.S.S., Paterson, M.S., Boland J.N., 1981. An experimental study of the role of water in quartz deformation. In: Carter, N.L., Friedman, M., Logan, J.M., Stearns, D.W. (Eds.), *Mechanical Behavior of crustal Rocks*. American Geophysical Union Monograph, Vol. 24, 49-60.
- Kekulawala, K.R.S.S., Paterson, M.S., Boland J.N., 1978. Hydrolytic weakening in quartz. *Tectonophysics* 46, T1-T6.
- Koch, P.S., Christie, J.M., Ord, A., George, JR., R.P., 1989. Effect of water on the rheology of experimentally deformed quartzite. *Journal of Geophysical Research*, 94, B10, 13975-13996.
- Kohlstedt, D.L., Evans, B. and Mackwell, S.J., 1995. Strength of the lithosphere: constraints imposed by laboratory measurements. *Journal of Geophysical Research*, 100, 587-602.

- Kronenberg, A.K. 1994. Hydrogen speciation and chemical weakening of quartz. In: Heaney, P.J., Prewitt, C.T., Gibbs, G.V. (Eds.) *Silica: Physical Behavior, Geochemistry and Materials Applications, Reviews in Mineralogy*, 29, Mineralogical Soc. Amer., Washington, DC.
- Kronenberg, A.K. and Wolf, G.H., 1990. Fourier transform infrared spectroscopy determinations of intergranular water content in quartz-bearing rocks: implications for hydrolytic weakening in the laboratory and within the earth. *Tectonophysics*, 172, 255-271.
- Kronenberg, A.K., Kirby, S.H., Aines, R.D. and Rossman, G.R., 1986. Solubility and diffusional uptake of hydrogen in quartz at high water pressure: implications for hydrolytic weakening. *Journal of Geophysical Research*, 89, 4281-4297.
- Kronenberg, A.K. and Tullis, J., 1984. Flow strength of quartz aggregates: Grain size and pressure effects due to hydrolytic weakening. *Journal of Geophysical Research*, 89, NO.B6, 4281-4297.
- Kruhl, J.H., 1996. Prism- and basal-plane subgrain boundaries in quartz: a microstructural geothermobarometer. *Journal of Metamorphic Geology*, 14, 581-598.
- Libowitzky, E. and Rossman, G.R., 1997. An IR absorption calibration for water in minerals. *American Mineralogist*, 82, 1111-1115.
- Linker, M.F., Kirby, S.H., Ord, A. and Christie, J.M., 1984. Effects of compression direction on the plasticity and rheology of hydrolytically weakened synthetic quartz crystals at atmospheric pressure. *Journal of Geophysical Research*, 89, 4241-4255.
- Linker, M.F. and Kirby, S.H., 1981. Anisotropy in the rheology of hydrolytically weakened synthetic quartz crystal. In: *Mechanical Behaviour of Crustal Rocks* (eds: Carter, N.L., Friedman, M., Logan, J.M. and Stearns, D.W.), American Geophysical Union, Geophysical Monograph, 24, 29-48.
- Lloyd, G.E., 1995. An appreciation of the SEM electron channeling technique for petrofabric and microstructural analysis of geological materials. In: *Textures of Geological Materials* (eds: Bunge, H.J., Siegesmund, S., Skrotzki, W., Weber, K.) DGM Informationsgesellschaft MbH, pp. 109–125.
- Luan, F.C. and Paterson, M.S., 1992. Preparation and deformation of synthetic aggregates of quartz. *Journal of Geophysical Research*, 97, 301-320.

- Mackwell, S.J. and Paterson, M.S., 1985. Water-related diffusion and deformation effects in quartz at pressures of 1500 and 300 MPa. *Geophysical Monograph* 31, 141-150.
- Mainprice, D.H. and Paterson, M.S., 1984. Experimental studies of the role of water in the plasticity of quartzites. *Journal of Geophysical Research*, 89 No. B6, 4257-4269.
- Mainprice, D., Bouchez, J.-L., Blumenfeld, P. and Tubià, J.M., 1986. Dominant c slip in naturally deformed quartz: Implication for dynamic plastic softening at high temperatures. *Geology*, 14, 819-822.
- McLaren A.C., FitzGerlad, J.D. and Gerretsen, J., 1989. Dislocation nucleation and multiplication in synthetic quartz: relevance to water weakening. *Physics and Chemistry of Minerals*, 16, 465-482.
- McLaren, A.C., Turner, R.G., Boland J.N. and Hobbs B.E., 1970. Dislocation structure of the deformation lamellae in synthetic quartz; a study by electron and optical microscopy. *Contribution to Mineralogy and Petrology* 29, 104-115.
- McLaren, A.C. and Phakey, P.P., 1966. Transition electron microscope study of bubbles and dislocations in amethyst and citrine quartz. *Australian Journal of Physics*, 19, 19-24.
- Morgan, S.W. and Phillips, M.R., 2006. Gaseous scintillation detection and amplification in variable pressure scanning electron microscopy. *Journal of Applied Physics*, 100, 16.
- Morrison-Smith, D.J., Paterson, M.S. and Hobbs, B.E., 1976. An electron microscope study of plastic deformation in single crystals of synthetic quartz. *Tectonophysics*, 33, 43-79.
- Muto, J., Hirth, G., Heilbronner, R. and Tullis, J., 2011. Plastic anisotropy and fabric evolution in sheared and recrystallized quartz single crystals. *Journal of Geophysical Research*, 116.
- Nakashima, S., Matayoshi, H., Yuko, T., Michibayashi, K., Masuda, T., Kuroki, N., Yamagishi, H. Ito, Y. and Nakamura, A., 1995. Infrared microspectroscopy analysis of water distribution in deformed and metamorphosed rocks. *Tectonophysics*, 245, 263-276.

- Niimi, N., Aikawa, N. and Shinoda, K. 1999. The infrared absorption band at 3596 cm⁻¹ of the recrystallized quartz from Mt. Takamiyama, southwest Japan. *Mineralogical Magazine*, Vol. 63, 5, 693-701.
- Okrusch, M. und Matthes, S., 2005. *Mineralogie – Eine Einführung in die spezielle Mineralogie. Petrologie und Lagerstättenkunde*. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York.
- Ord A. and Hobbs, B.E., 1986. Experimental control of the water-weakening effect in quartz. In: *Mineral and Rock Deformation: Laboratory Studies – The Paterson Volume* (eds: Hobbs, B.E. und Heard, H.C.) American Geophysical Union, Geophysical Monograph, 36, 51-72.
- Orowan, E. 1942. A type of plastic deformation new in metals. *Nature*, 149, 643.
- Passchier, C.W. and Trouw, R.A.J., 2005. *Microtectonics*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- Panozzo Heilbronner, R. and Pauli, C., 1993. Integrated spatial and orientation analysis of quartz c-axes by computer-aided microscopy. *Journal of Structural Geology* 17, 369-382.
- Paterson, M.S., 1989. The interaction of water with quartz and its influence in dislocation flow – an overview. In Kratoch, S., Toriumi, M. (Eds.), *Rheology of Solids and of the Earth*, Oxford University Press, pp. 107-142.
- Paterson, M.S., 1982. The determination of hydroxyl by infrared absorption in quartz, silicate glasses and similar materials. *Bulletin Mineralogie*. 105, 20-29.
- Paterson, M.S., 1970. A high pressure, high temperature apparatus for rock deformation. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 7, 517-526.
- Post, A. and Tullis, J., 1998. The rate of water penetration in experimentally deformed quartzite: implication for hydrolytic weakening. *Tectonophysics* 295, 117-137.
- Poirier, J-P., 2005. *Creep of crystal – High temperature deformation processes in metals, ceramics and minerals*. Cambridge University Press, New York, N.Y., pp20.
- Prasad, P.S.R., Shiva Prasad, K., and Thakur, N.K., 2006. FTIR signatures of type-II clathrates of carbon dioxide in natural quartz veins. *Current Science Association*, Vol. 90, 11, 1544-1547.

- Rossmann, G.R. and Aines, R.D., 1991. The hydrous components in garnets: grossular-hydrogrossular. *American Mineralogist*, 76, 1153.-1164.
- Rovetta, M.R., 1989. Experimental and spectroscopic constraints on the solubility of hydroxyl in quartz. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 55, 326-334.
- Rovetta, M.R., Blacic, J.D., Hervig, R.L. and Holloway, J.R., 1989. An experimental study of hydroxyl in quartz using infrared spectroscopy and ion microprobe techniques. *Journal of Geophysical Research*, 94, 5840-5850.
- Rovetta, M.R., Holloway, J.R. and Blacic, J.D., 1986. Solubility of hydroxyl in natural quartz annealed in water at 900°C and 1.5 GPa, *Geophysical Research Letters*, 13, 145-148.
- Rutter, E.H. and Brodie, K.H., 2004. Experimentally intracrystalline plastic flow in hot-pressed synthetic quartzites prepared from Brazilian quartz crystals. *Journal of Structural Geology*, 26, 259-270.
- Schmid, S.M. and Casey, M., 1986. Complete fabric analysis of some commonly observed quartz c-axis patterns. In: *Mineral and Rock Deformation: Laboratory Studies – The Paterson Volume* (eds: Hobbs, B.E. and Heard, H.C.) American Geophysical Union, Geophysical Monograph, 36, 263-286.
- Starkey, J., 2000. Bi-axial quartz as a stress indicator. *Journal of Structural Geology*, 22, 383-390.
- Sorby, H.C., 1858. On the microscope structure of crystals, indicating the origin of minerals and rocks. *Geological Society London Quarterly Journal* 14, 453-500.
- Sterner, S.M., Hall, D.L. and Keppler, H. (1995) Compositional re-equilibration of fluid inclusions in quartz. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 119, 1–15.
- Stipp, M., Tullis, J. and Behrens, H., 2006. Effect of water on the dislocation creep microstructure and flow stress of quartz and implications for the recrystallized grain size piezometer. *Journal of Geophysical Research*, 111, 19.
- Stopler, E., 1982. Water in silicate glasses: An infrared spectroscopic study. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 81, 1-17.
- Tarantola, A., Diamond, L.W., Stünitz, H. and Thust, A., 2011. Modification of fluid inclusions in quartz by deviatoric stress. III: Influence of principle stresses on inclusion density and orientation. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, submitted.

- Tarantola, A., Diamond, L.W., Stünitz, H., 2010. Modification of fluid inclusions in quartz by deviatoric stress I: experimentally induced changes in inclusion shapes and microstructures. *Contribution to Mineralogy and Petrology* 160 (6), 825-843.
- Trepman, C.A. and Stöckert, B., 2003. Quartz microstructures developed during non-steady state plastic flow at rapidly decaying stress and strain rate. *Journal of Structural Geology*, 25, 2035-2051.
- Tullis, T.E. and Tullis, J., 1986. Experimental rock deformation. In: *Mineral and Rock Deformation: Laboratory Studies – The Paterson Volume* (eds: Hobbs, B.E. und Heard, H.C.) American Geophysical Union, Geophysical Monograph, 36, 297-324.
- Tullis, J. and Yund, R.A., 1977. Experimental deformation of dry westerly granite. *Journal of Geophysical Research*, 82, 5705-5718.
- Tullis, J., Christie, J.M. and Griggs, D.T., 1973. Microstructures and preferred orientations of experimentally deformed quartzite. *Geological Society of American Bulletin*, 84, 297-314.
- Twiss, R.J., 1974. Structure and significance of planar deformation features in synthetic quartz. *Geology*, 2, 329-332.
- Vasyukova, O.V. and Fonarev, V.I., 2006. Experimental modeling of the transformation of H₂O-CO₂-CH₄ inclusions during isobaric cooling and isothermal compression. *Geochemistry International*, 44 Nr. 12, 1170-1180.
- Vernooij, M.G.C., Kunze, K. and den Brok, B., 2006. 'Brittle' shear zones in experimentally deformed quartz single crystals. *Journal of Structural Geology*, 28, 1292-1306.
- Vityk M.O. and Bodnar R.J. (1998) Statistical microthermometry of synthetic fluid inclusions in quartz during decompression reequilibration. *Contributions to Mineralogy and Petrology*. 132(2), 149–162.
- Vityk M.O. and Bodnar R.J. (1995). Natural and synthetic re-equilibration textures of fluid inclusions in quartz (marmarosh diamonds): Evidence for refilling under conditions of compressive loading. *European Journal of Mineralogy*, 7, 1071-1087.
- White, S., 1976. The effect of Strain on the microstructures, fabrics, and deformation mechanisms in quartzites. *Philosophical Transactions of The Royal Society, London*, 283, 69-86.

- White, S., 1975. The effect of polyphase deformation on the intracrystalline defect structures of quartz. II. Origin of the defect structures. *Neues Jahrbuch für Mineralogie Abh.*, 123, 237-252. 2, 329-332.
- White, S., 1973a. The dislocation structures responsible for the optical effects in some naturally-deformed quartzes. *Journal of Materials Science*, 8, 490-499.
- White, S., 1973b. Deformations lamellae in naturally deformed quartz. *Nature physical science*, 245, 26-28.
- Weiss, I.F., 1954. A study of tectonic style: structural investigation of a marble-quartzite complex in southern California. University of California Press, Department Geological Science, Publication 30, 1-102.
- Zhang Y.-G. and Frantz J.D. (1987) Determination of the homogenization temperatures and densities of supercritical fluids in the system NaCl-KCl-CaCl₂-H₂O using synthetic fluid inclusion. *Chem. Geol.* 64, 335–350

Mikrostruktur Atlas

-

Experimente ATH

Mikrostruktur Atlas – Deformationsexperimente ATH

Hier werden alle deformierten und quasi hydrostatischen Proben, in der Übersicht dargestellt. Es wird dokumentiert welche Methoden an welchen Proben angewandt wurden und sämtliche Resultate werden dargestellt. Es werden auch Resultate gezeigt welche in spezifischen Teilen der vorangegangenen Kapitel keine Verwendung finden. Abweichende Deformationsbedingungen und sonstige Besonderheiten, werden speziell vermerkt oder sind in den Tabellen im Appendix zu finden.

Die Dokumentation ist für alle Proben gleich aufgebaut und erfolgt jeweils in der gleichen Reihenfolge. Auf der ersten Seite befindet sich eine Übersichtsaufnahme der Probe (Dünnschliff, einfach polarisiertes Licht). Alle Stellen für welche CIP- oder EBSD - Bilder gerechnet worden sind durch Rechtecke gekennzeichnet ebenso Bereiche von welchen CC bzw. CL Aufnahmen vorliegen. Rechtecke welche mit einer gestrichelten Linie eingezeichnet sind, sind Stellen an welchen Testmessungen durchgeführt wurden oder welche nicht zu 100% lokalisiert werden konnten. Die Kolorierung der Rechtecke dient lediglich zur besseren Orientierung auf der Übersichtsabbildung und hat keine weitere Bedeutung. Neben der Nummerierung der einzelnen Rechtecke, sind ebenfalls die Methode vermerkt und für CIP die jeweils genutzte Vergrößerung.

Auf der zweiten Seite folgen Angaben zu den experimentellen Bedingungen, eine Übersichtsaufnahme des Dünnschliffes bzw. der Dünnschliffe mit gekreuzten Polarisatoren, eine Aufnahme der Probe nach der Deformation im Pt-Mantel sowie eine stress – strain Darstellung der mechanischen Daten.

Auf den folgenden Seiten sind CIP-, EBSD-, CC- und CL-Abbildungen der gekennzeichneten Stellen, sowie die entsprechenden Polfiguren, in der Reihenfolge ihrer Nummerierung auf der Übersichtsaufnahme auf Seite 1 dargestellt.

Auf der jeweils letzten Seite befindet sich eine Übersicht der FTIR Messpunkte. In einzelnen Fällen wurden nur Testmessungen vorgenommen, um die Form der Spektren zu untersuchen. Bei diesen Proben wurden keine Wassermengen bestimmt und die einzelnen Punkte nicht immer notiert. Dies gilt vor allem für hydrostatische Experimente.

Alle Abbildungen sind so ausgerichtet, dass die Bildhorizontale jeweils senkrecht zur Kompressionsrichtung ist, bzw. zur Richtung aus welcher der Umschließungsdruck aufgebaut wurde (hydrostatische Experimente).

Alle analytischen Methoden fanden an Sondenschliffen (zwischen 20 µm bis max. 30 µm) statt. FTIR Untersuchungen wurden an Dickschliffen (500 µm bis 100 µm) durchgeführt. In Appendix B sind die Dickschliffe sowie die einzelnen Berechnungen in Tabellenform aufgelistet.

Zur besseren Übersicht werden im Folgend alle für den Mikrostruktur Atlas verwendeten Symbole, Begriffe und Abkürzungen erläutert:

Orientierung:	$\perp m$ = Zylinderachse normal zu einer der Prismenflächen O^+ = Zylinderachse 45° zur [c]-Achse und 45° zu einer <a> Richtung
T	Temperatur
Pc	Umschließungsdruck
$\dot{\epsilon}$	Verformungsrate
strain	axiale Verkürzung (axial strain) in %
CC	Aufladungskontrast an der Probenoberfläche (C harge C ontrast)
CL	Kathodolumineszenz (C athodoluminescence)
CIP	Computer integrierte Polarisationsmikroskopie (C omputer- I ntegrated P olarization microscopy)
EBSD	E lectronen B ackscattered D iffraction
FTIR	F ourier- T ransform- I nfrarot-Spektroskopie
$\Delta\sigma$	Differential Spannung = $\sigma_1 - \sigma_3$
COI	koloriertes [c]-Achsen Orientierungsbild (c olored o rientation i mage)
CLUT	Farbtafel (c olored l ook- u p t able)
LUT	Umsetzungstafel
Euler RGB	Rot = φ_1 , Grün = ϕ , Blau = φ_2
IPF	inverse Polfigur (inverse p ole f igure) ist stets bezüglich der Kompressionsrichtung koloriert
Polfigur Konturierung	Kernelhalbbreite = 10°, harmoische Entfaltung von 20 Iterationen in logarithmischen Abständen, OIM Software
Wassergehalte	gemessen mit FTIR , angegeben in H/10 ⁶ Si (Paterson, 1982)

Liste der Proben:

143 ATH	5
144 ATH	7
146 ATH	20
151 ATH	26
152 ATH	28
157 ATH	30
168 ATH	34
169 ATH	37
170 ATH	42
171 ATH	44
172 ATH	46
175 ATH	51
181 ATH	54
182 ATH	57
184 ATH	66
186 ATH	74
187 ATH	77
189 ATH	80
190 ATH	87
192 ATH	96
196 ATH	110
199 ATH	113
201 ATH	120
203 ATH	122
205 ATH	127
207 ATH	130
228ATH	132
230 ATH	134
233 ATH	136
236 ATH	138
241 ATH	141
242 ATH	145

244 ATH	148
246 ATH	151
248 ATH	153
252 ATH	156
254 ATH	159

143 ATH



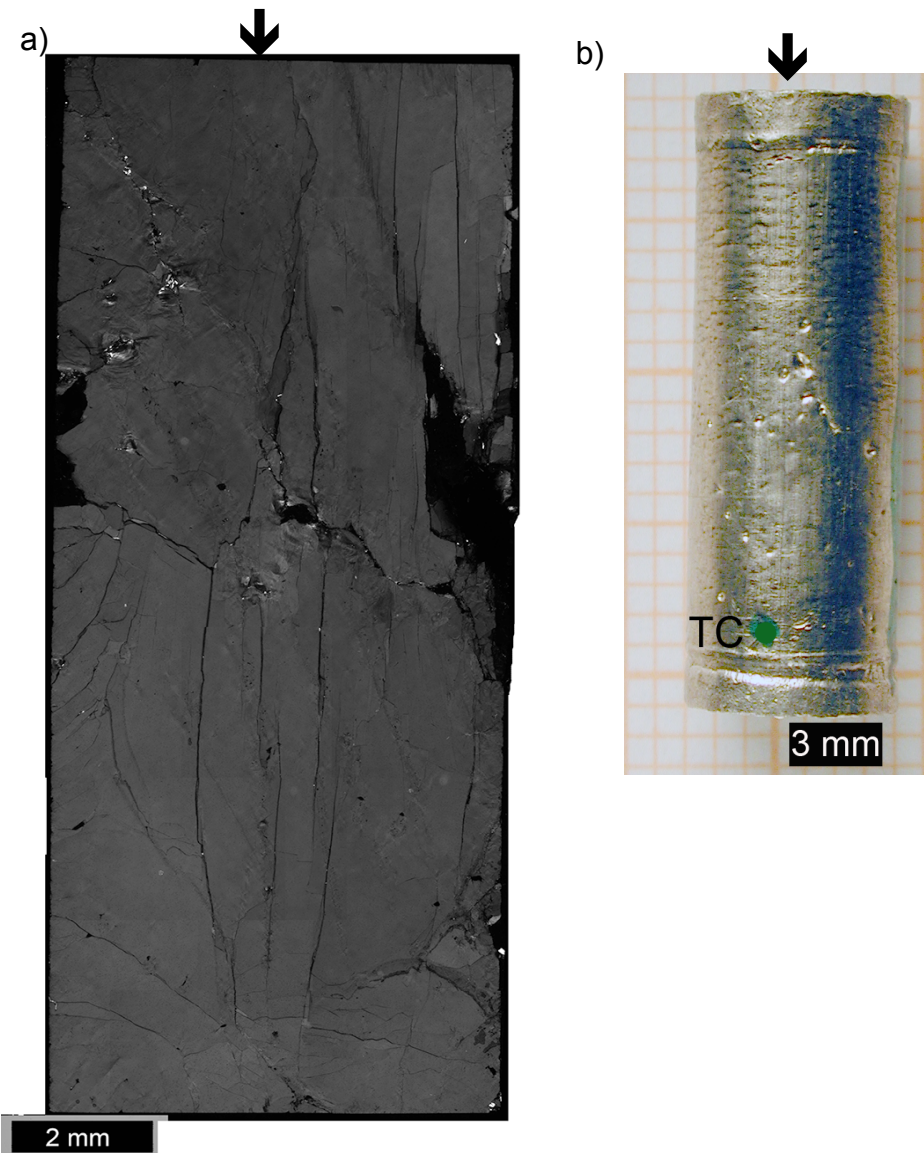
2 mm

143 ATH

Orientierung: $\perp m$

T = 900°C, P_c = 1500 MPa – hydrostatisch 2h

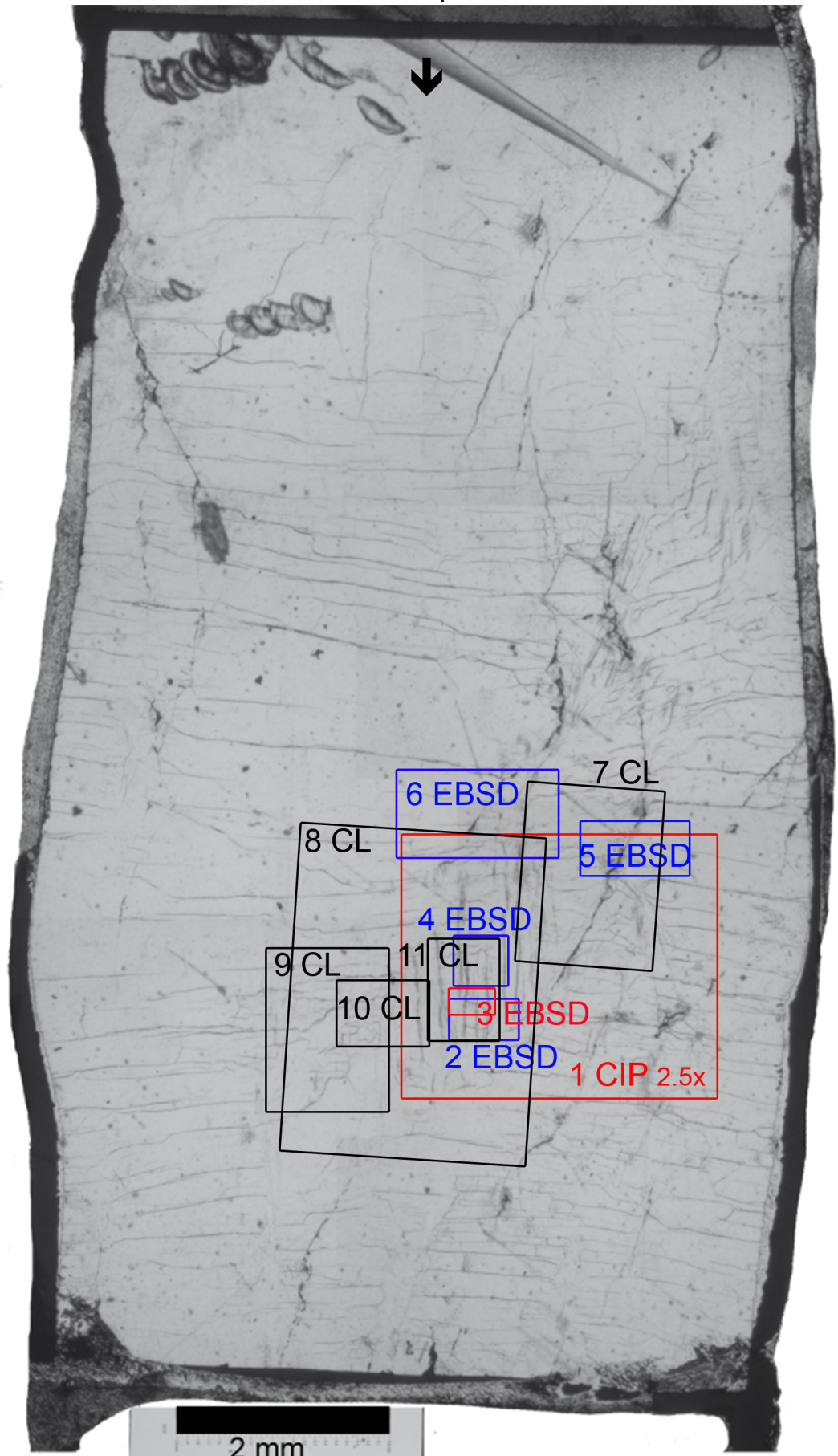
Bemerkung: Druckzelle versagte über Nacht (failed)



a) Dünnschliff 143 ATH (gekreuzte Polarisatoren) b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel.

144 ATH

σ_1



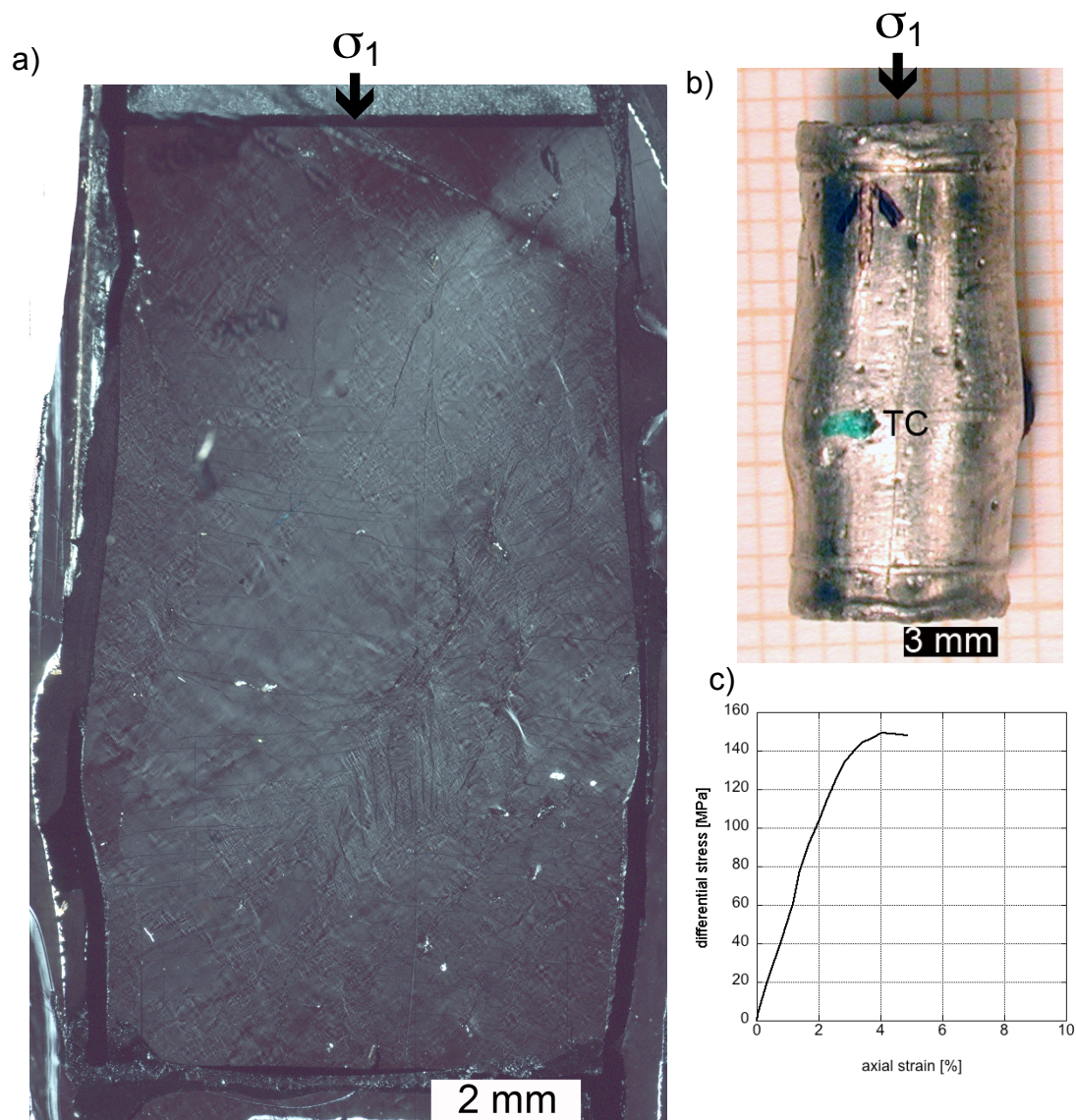
144 ATH

Orientierung: $\perp m$

$T = 895^{\circ}\text{C}$, $P_c = 1000 \text{ MPa}$, $\dot{\varepsilon} = 8.2 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$

Strain: 4.9%

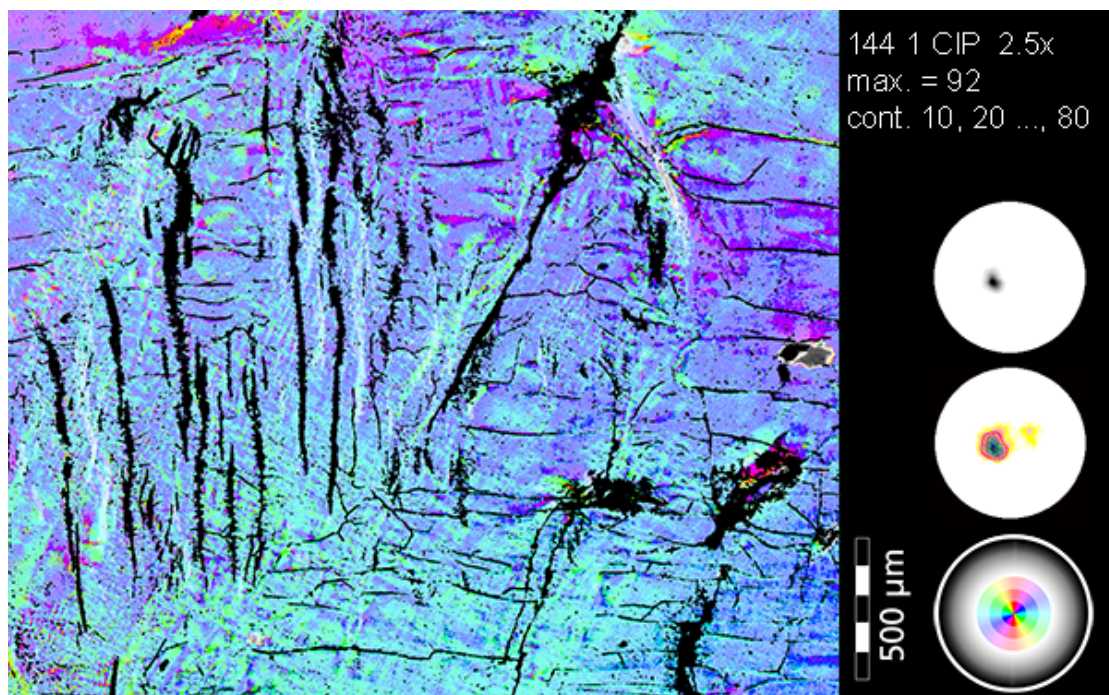
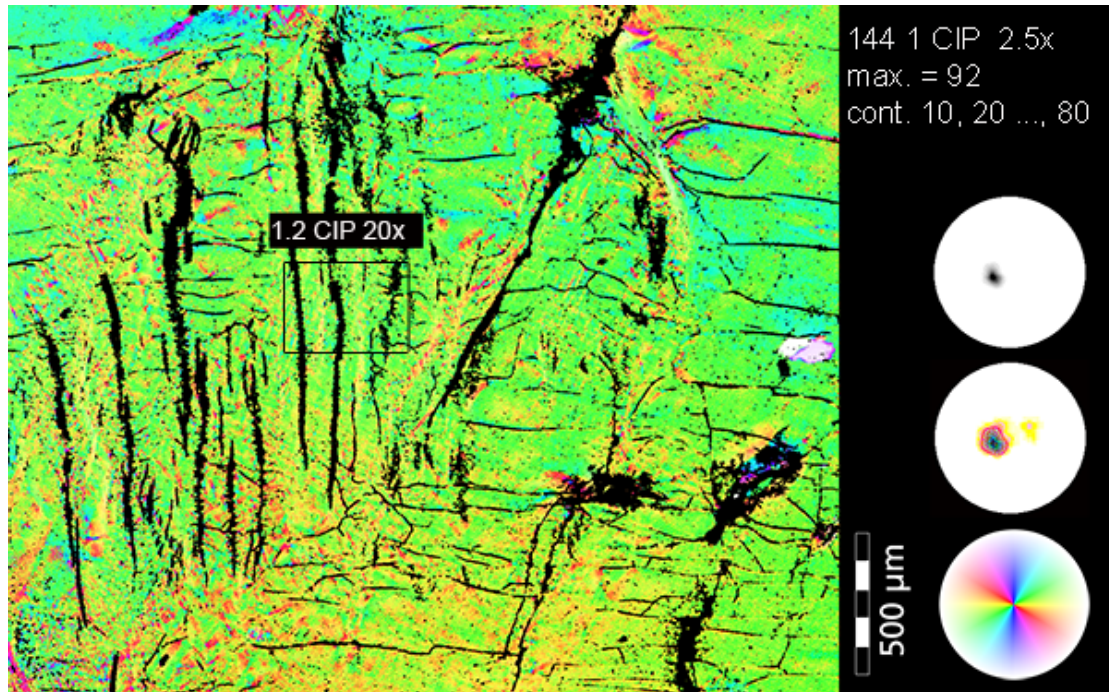
Angewandte Methoden: CIP, CL, EBSD, FTIR



a) Dünnschliff 144 ATH (gekreuzte Polarisatoren) b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel. c) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ε) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)).

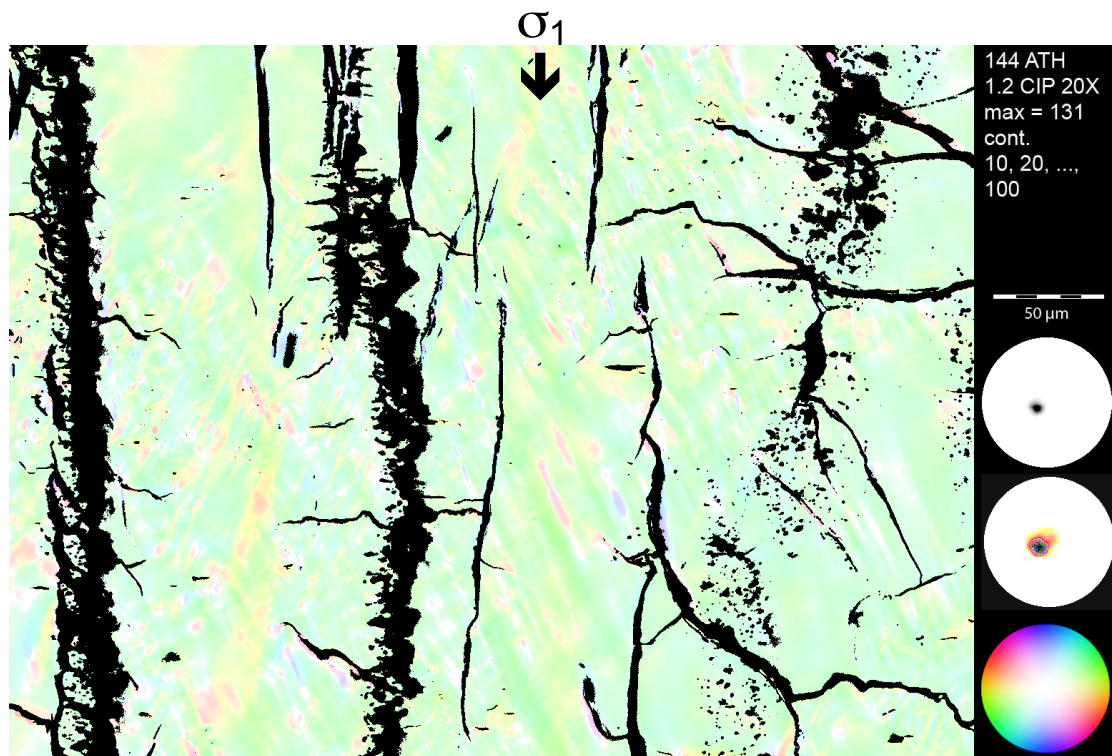
1) CIP

σ_1
↓



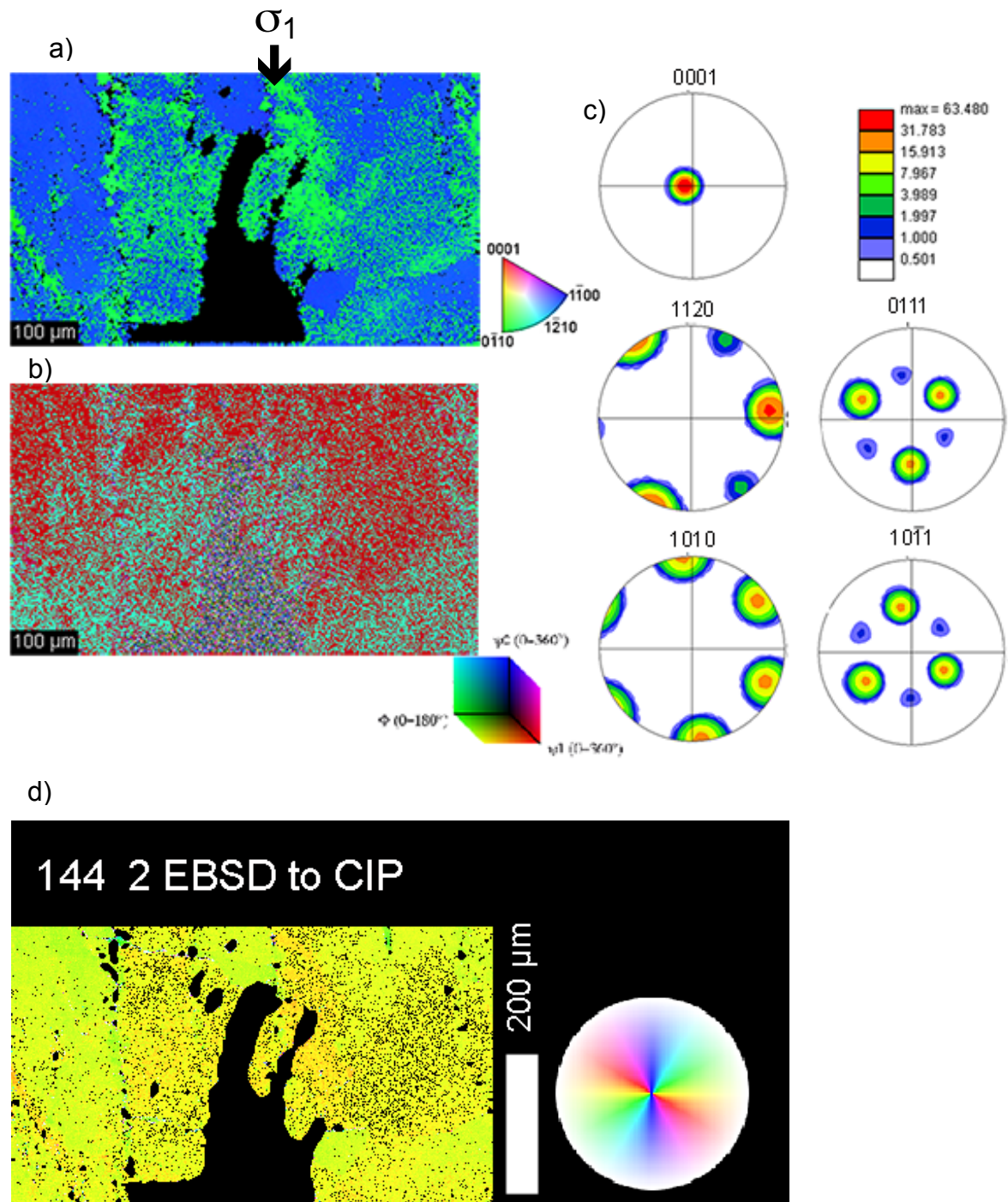
COI's 144 ATH mit [c]-Achsen-Polfiguren (oben Grauwerte, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI). Untere Abbildung mit CLUT speziell für diese Probe (INC 15°-15°-15°).

1.2 CIP)



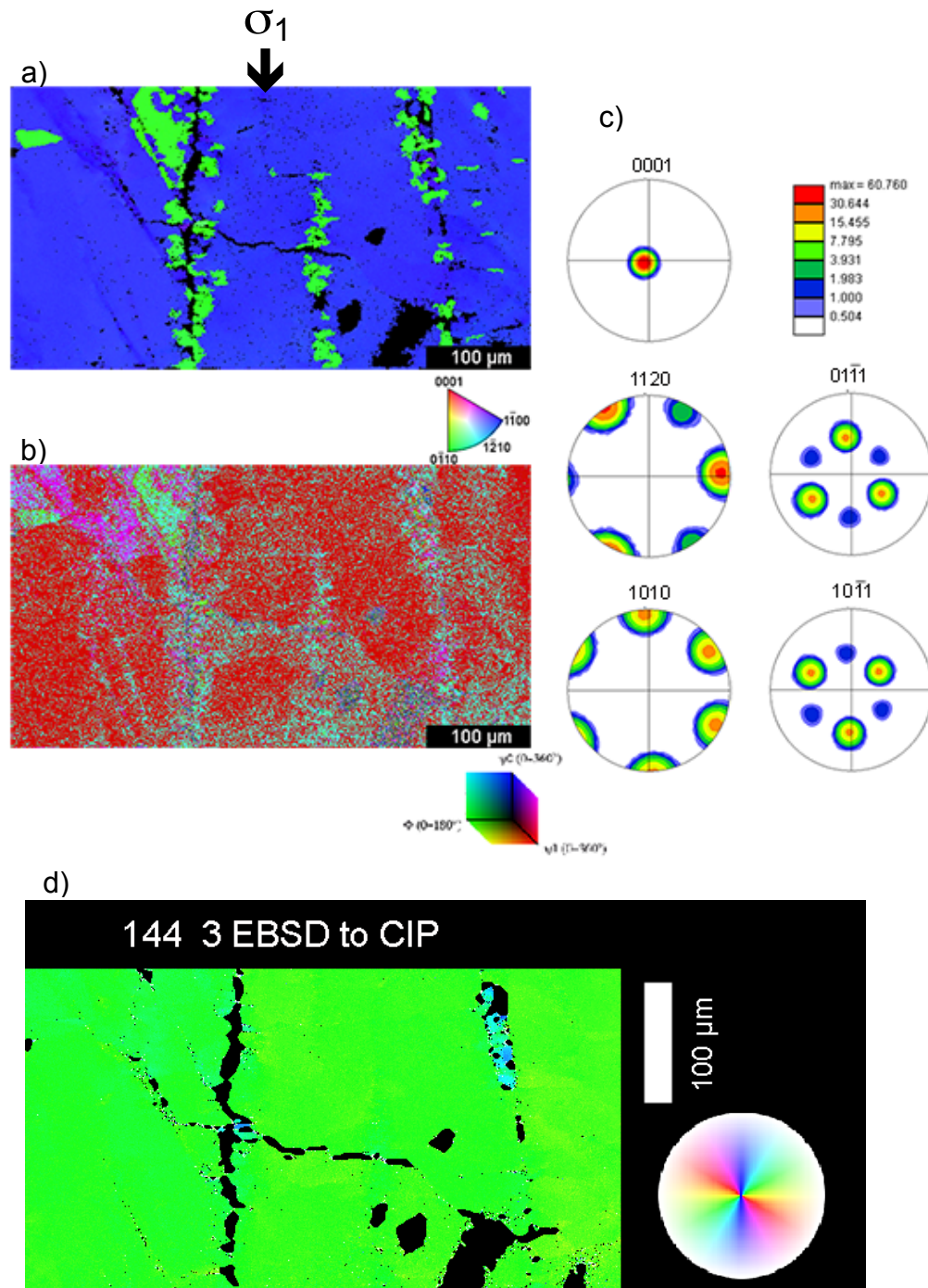
COI 144 ATH (Ausschnitt aus COI 1) mit [c]-Achsen-Polfiguren (oben Grauwerte, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI),

2) EBSD



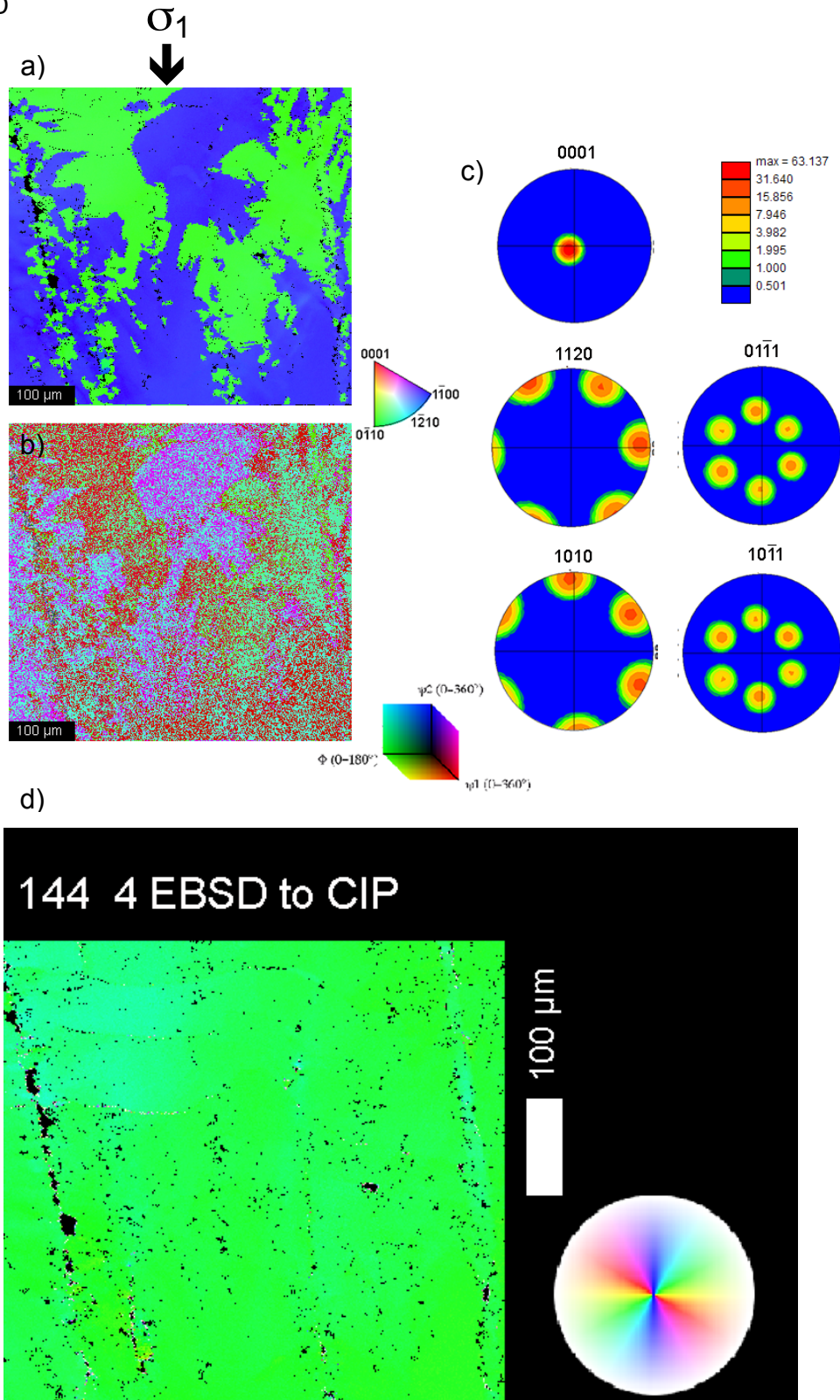
EBSD- Aufnahmen 144 ATH, a) Orientierungsbild eingefärbt entsprechend der IPF – CLUT, b) Euler RGB eingefärbt entsprechend Euler –CLUT, c) EBSD Polfiguren, d) COI und zugehörige CLUT gerechnet aus Euler RGB

3) EBSD



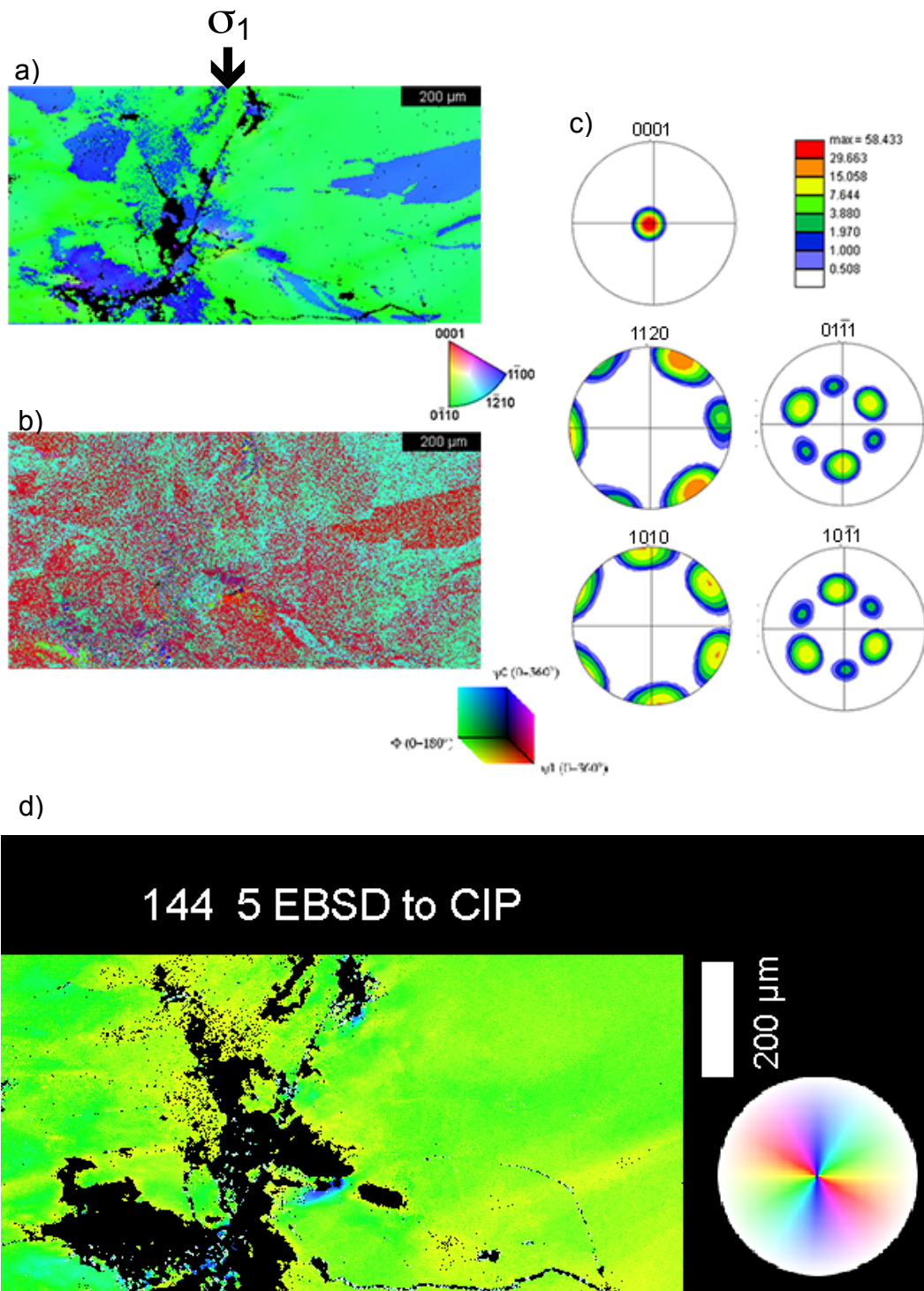
EBSD- Aufnahmen 144 ATH, a) Orientierungsbild eingefärbt entsprechend der IPF – CLUT, b) Euler RGB eingefärbt entsprechend Euler –CLUT, c) EBSD Polfiguren, d) COI und zugehörige CLUT gerechnet aus Euler RGB.

4) EBSD



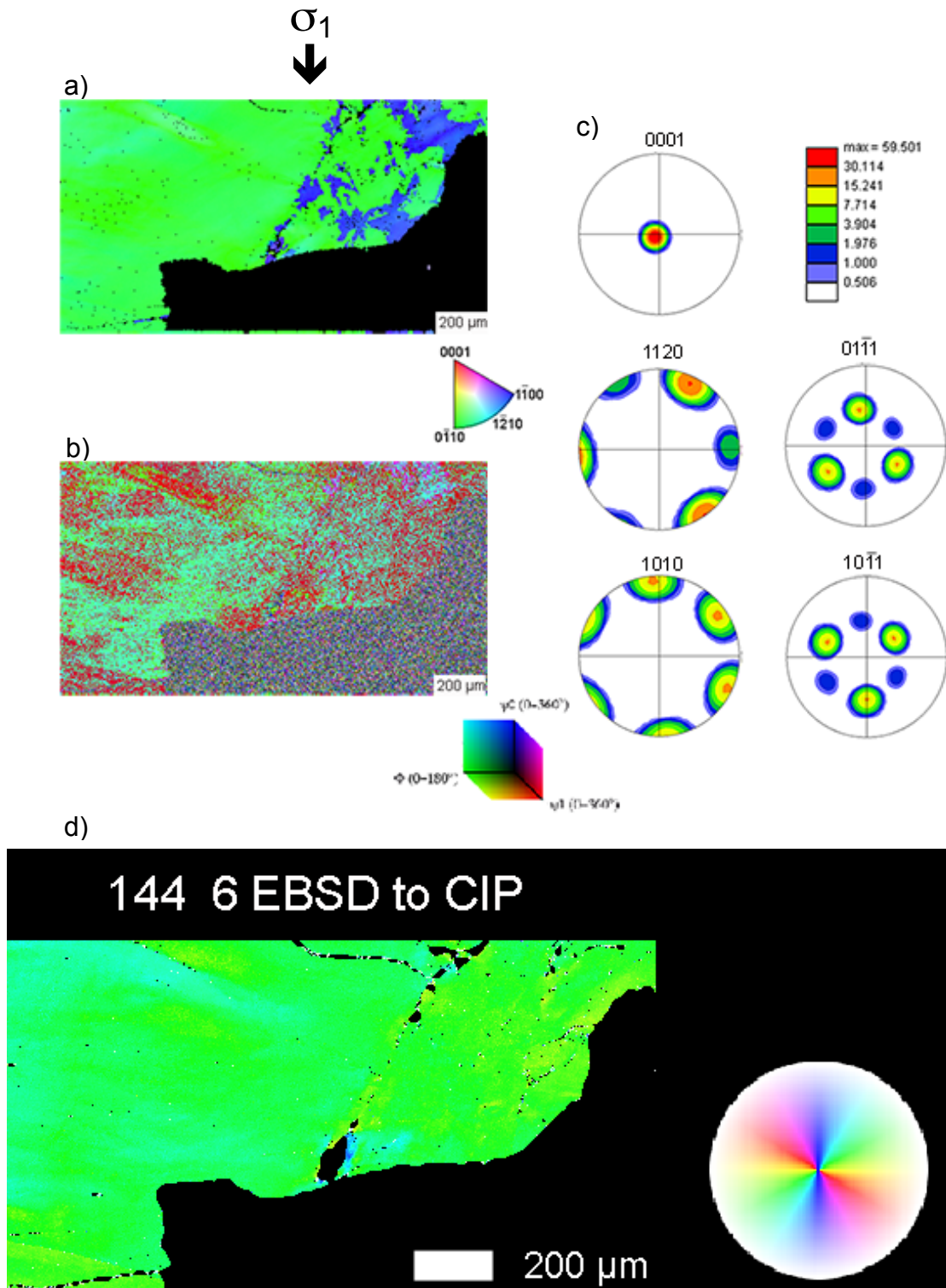
EBSD- Aufnahmen 144 ATH, a) Orientierungsbild eingefärbt entsprechend der IPF – CLUT, b) Euler RGB eingefärbt entsprechend Euler –CLUT, c) EBSD Polfiguren, d) COI und zugehörige CLUT gerechnet aus Euler RGB.

5) EBSD



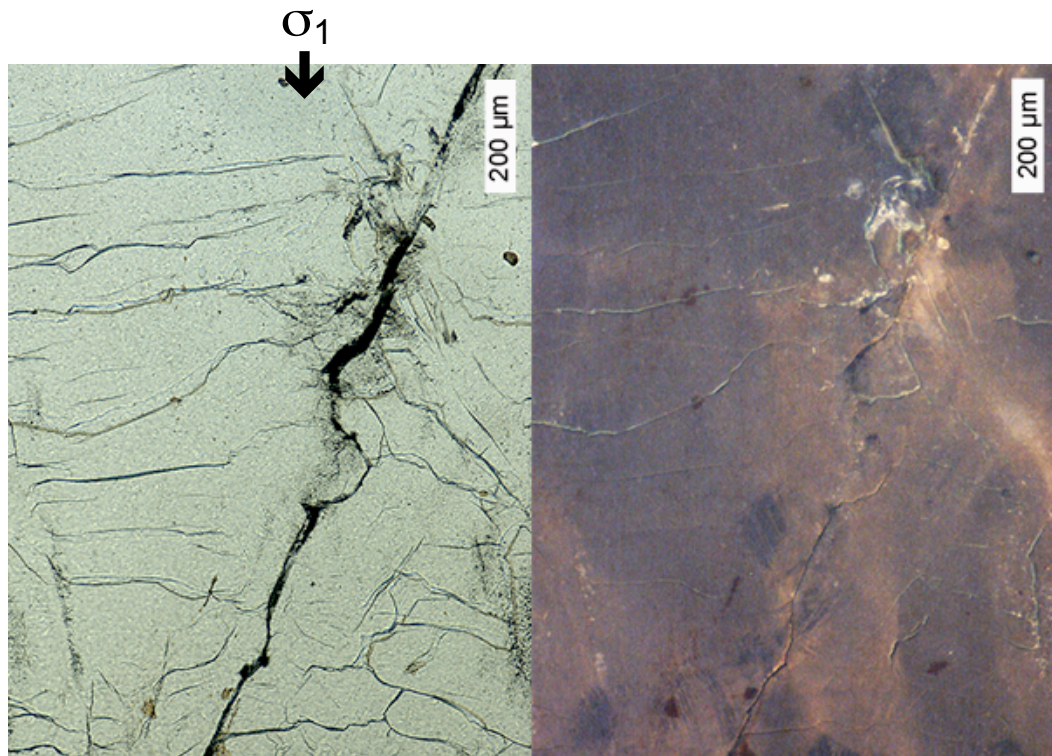
EBSD- Aufnahmen 144 ATH, a) Orientierungsbild eingefärbt entsprechend der IPF – CLUT, b) Euler RGB eingefärbt entsprechend Euler –CLUT, c) EBSD Polfiguren, d) COI und zugehörige CLUT gerechnet aus Euler RGB.

6) EBSD



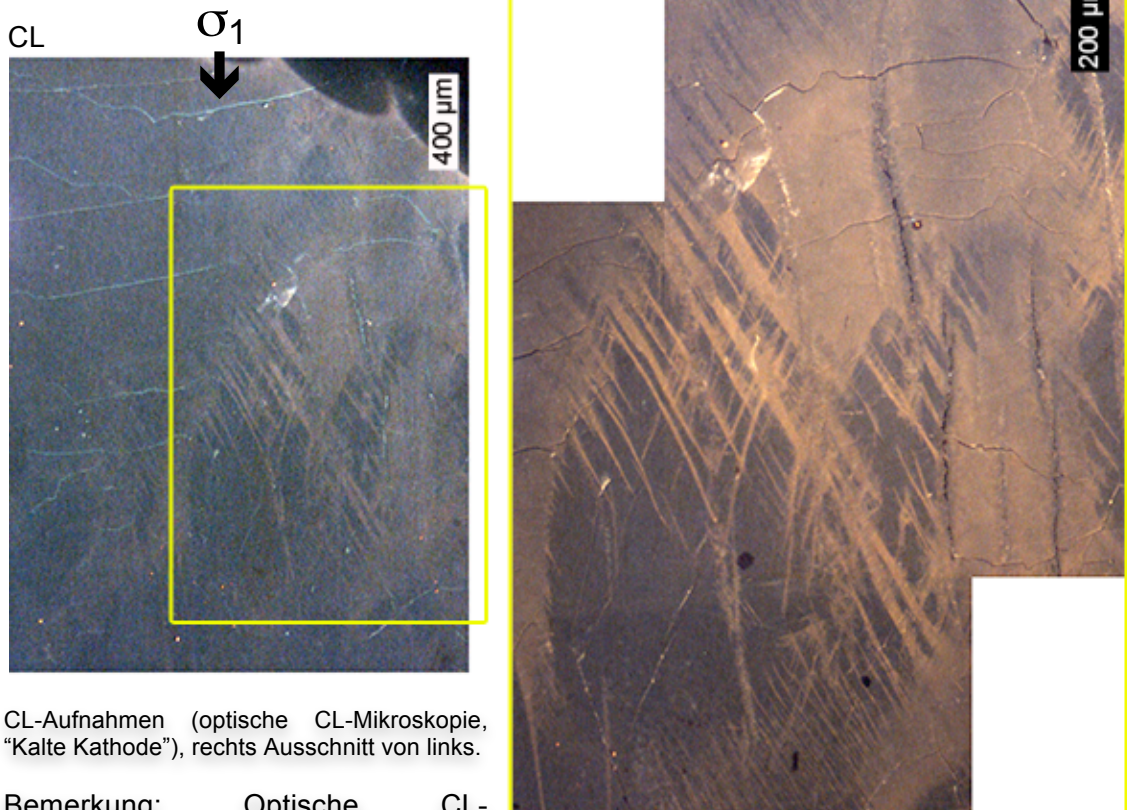
EBSD- Aufnahmen 144 ATH, a) Orientierungsbild eingefärbt entsprechend der IPF – CLUT, b) Euler RGB eingefärbt entsprechend Euler –CLUT, c) EBSD Polfiguren, d) COI und zugehörige CLUT gerechnet aus Euler RGB

7) CL



CL-Aufnahme (optische CL-Mikroskopie, "Kalte Kathode"), links einfach polarisiertes Licht.

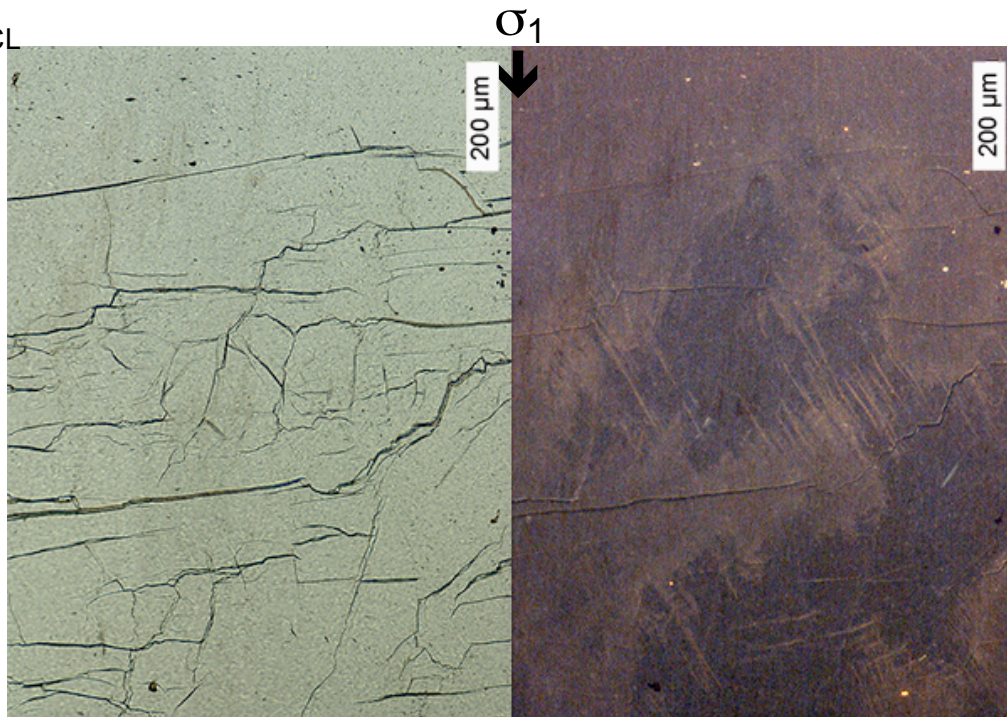
8) CL



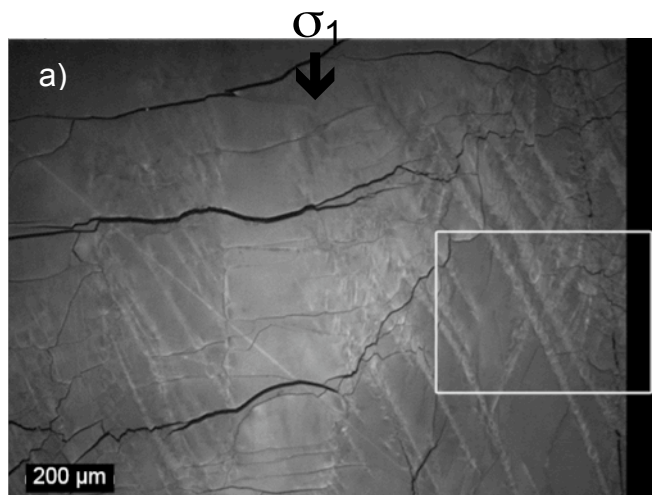
CL-Aufnahmen (optische CL-Mikroskopie, "Kalte Kathode"), rechts Ausschnitt von links.

Bemerkung: Optische CL-Aufnahmen wurden lediglich als Test durchgeführt um sicher zugehen, dass das Material eine Lumineszenz aufweist.

9) CL

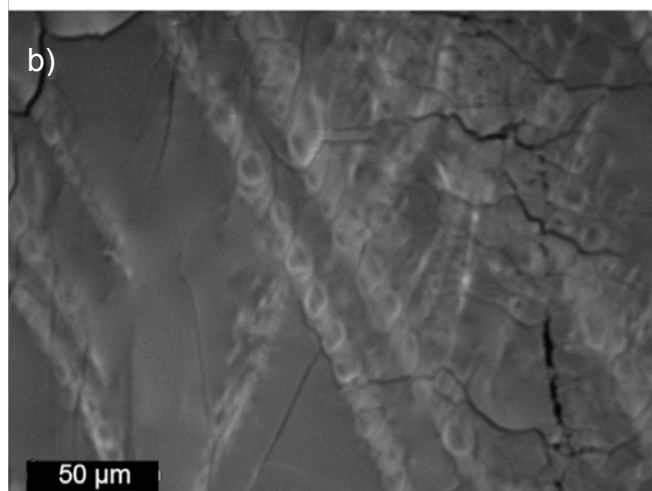


CL-Aufnahme 144 ATH (optische CL-Mikroskopie, "Kalte Kathode"), links einfach polarisiertes Licht.



10) CL

SEM CL-Aufnahme 144 ATH b) = Ausschnitt aus a).

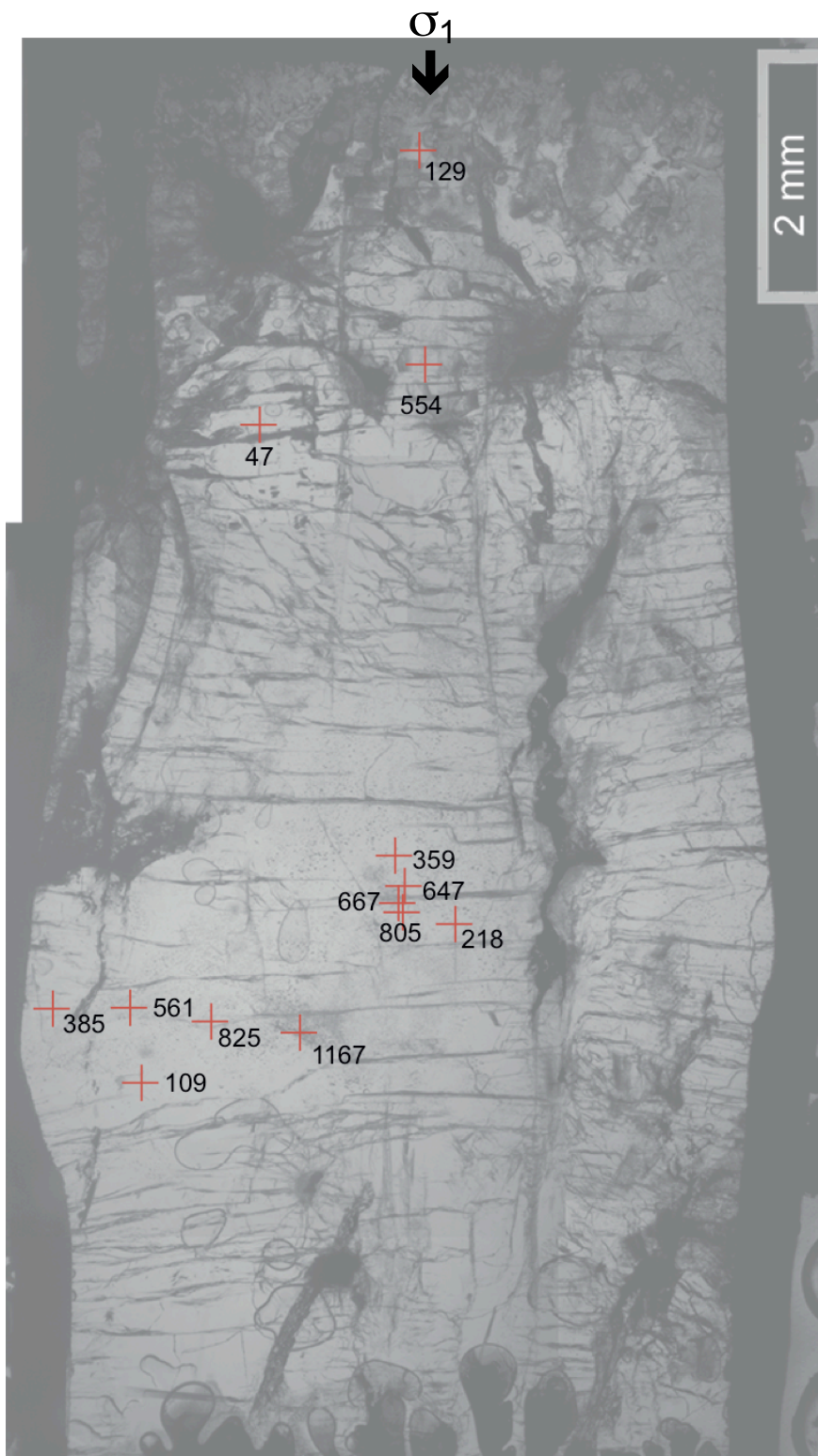


11) CL

σ_1
↓



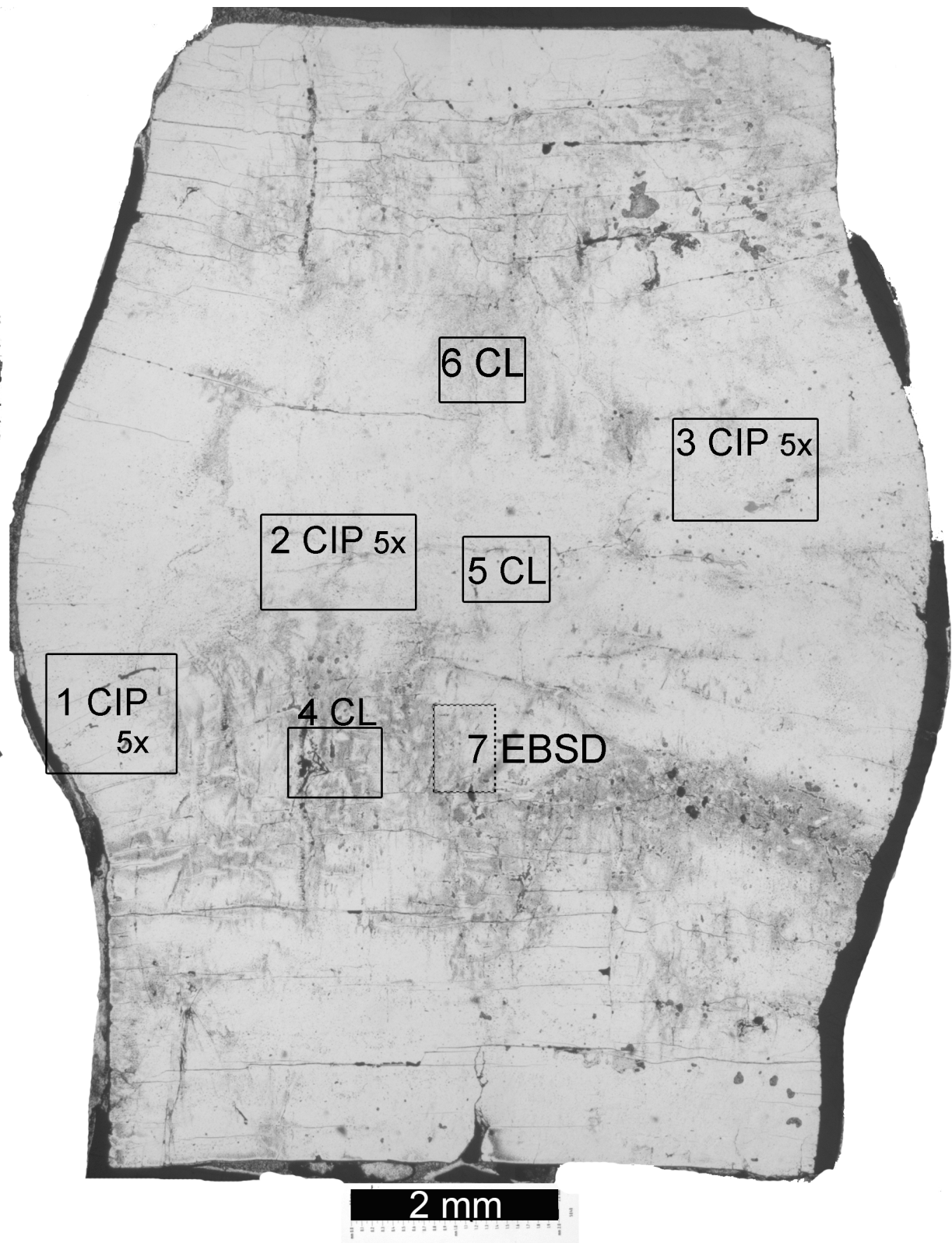
SEM-CL Aufnahme 144 ATH.



Dickschliff 144 ATH mit FTIR Messpunkten (rote Kreuze) und entsprechenden Werten der Wassergehaltberechnungen in $\text{H}/10^6\text{Si}$.

Bemerkung: Diese mikroskopische Aufnahme erfolgte als sich der Dickschliff noch auf dem Objektträger befand. Für die FTIR- Messungen wurde dieser abgelöst.

146 ATH



146 ATH

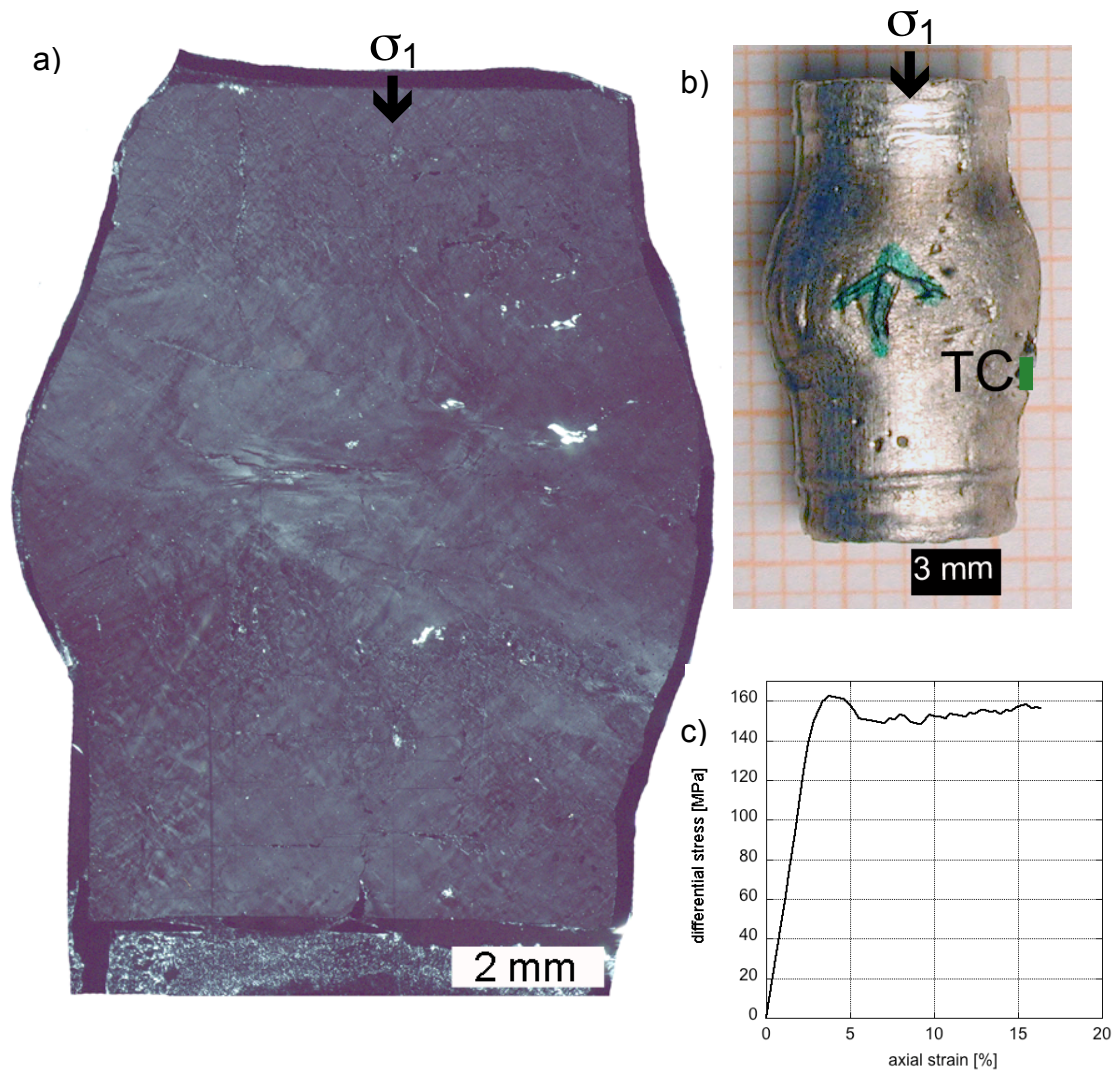
Orientierung: $\perp m$

$T = 900^\circ\text{C}$, $P_c = 1000 \text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 8.5 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$

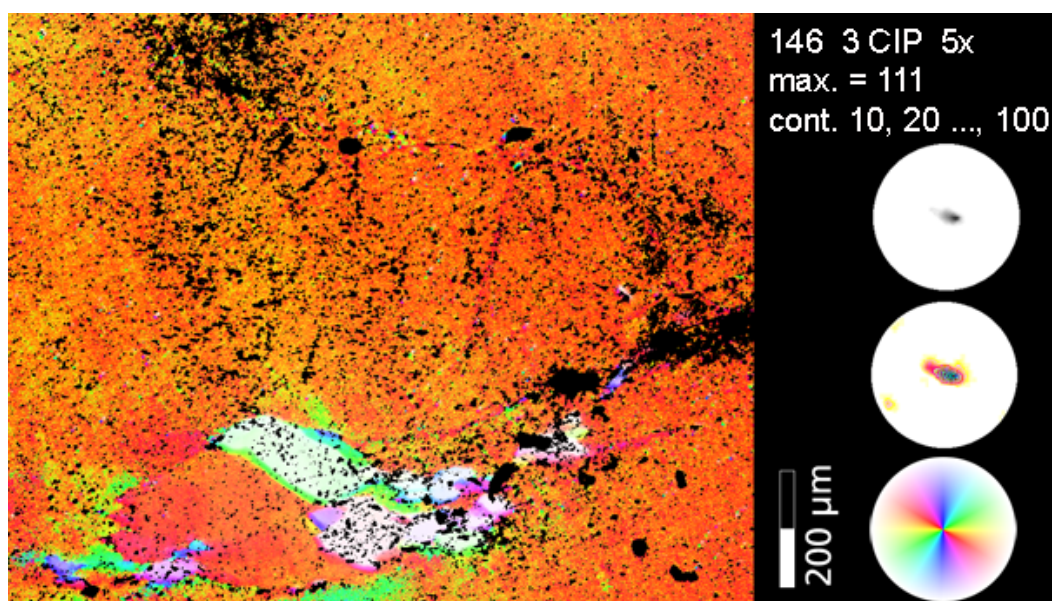
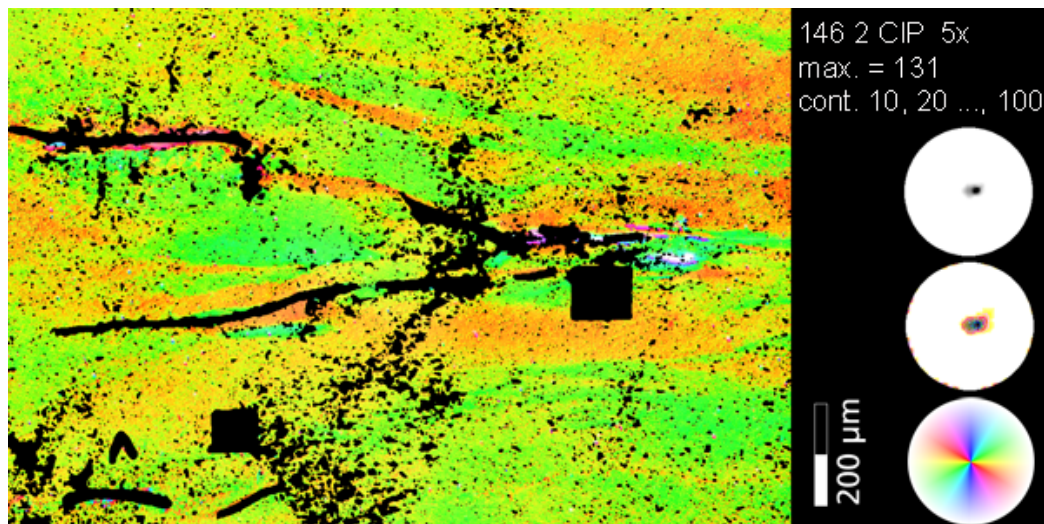
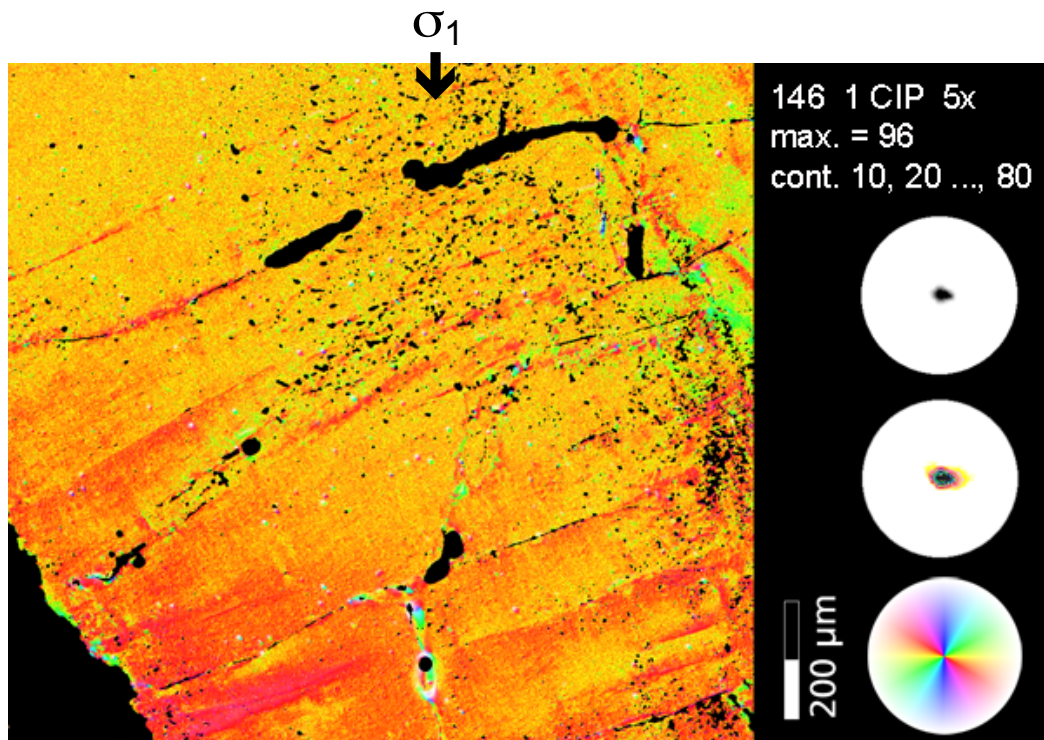
Strain: 16.4%

Bemerkung: zusätzliches TC an der Grundplatte (baseplate)

Angewandte Methoden: CIP, CL, EBSD



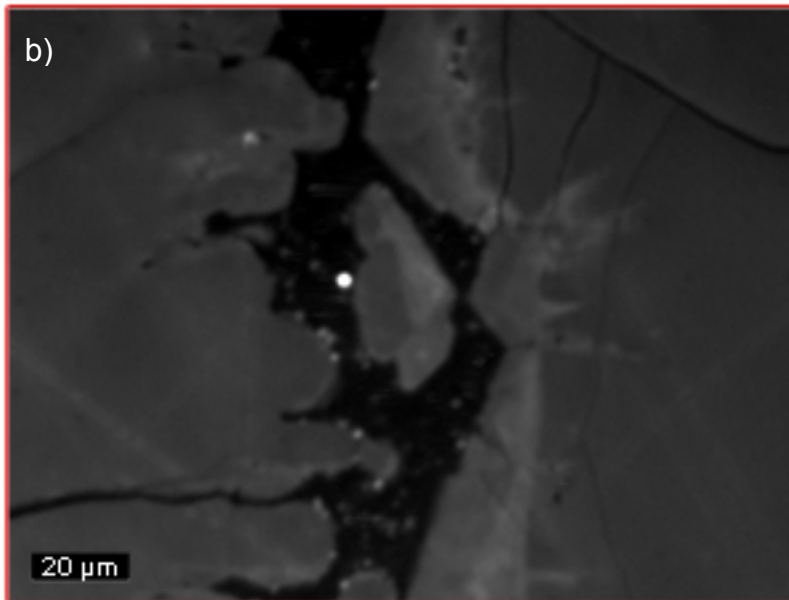
a) Dünnschliff 146 ATH (gekreuzte Polarisatoren). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel. c) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)).



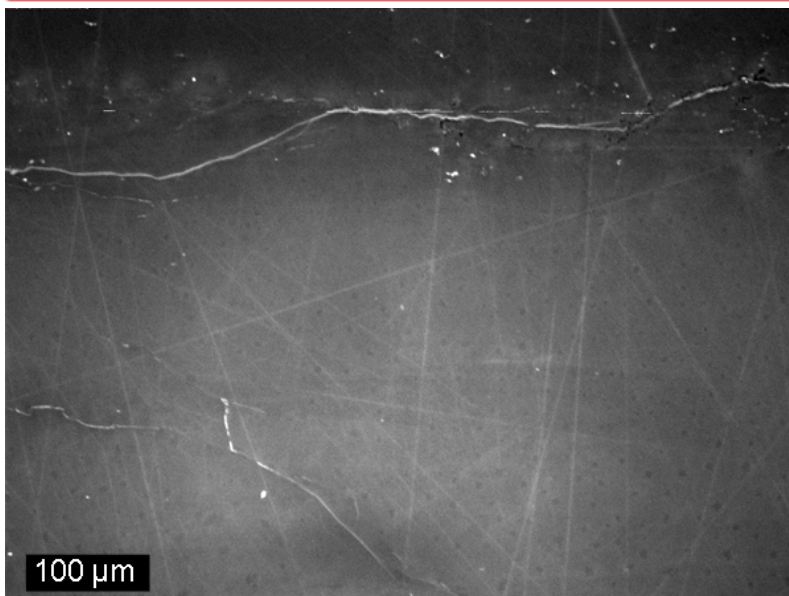
COI's 146 ATH mit [c]-Achsen-Polfiguren (oben Grauwerte, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI).

σ_1
↓

4) CL



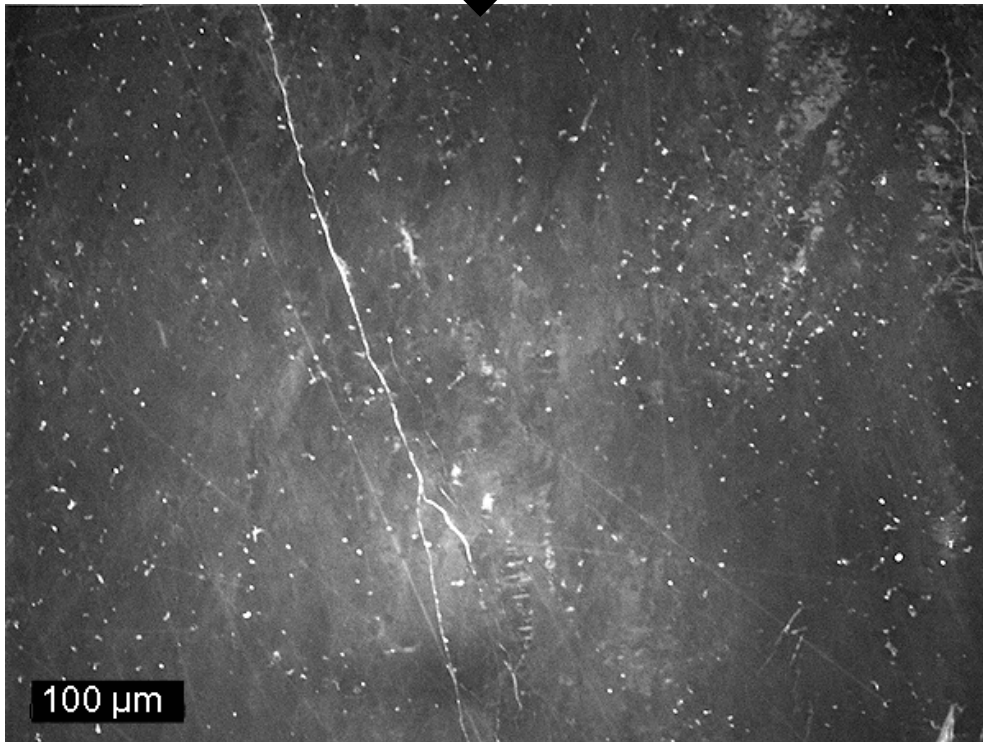
5) CL



SEM-CL Aufnahmen 146 ATH 4) b) = Ausschnitt aus a (rotes Rechteck).

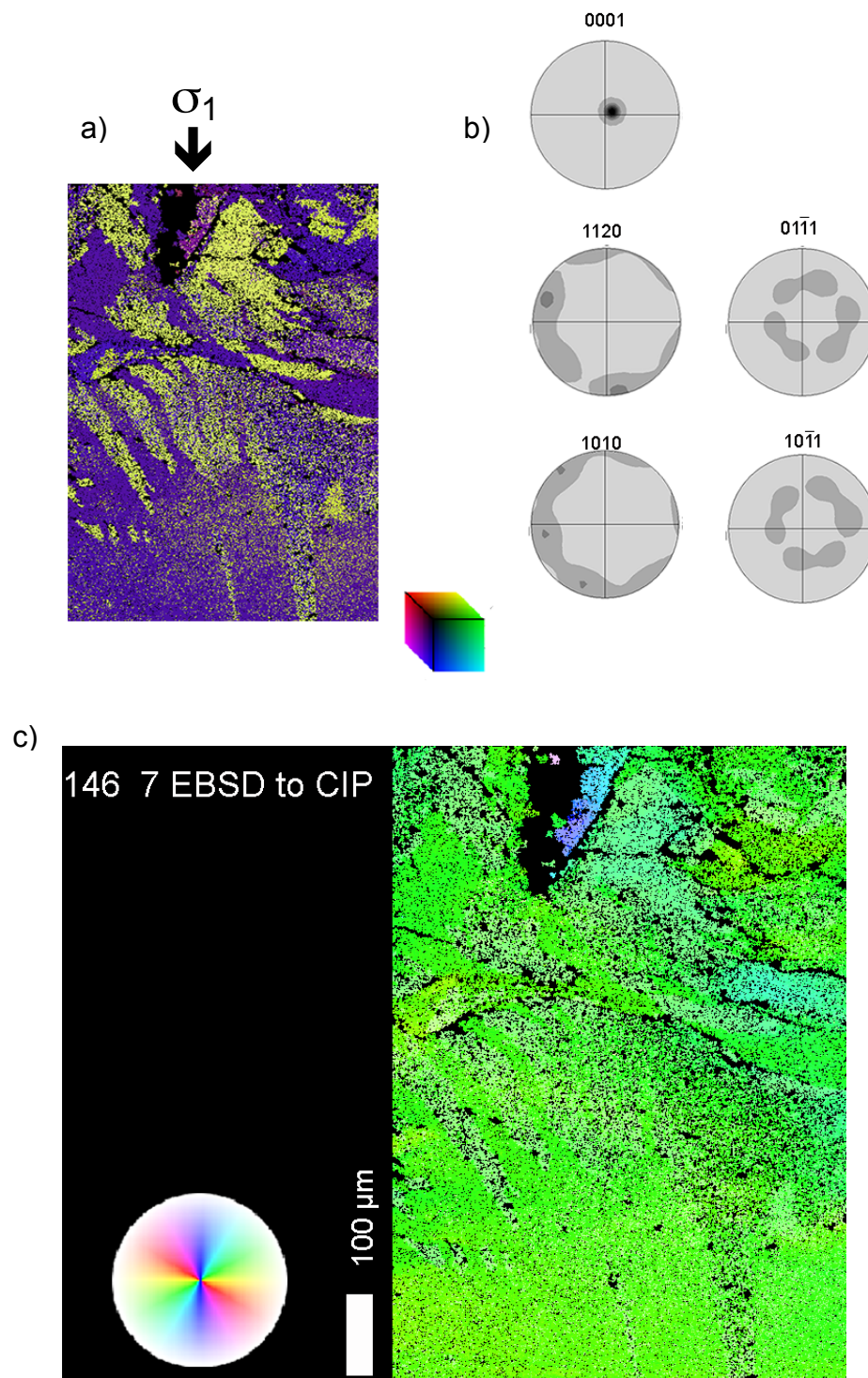
6) CL

σ_1
↓



SEM-CL Aufnahme 146 ATH.

7) EBSD



EBSD- Aufnahmen 144 ATH, a) Euler RGB eingefärbt entsprechend Euler – CLUT, b) EBSD Polfiguren, c) COI und zugehörige CLUT gerechnet aus Euler RGB

Bemerkung: Da die EBSD Aufnahme nicht am gleichen Dünnschliff wie die übrigen Aufnahmen gemacht wurde, konnte die Stelle nicht zu 100% rekonstruiert werden. Außerdem wurden abweichende Einstellungen verwendet, welche jedoch nicht notiert wurden (Testaufnahmen).

151 ATH



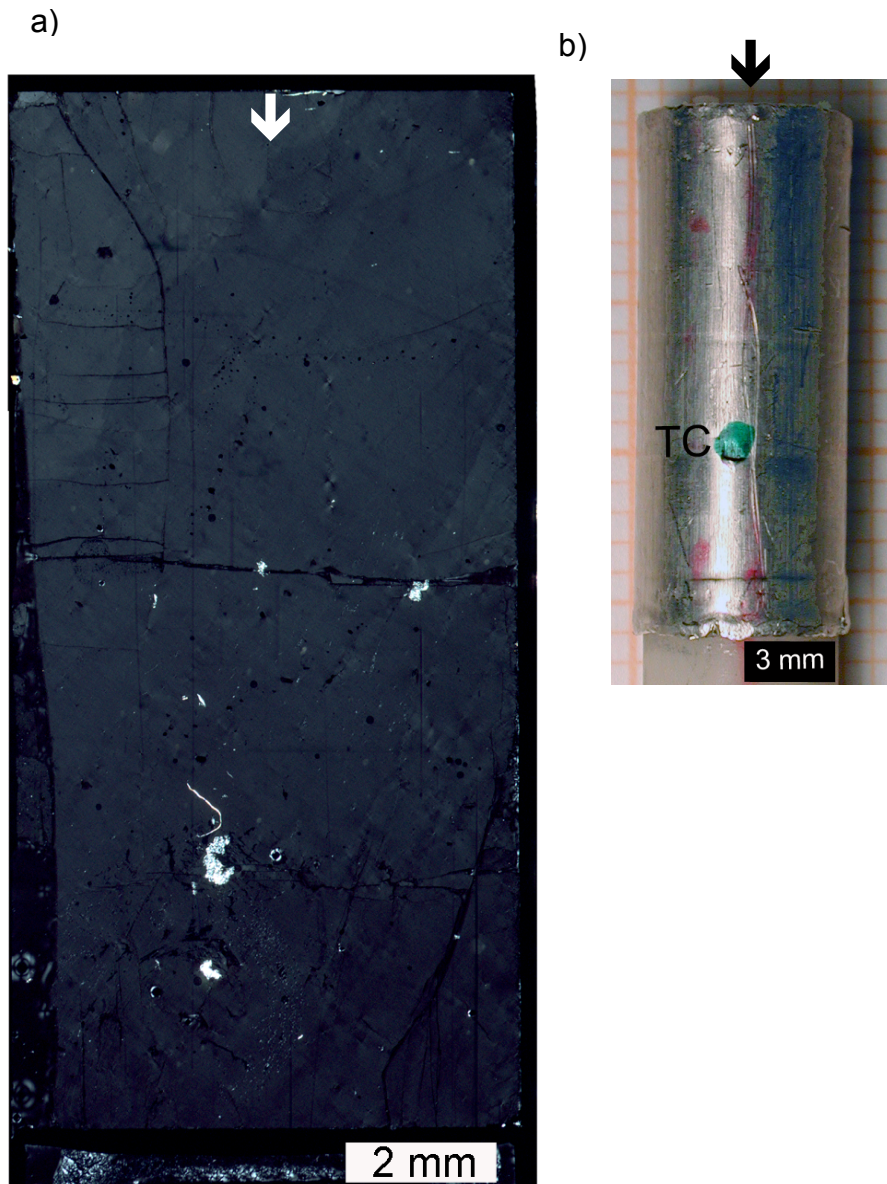
151 ATH

Orientierung: $\perp m$

$T = 280^{\circ}\text{C}$, $P_c = 250 \text{ MPa}$

Bemerkung: TC gebrochen (failed)

Angewandte Methoden: FTIR (nur zwei Testmessungen, vgl. Appendix B)



a) Dünnschliff 151 ATH (gekreuzte Polarisatoren). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel.



152 ATH

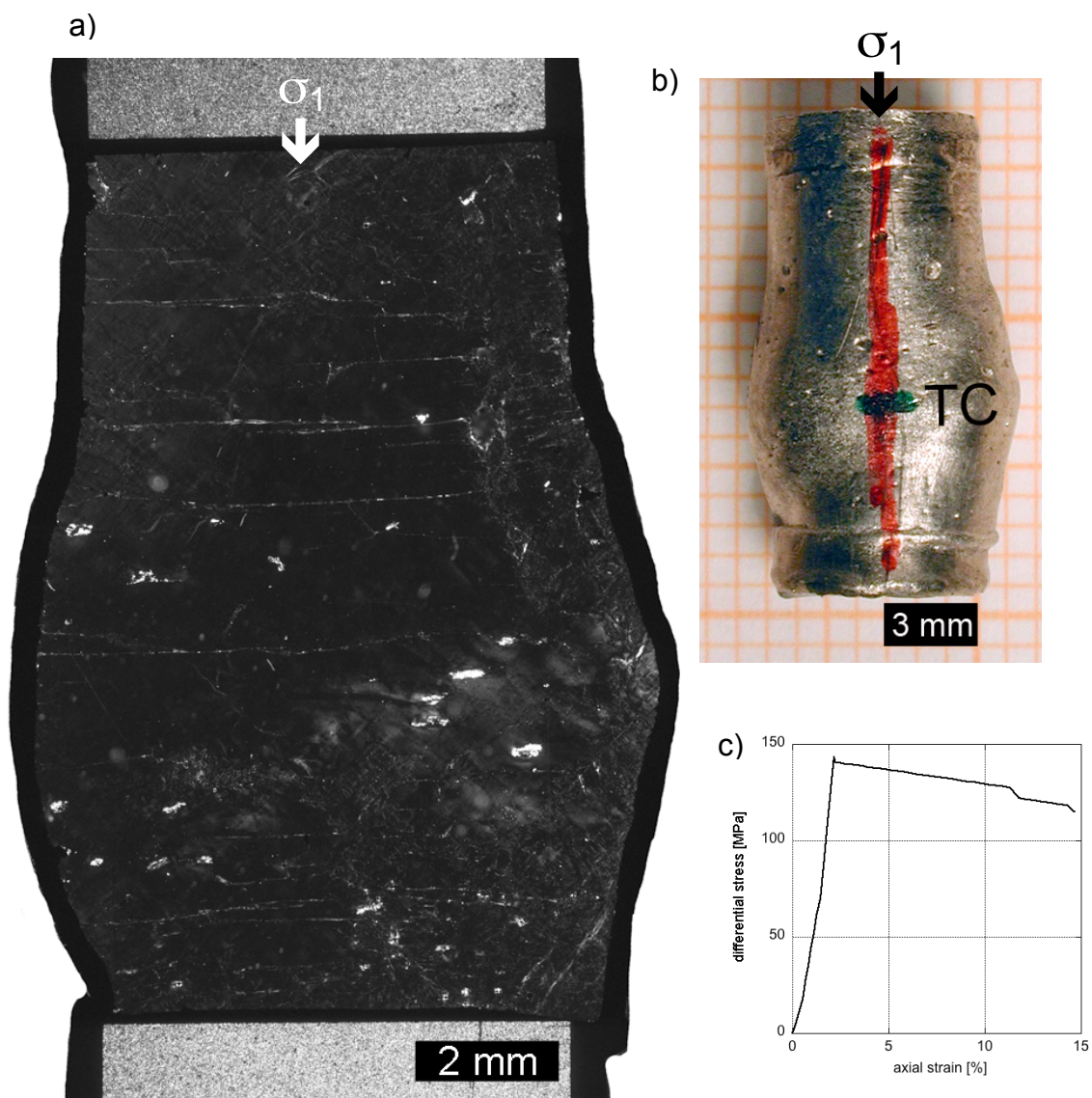
Orientierung: $\perp m$

$T = 900^\circ\text{C}$, $P_c = 1000 \text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 1.76 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

Strain: 14.7%

Bemerkung: constant load experiment

Angewandte Methoden: FTIR (Dickschliff zerbrochen, Testmessungen, vgl. Appendix B)



a) Dünnschliff 152 ATH (gekreuzte Polarisatoren). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel. c) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)).



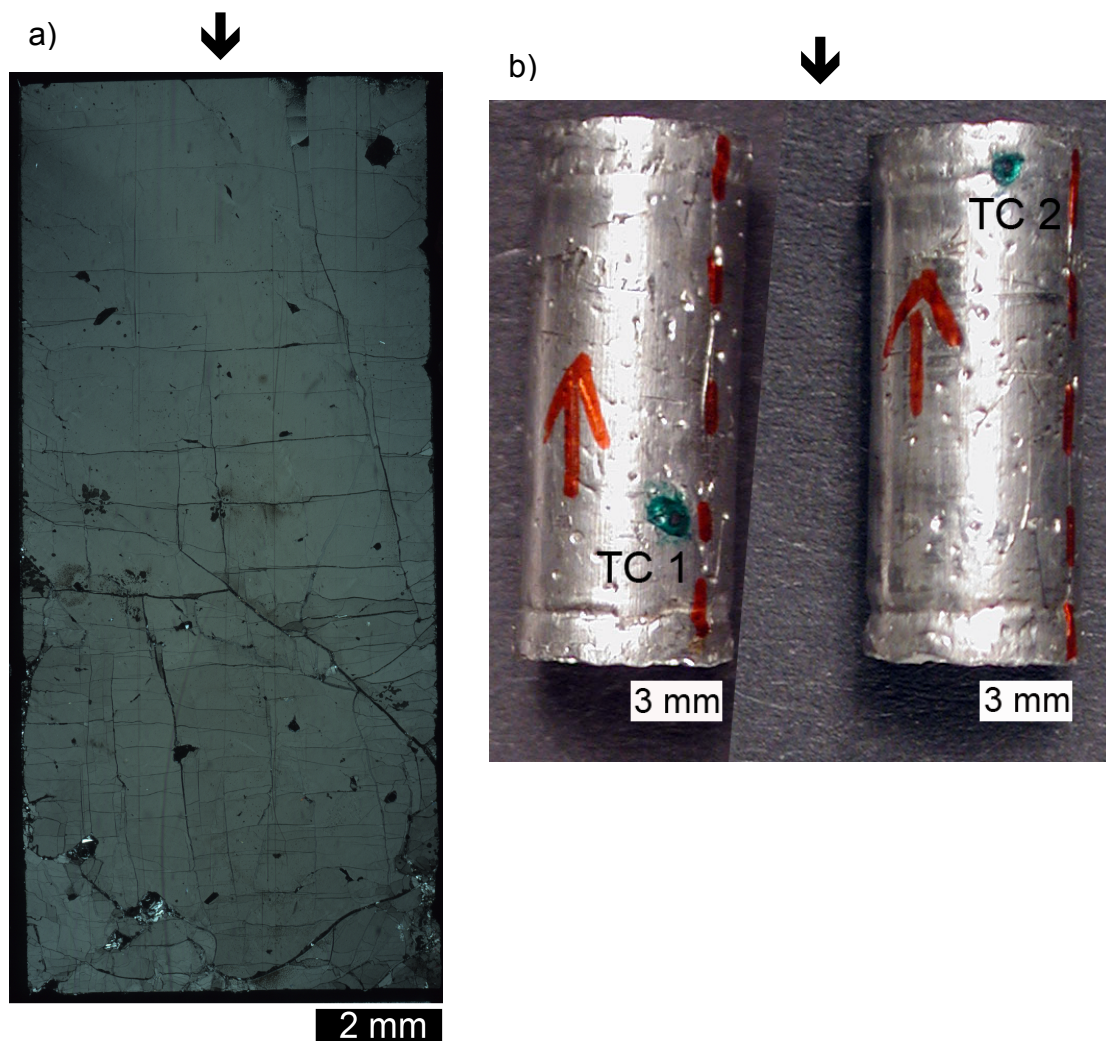
157 ATH

Orientierung: $\perp m$

$T = 500^{\circ}\text{C}$, $P_c = 630 \text{ MPa}$

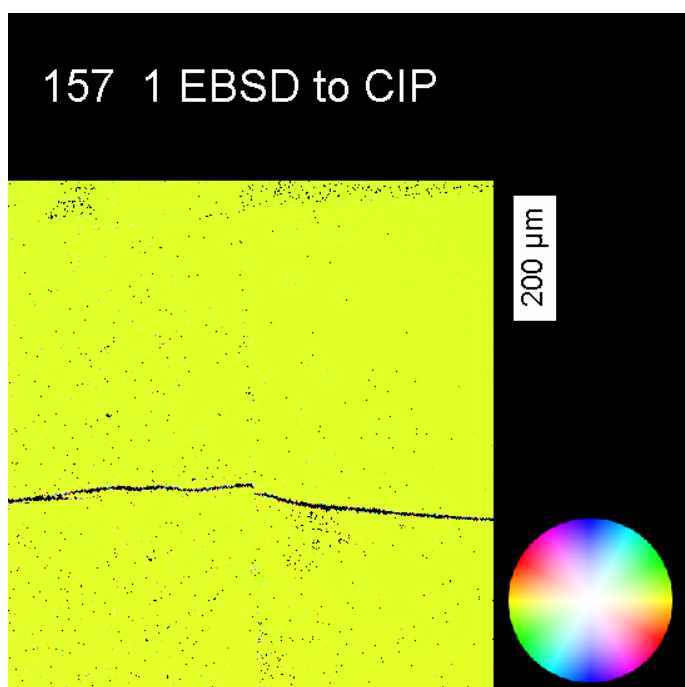
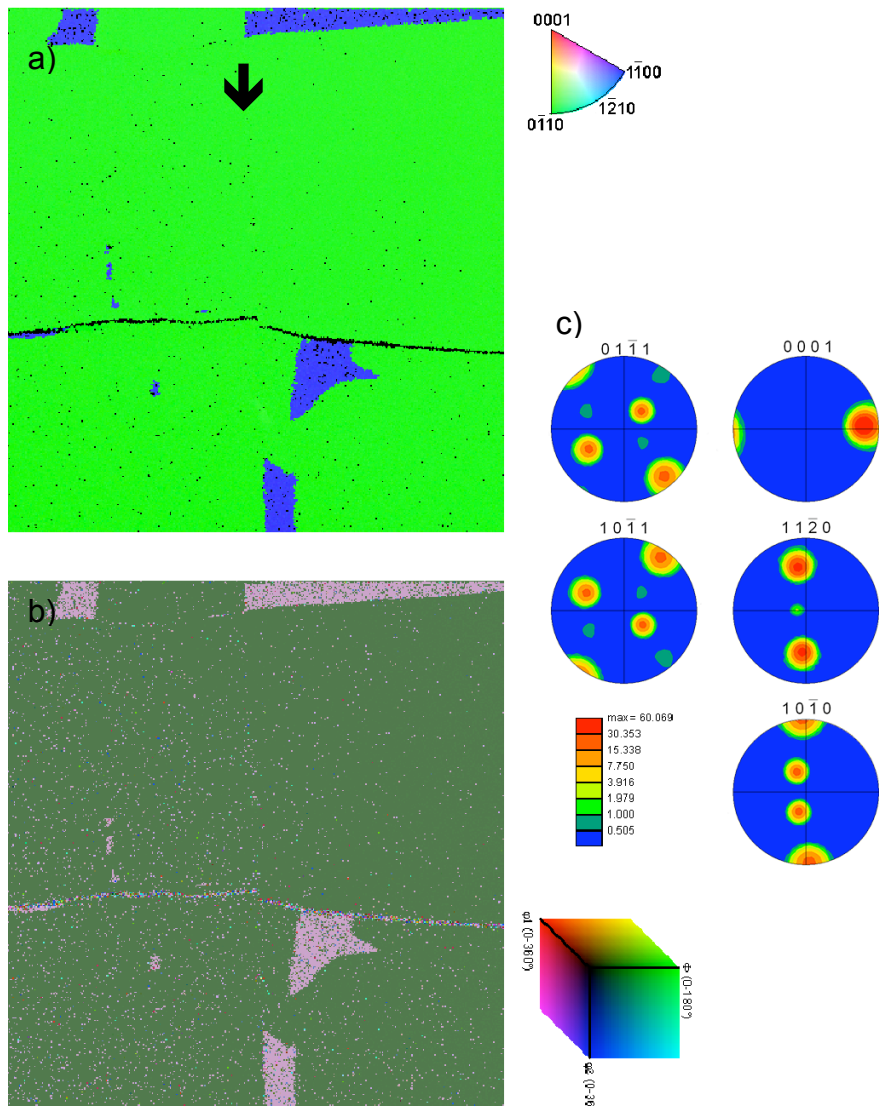
Bemerkung: zwei Thermoelemente – Mitte der Probe (TC1), oberes Ende der Probe (TC2), TC1 hat versagt (failed)

Angewandte Methoden: EBSD



a) Dünnschliff 157 ATH (gekreuzten Polarisatoren). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel

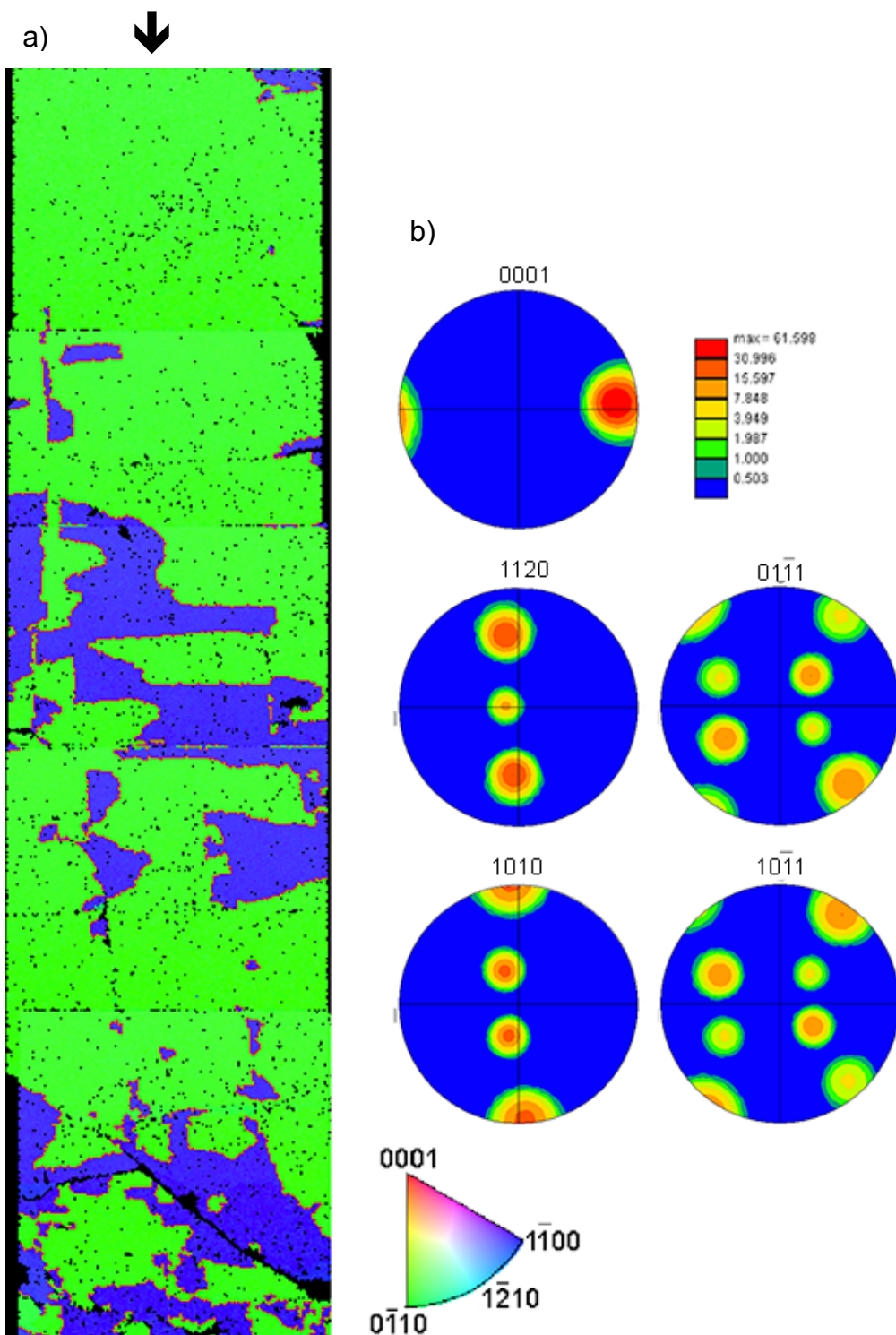
1) EBSD



d)

EBSD- Aufnahmen 157
ATH, a) Orientierungsbild
eingefärbt entsprechend
der IPF – CLUT,
b) Euler RGB eingefärbt
entsprechend Euler –
CLUT, c) EBSD
Polfiguren, d) COI und
zugehörige CLUT
gerechnet aus Euler
RGB.

2) EBSD



EBSD- Aufnahmen 157 ATH, a) Orientierungsbild eingefärbt entsprechend der IPF – CLUT, b) EBSD Polfiguren.



168 ATH

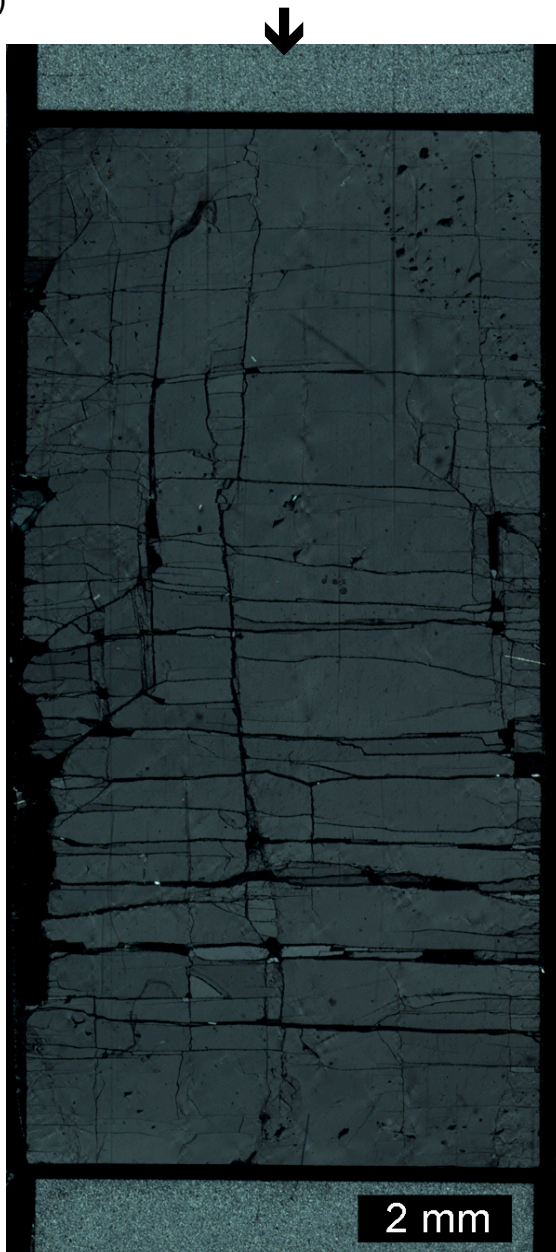
Orientierung: $\perp m$

$T = 750^{\circ}\text{C}$, $P_c = 1100 \text{ MPa}$

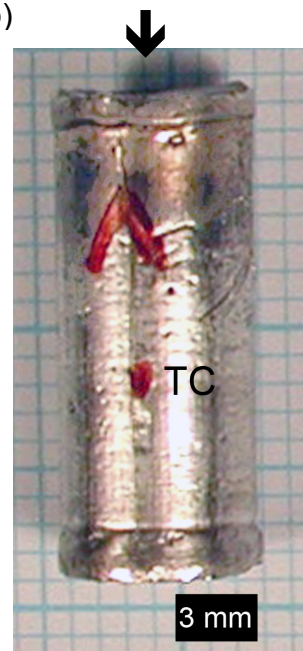
Bemerkung: starke Temperaturschwankungen (failed)

Angewandte Methoden: CIP, FTIR (Testmessungen von H. Behrens, vgl. Appendix)

a)



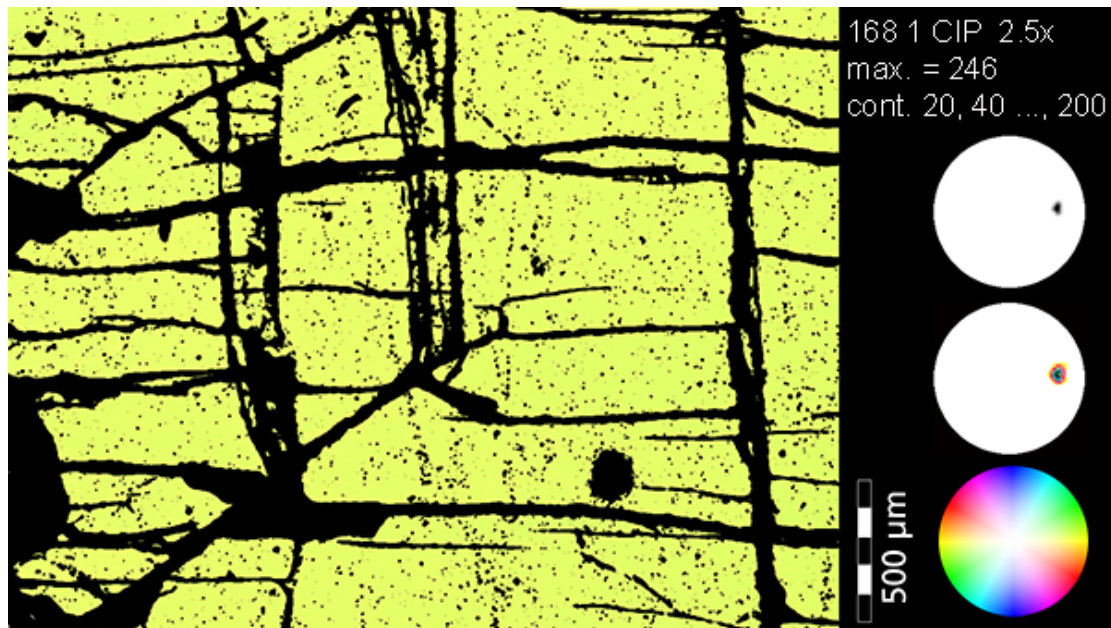
b)



a) Dünnschliff 168 ATH (gekreuzte Polarisatoren) b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel.

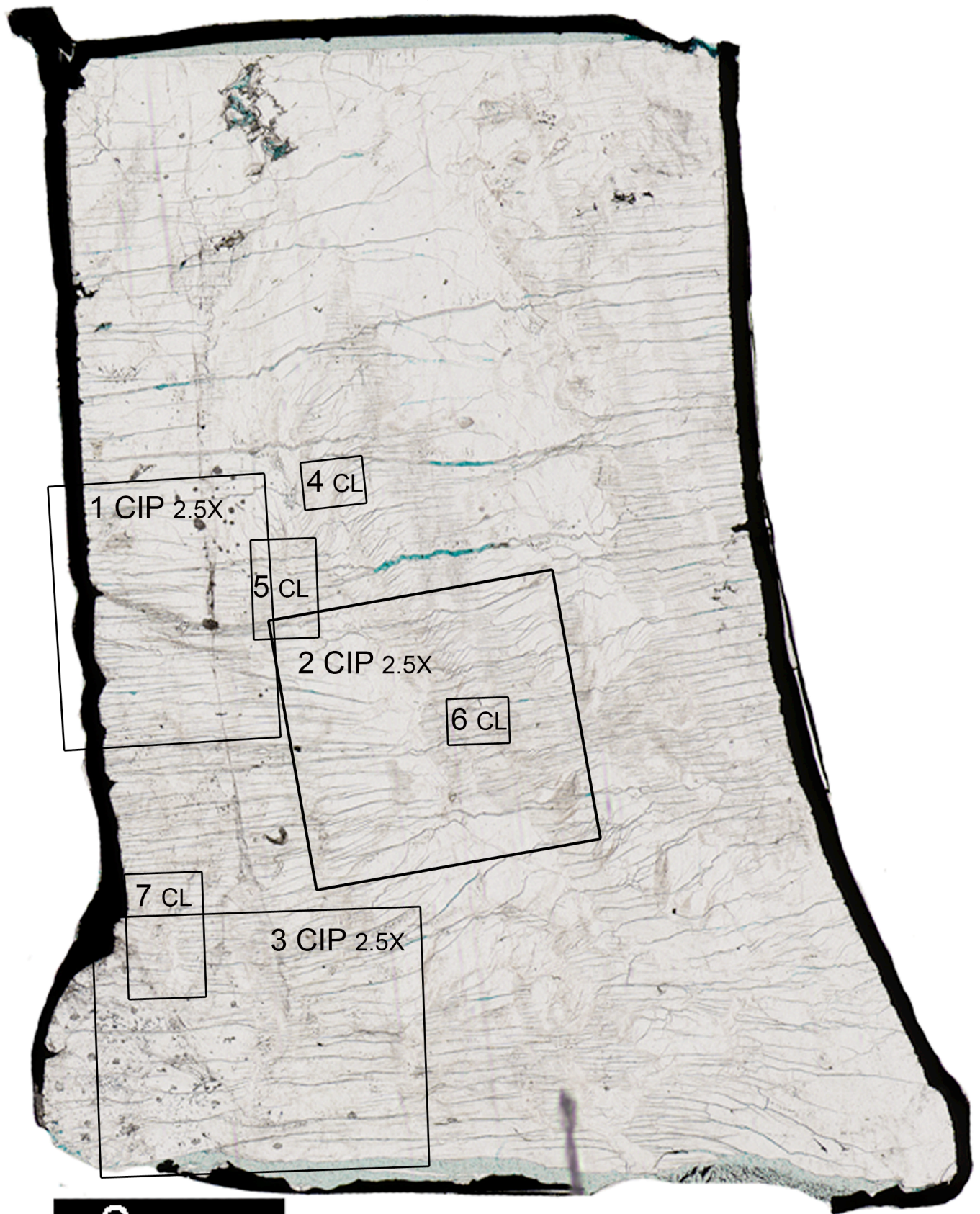
1) CIP

σ_1
↓



COI 168 ATH mit [c]-Achsen-Polfiguren (oben Grauwerte, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI).

169 ATH



169 ATH

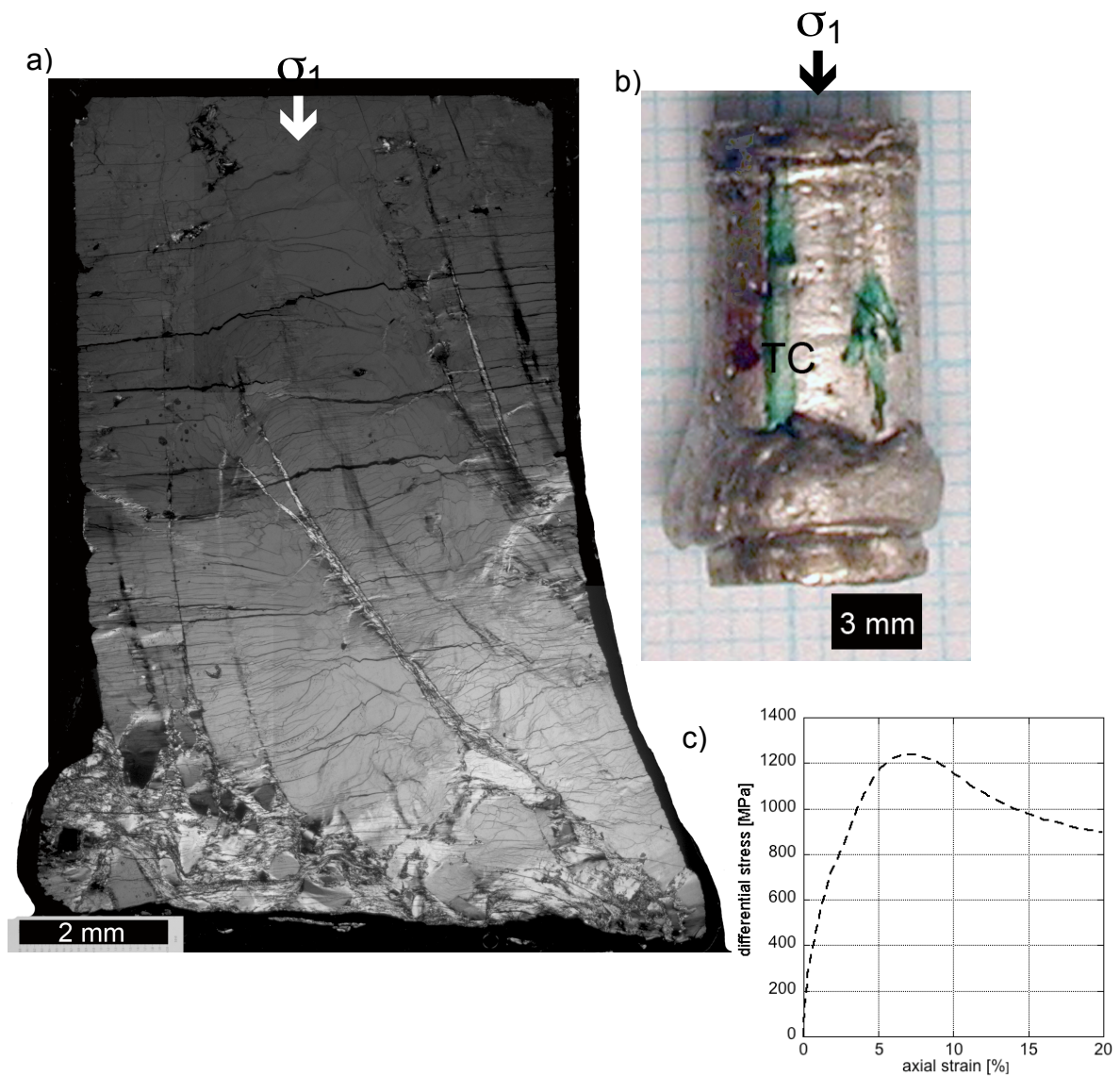
Orientierung: $\perp m$

$T = 700^\circ\text{C}$, $P_c = 1448 \text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 1.18 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

Strain: 19.9% mit rigC4, 13,81% vom Dünnschliff

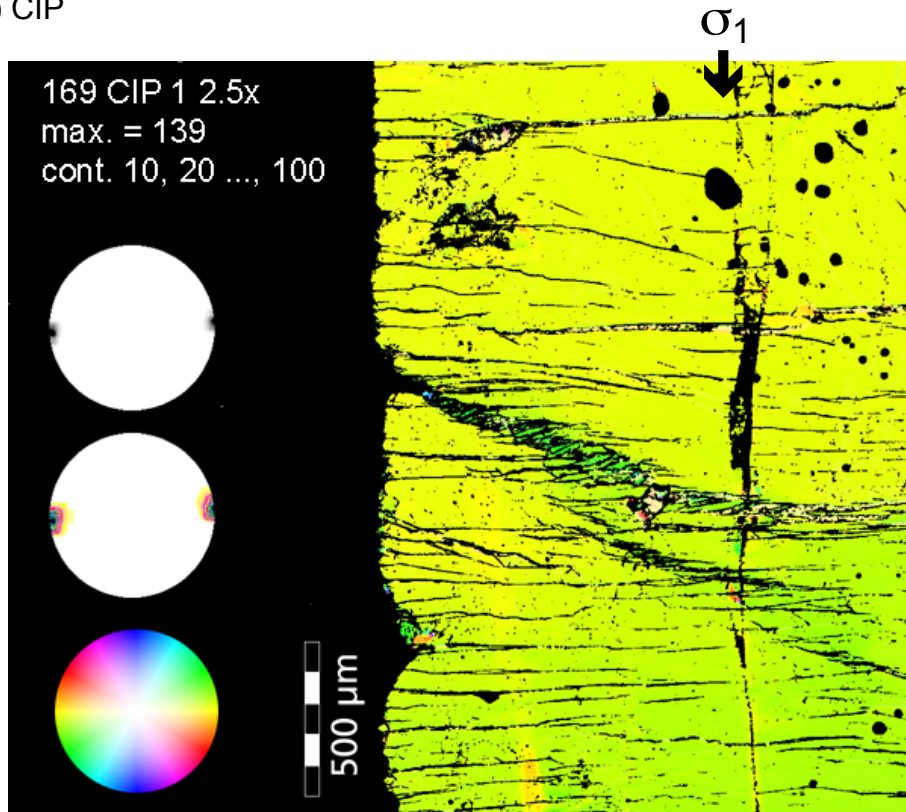
Bemerkung: kein definierter hit point

Angewandte Methoden: CIP, CL, FTIR (Epoxy verwendet, keine Bestimmung der Wassergehalt, lediglich Testmessungen \rightarrow Spektrenform)

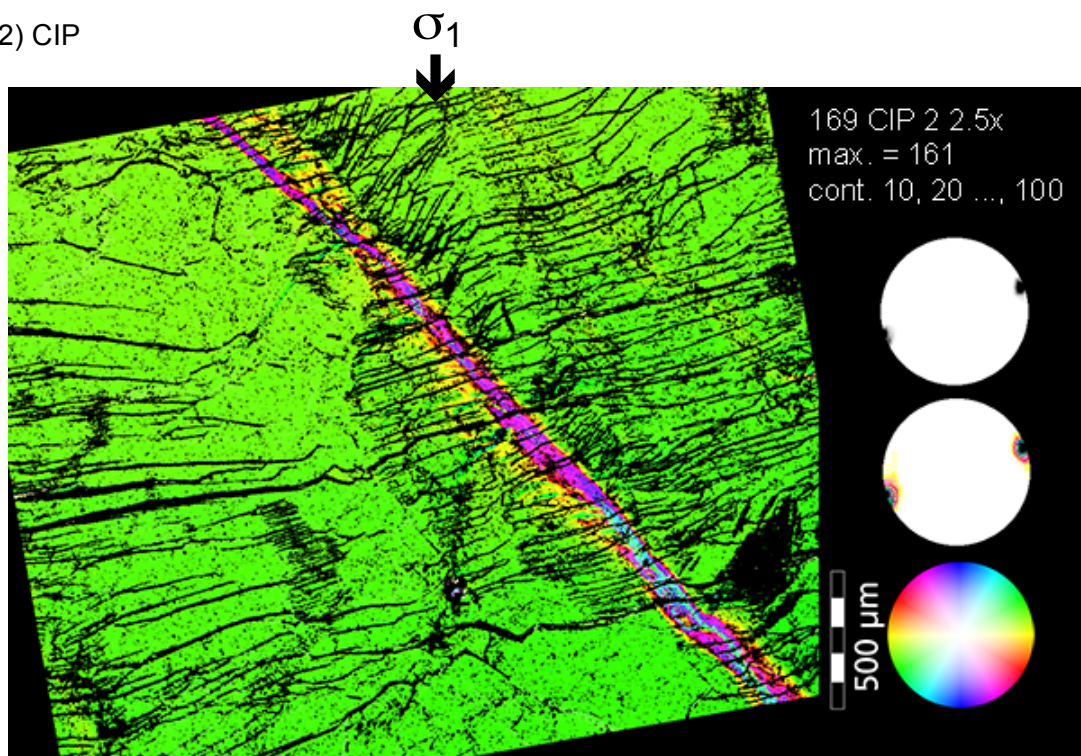


a) Dünnschliff 169 ATH aufgenommen mit gekreuzten Polarisatoren. b) Probe nach der Deformation im Pt-jacket. c) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)).

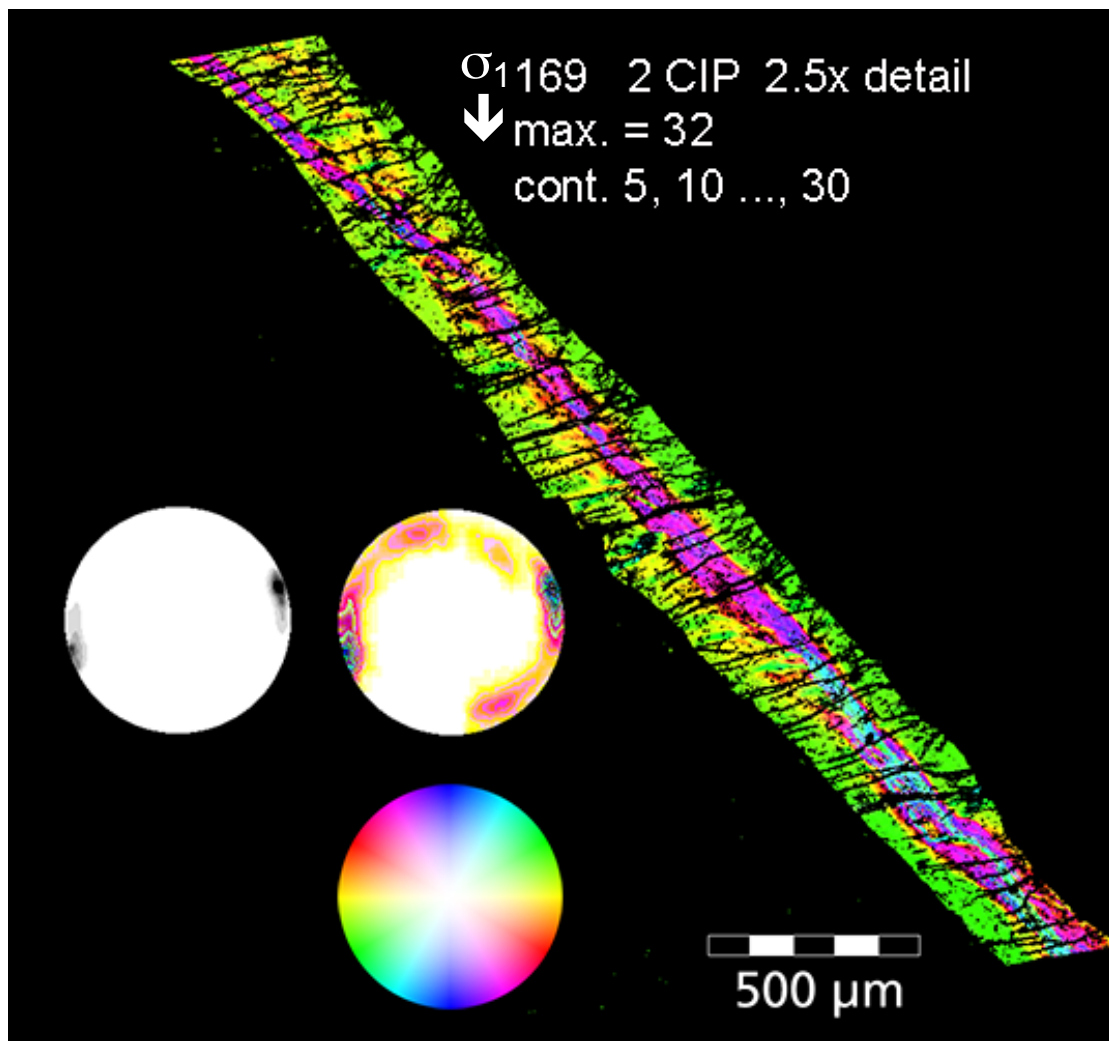
1) CIP



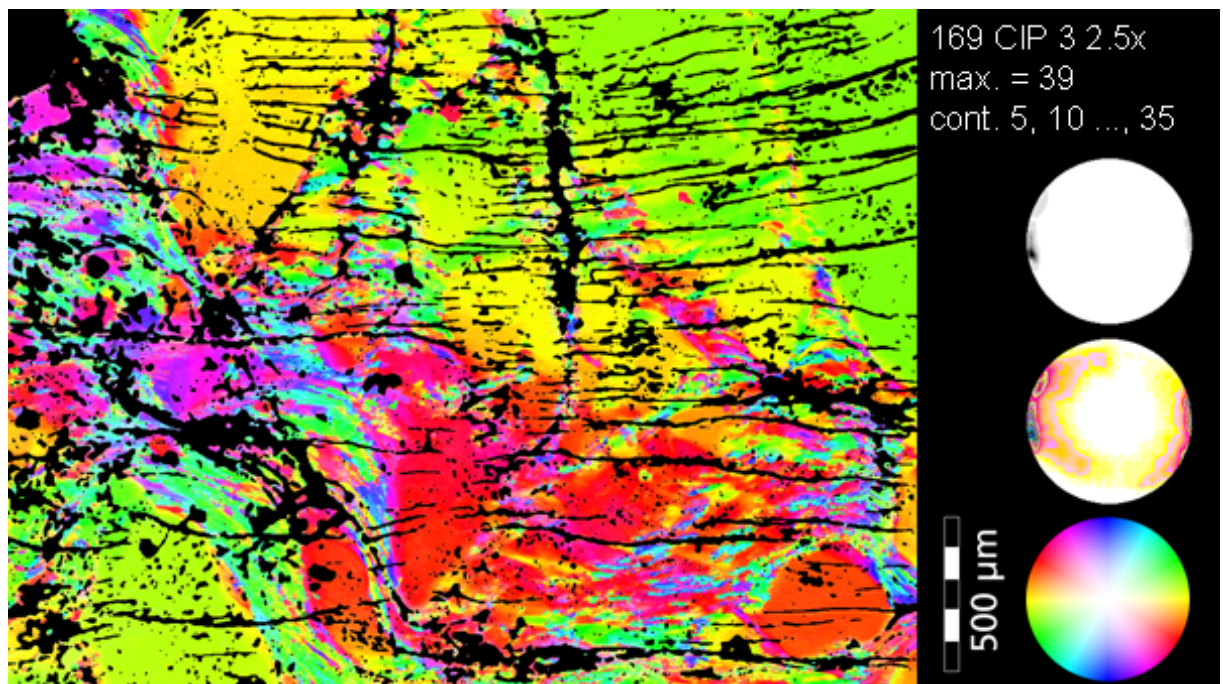
2) CIP



COI's 169 ATH mit [c]-Achsen-Polfiguren (oben Grauwerte, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI).

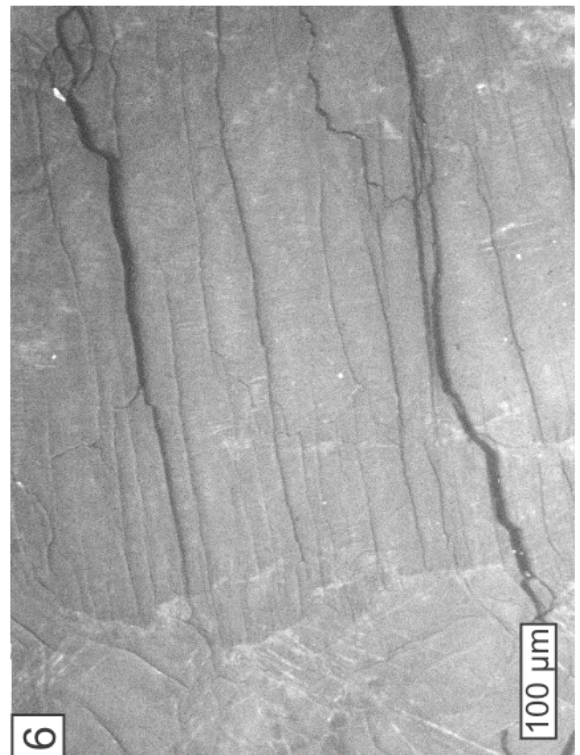
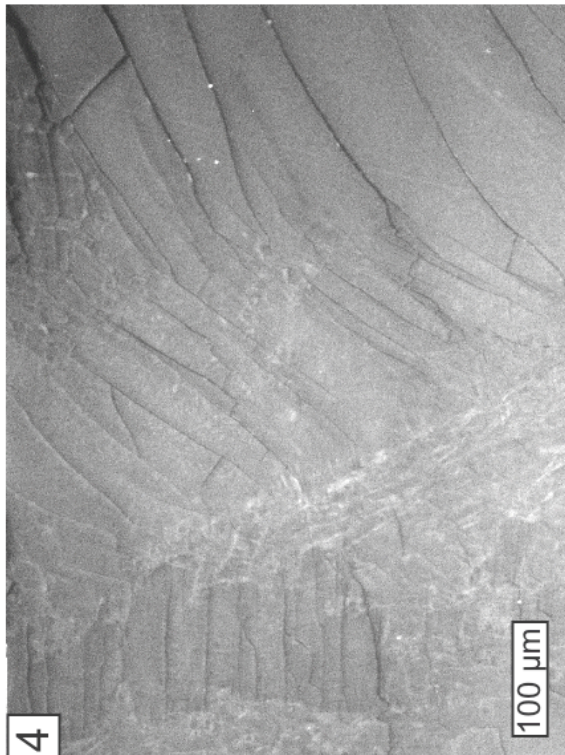
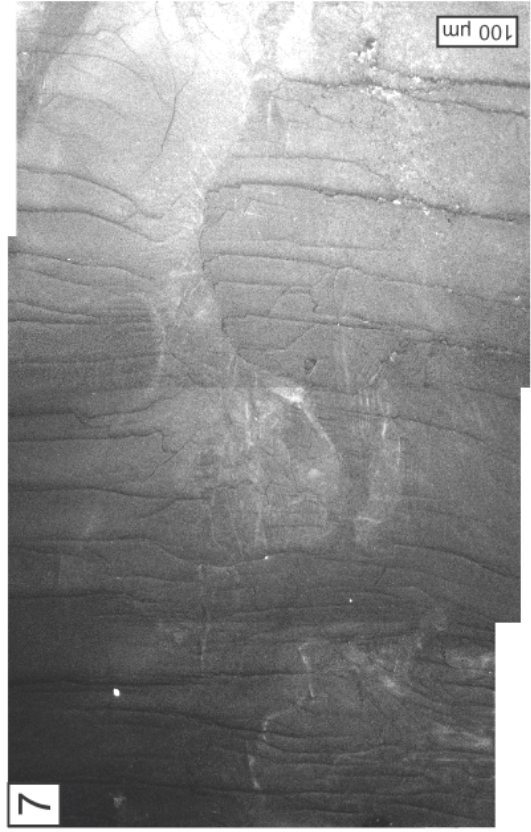
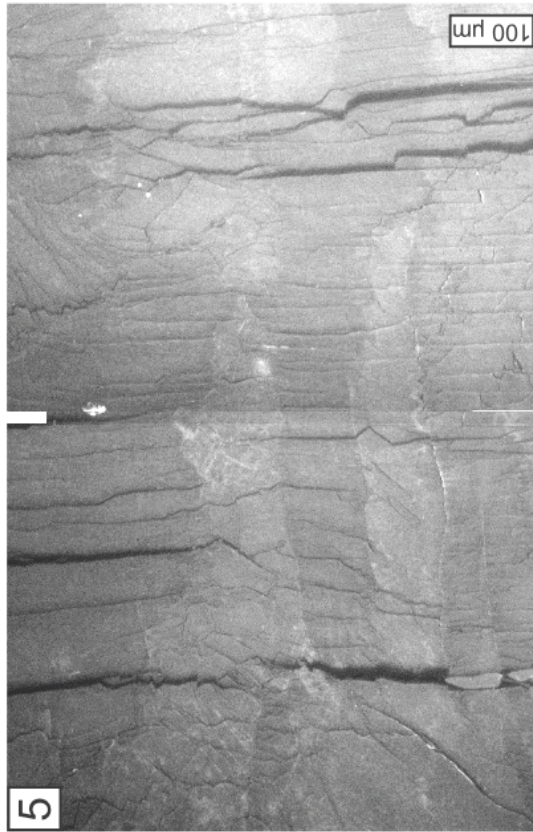


3) CIP



COI's 169 ATH mit [c]-Achsen-Polfiguren (oben Grauwerte, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI). Obere Abbildung ist ein Ausschnitt aus CIP2.

4-7 CL)



SEM -CL Aufnahmen 169 ATH.

170 ATH



2 mm

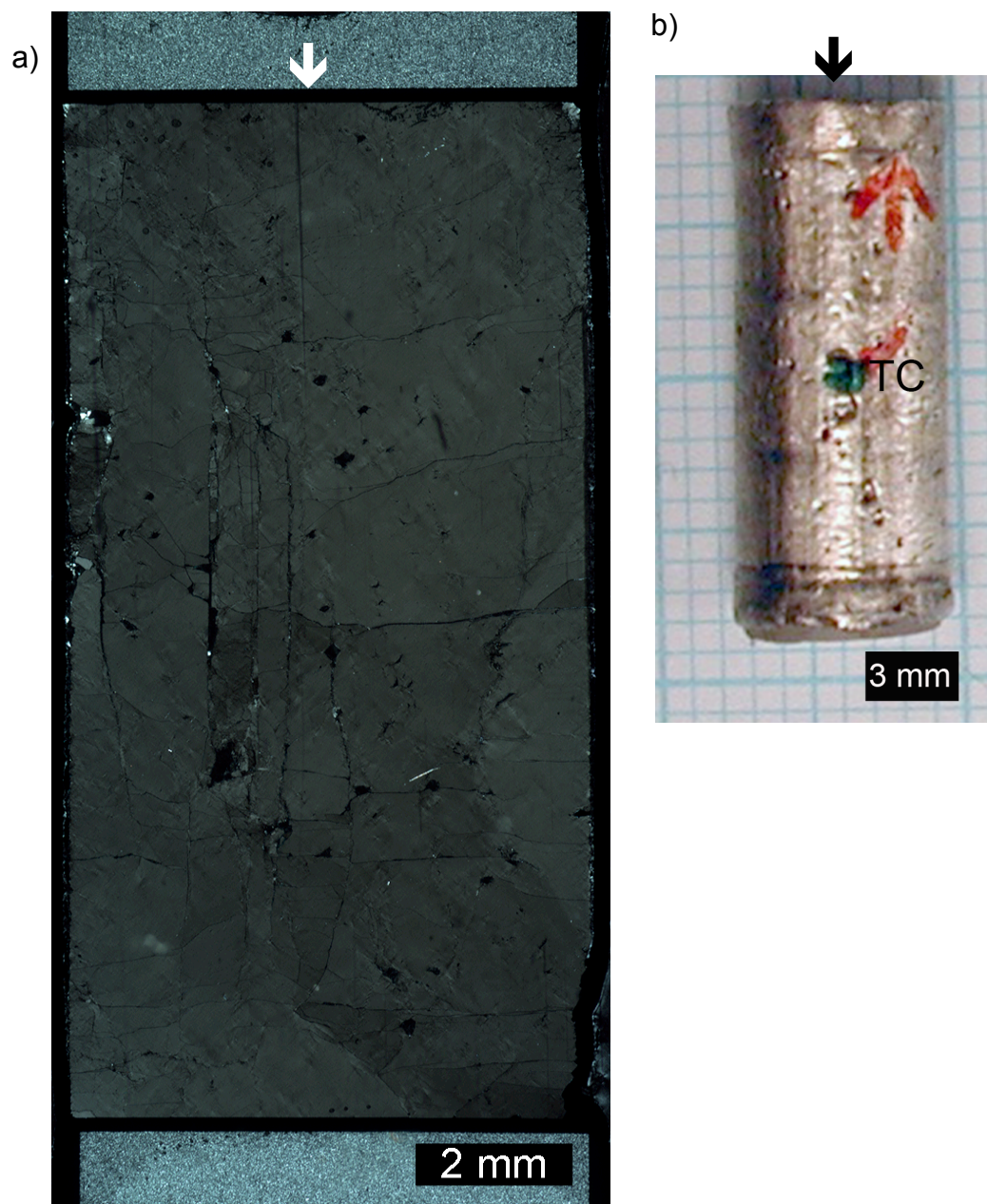
170 ATH

Orientierung: $\perp m$

$T = 880^{\circ}\text{C}$, $P_c = 1000 \text{ MPa}$

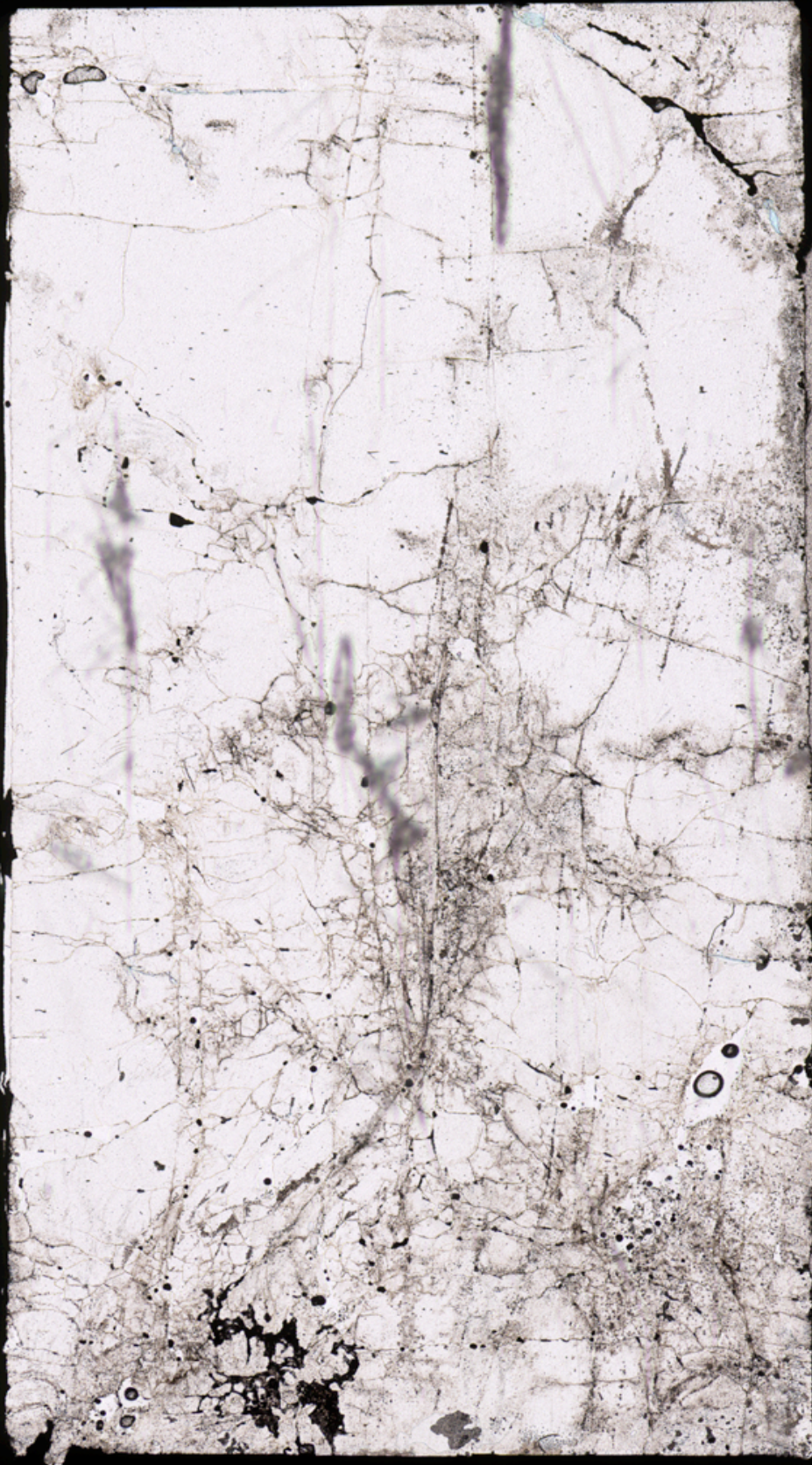
Bemerkung: Temperaturschwankungen (failed)

Angewandte Methoden: FTIR (Epoxy verwendet, Testmessungen, nur vereinzelt Bestimmung der Wassergehalte, vgl. Appendix B)



a) Dünnschliff 170 ATH (gekreuzte Polarisatoren). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel.

171 ATH



2 mm

171 ATH

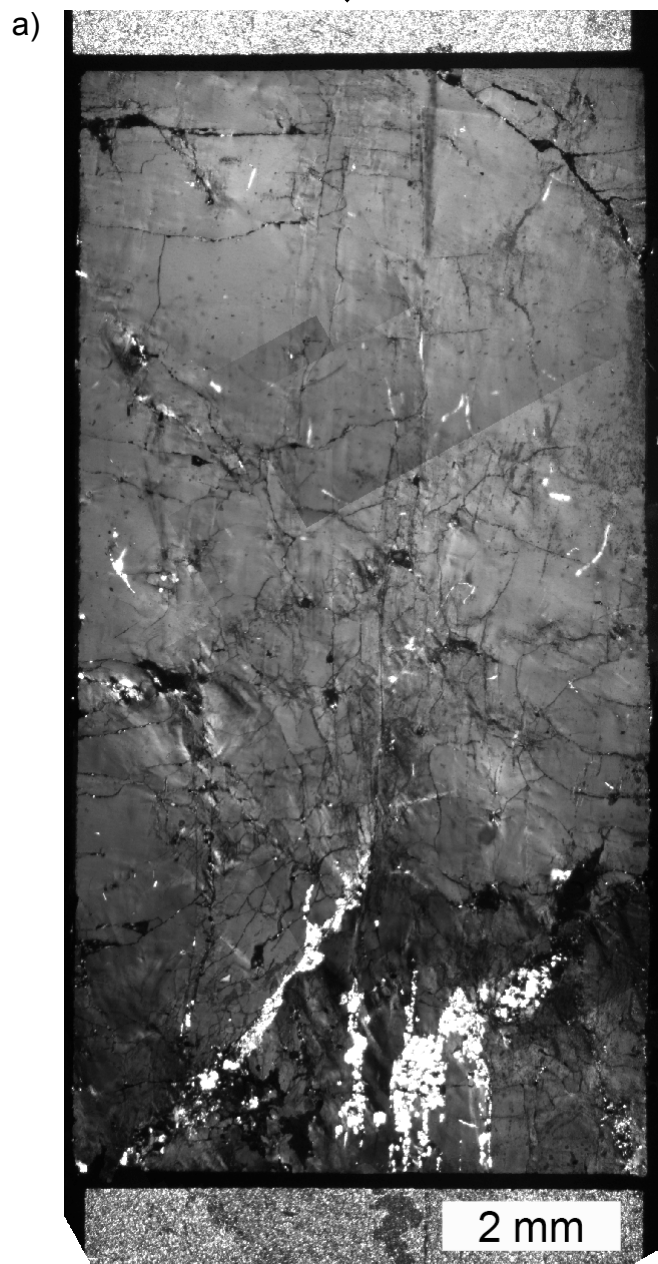
Orientierung: O^+

$T = 800^\circ\text{C}$, $P_c = 1017 \text{ MPa}$ (hydrostatisch)

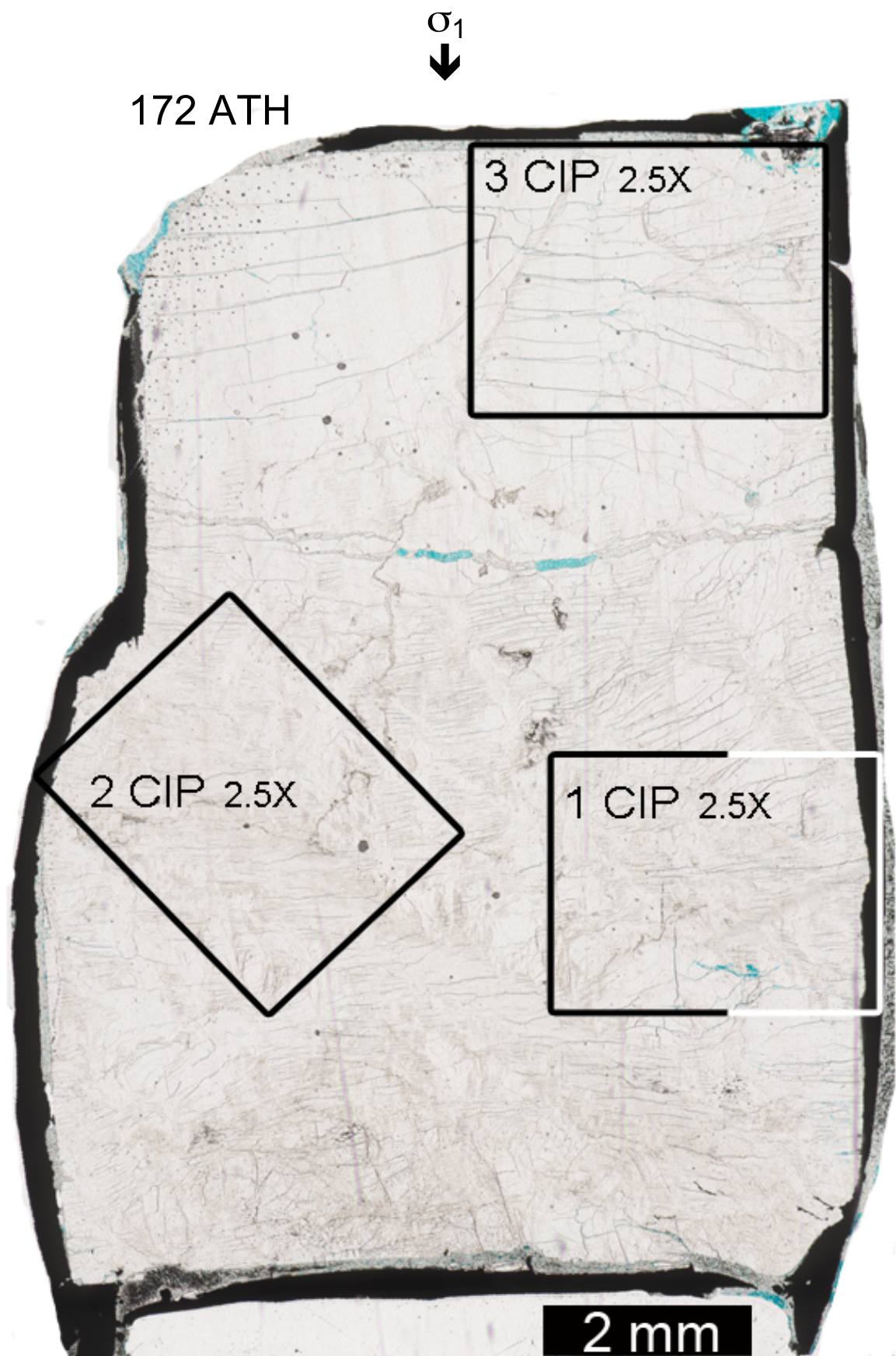
Zeit bei Bedingungen: 30h

Bemerkung: Kühlwasserabschaltung (failed)

Angewandte Methoden: FTIR (Epoxy verwendet, keine Bestimmung der Wassergehalte lediglich Testmessungen \rightarrow Spektrenform)



a) Dünnschliff 171 ATH (gekreuzte Polarisatoren, zur besseren Visualisierung wurden die Polarisatoren nahe zu parallel zur schrägen c-Achse gedreht). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel.



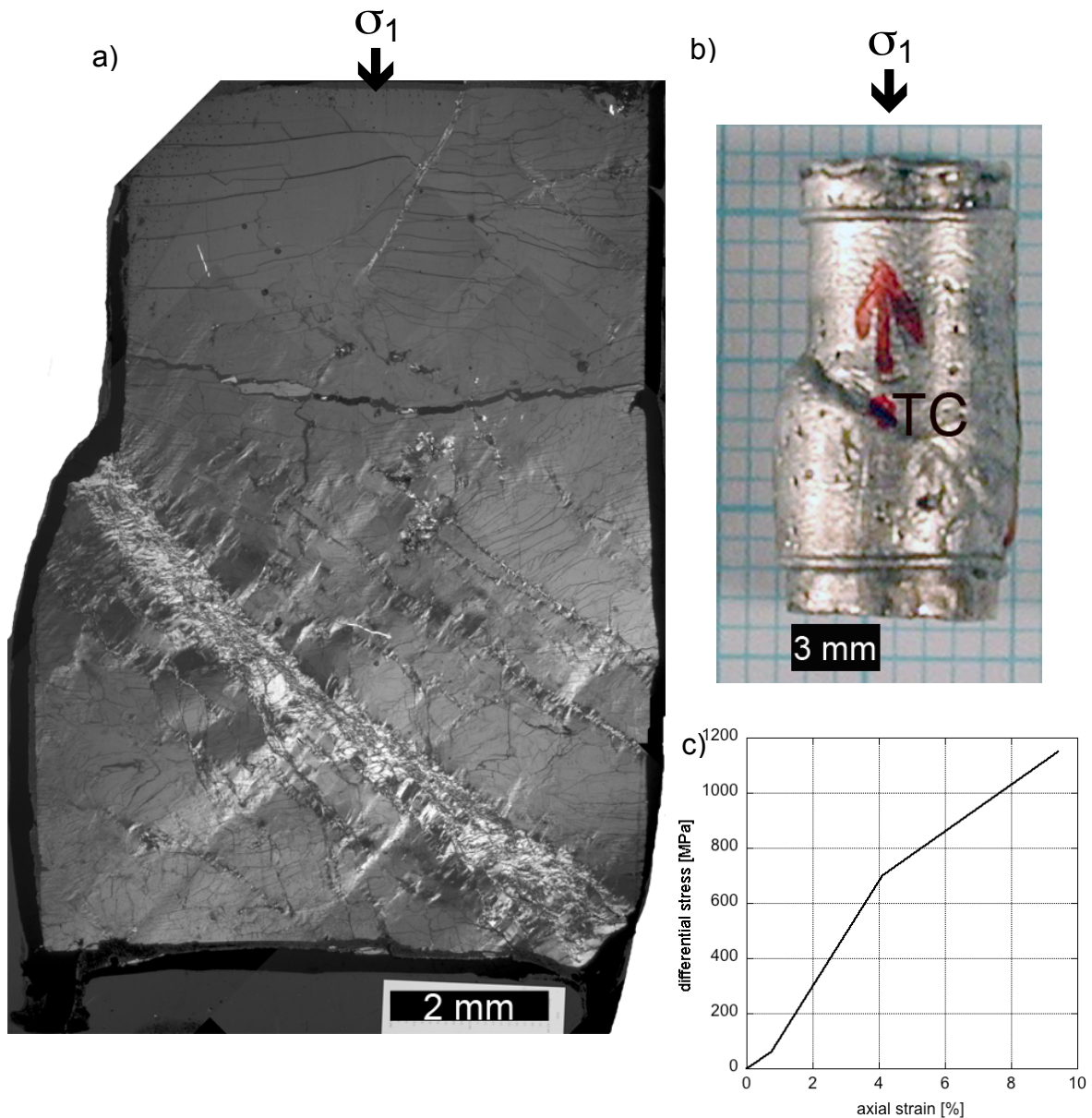
172 ATH

Orientierung: O^+

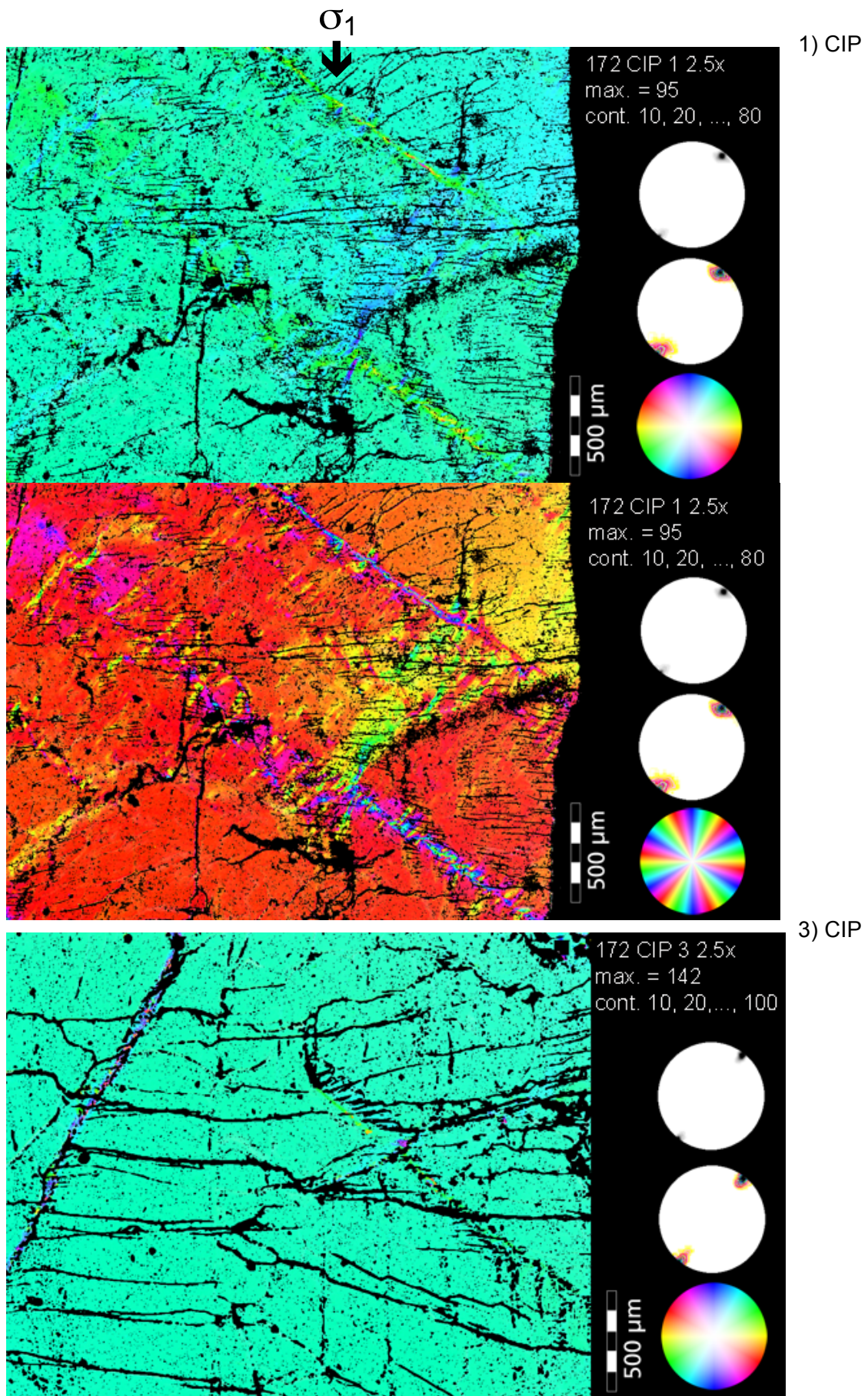
$T = 700^\circ\text{C}$, $P_c = 1014 \text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 1.2 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$

Strain: 7.2%

Angewandte Methoden: CIP, FTIR (Epoxy verwendet, keine Bestimmung der Wassergehalt, lediglich Testmessungen \rightarrow Spektrenform)

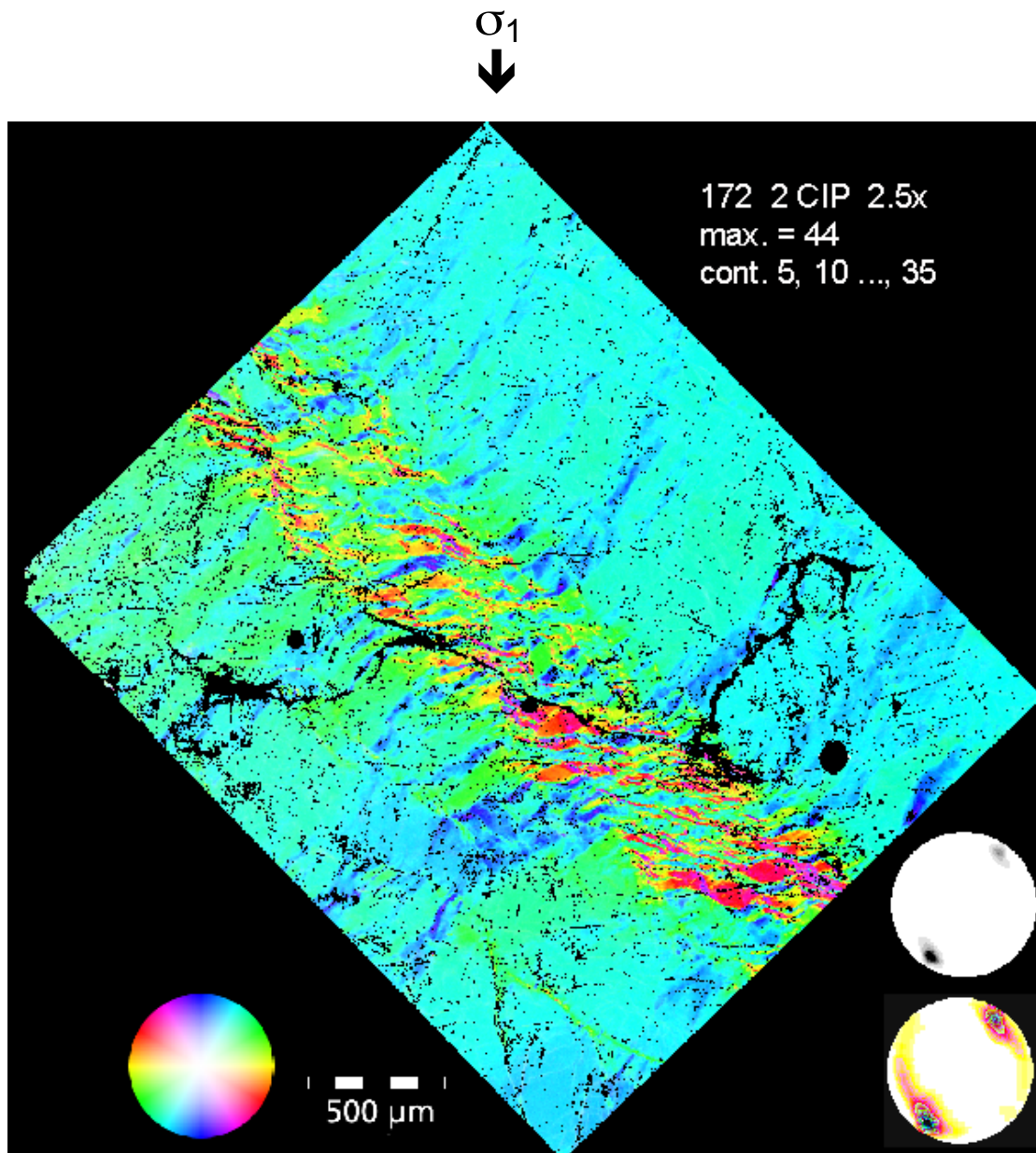


a) Dünnschliff 172 ATH (gekreuzte Polarisatoren). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel. c) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)).



COI's 172 mit [c]-Achsen-Polfiguren (oben Grauwerte, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI).

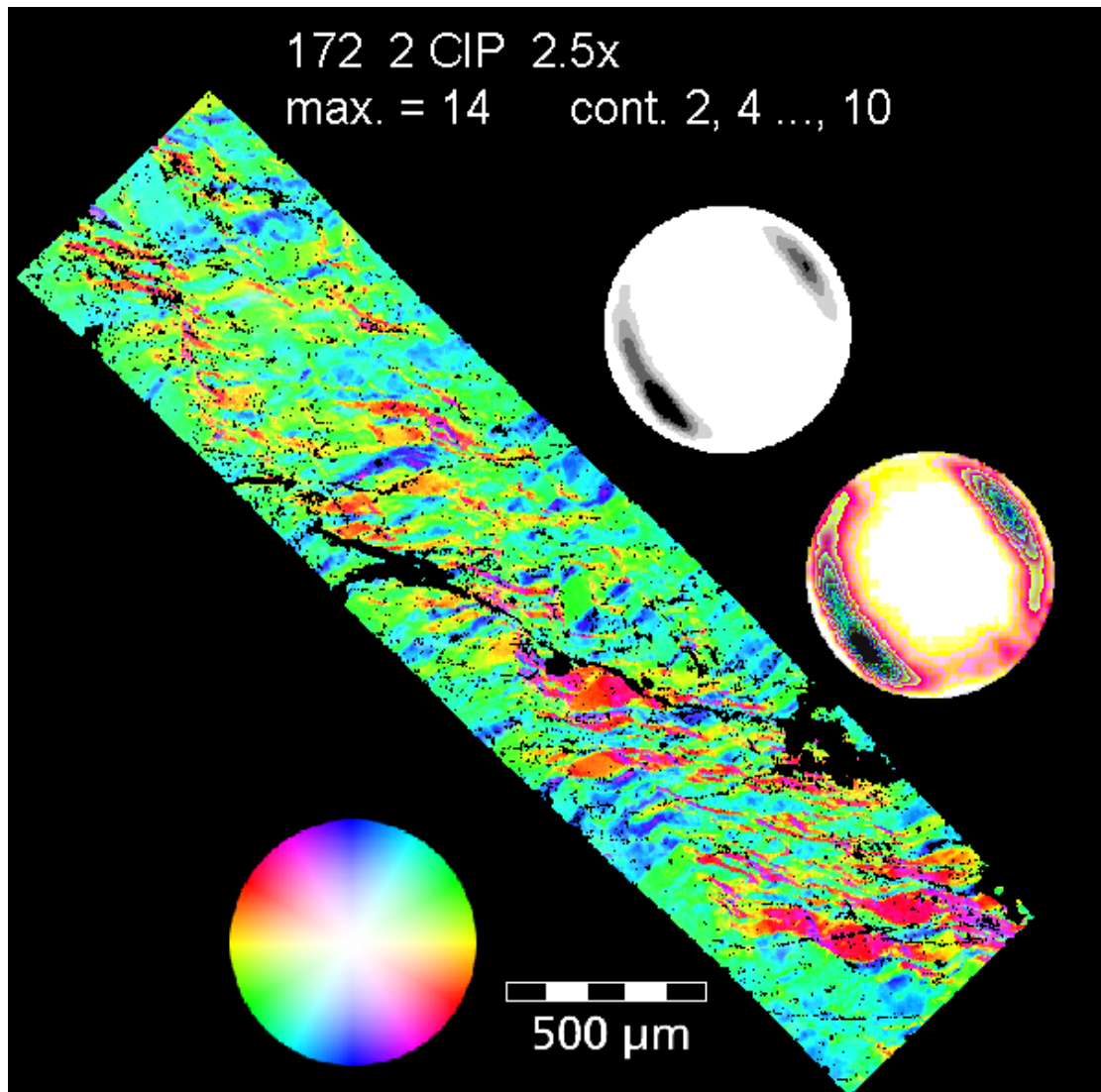
2) CIP



COI 172 ATH mit [c]-Achsen-Polfiguren (oben Grauwerte, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI).

2) CIP

σ_1
↓



COI 172 ATH mit [c]-Achsen-Polfiguren (oben Grauwerte, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI), Teil aus CIP 2.



175 ATH

Orientierung: $\perp m$

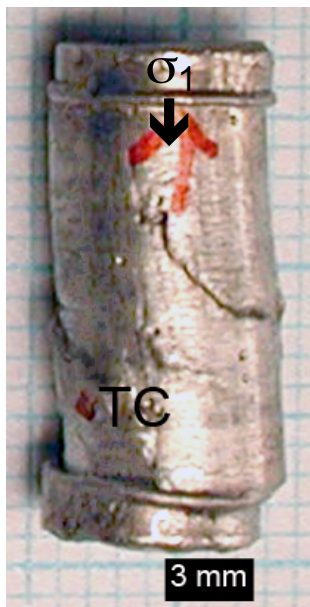
$T = 700^\circ\text{C}$, $P_c = 1476 \text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 1.0 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

Strain: 6.9%

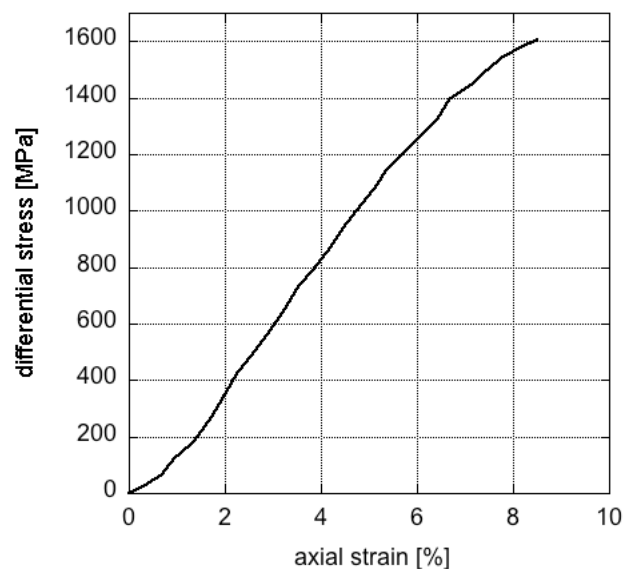
Bemerkung: zwei Dünnschliffe

Angewandte Methoden: CIP, EBSD Testaufnahmen (keine verwertbaren Daten), FTIR (Epoxy, keine Bestimmung der Wassergehalt, lediglich Testmessungen \rightarrow Spektrenform)

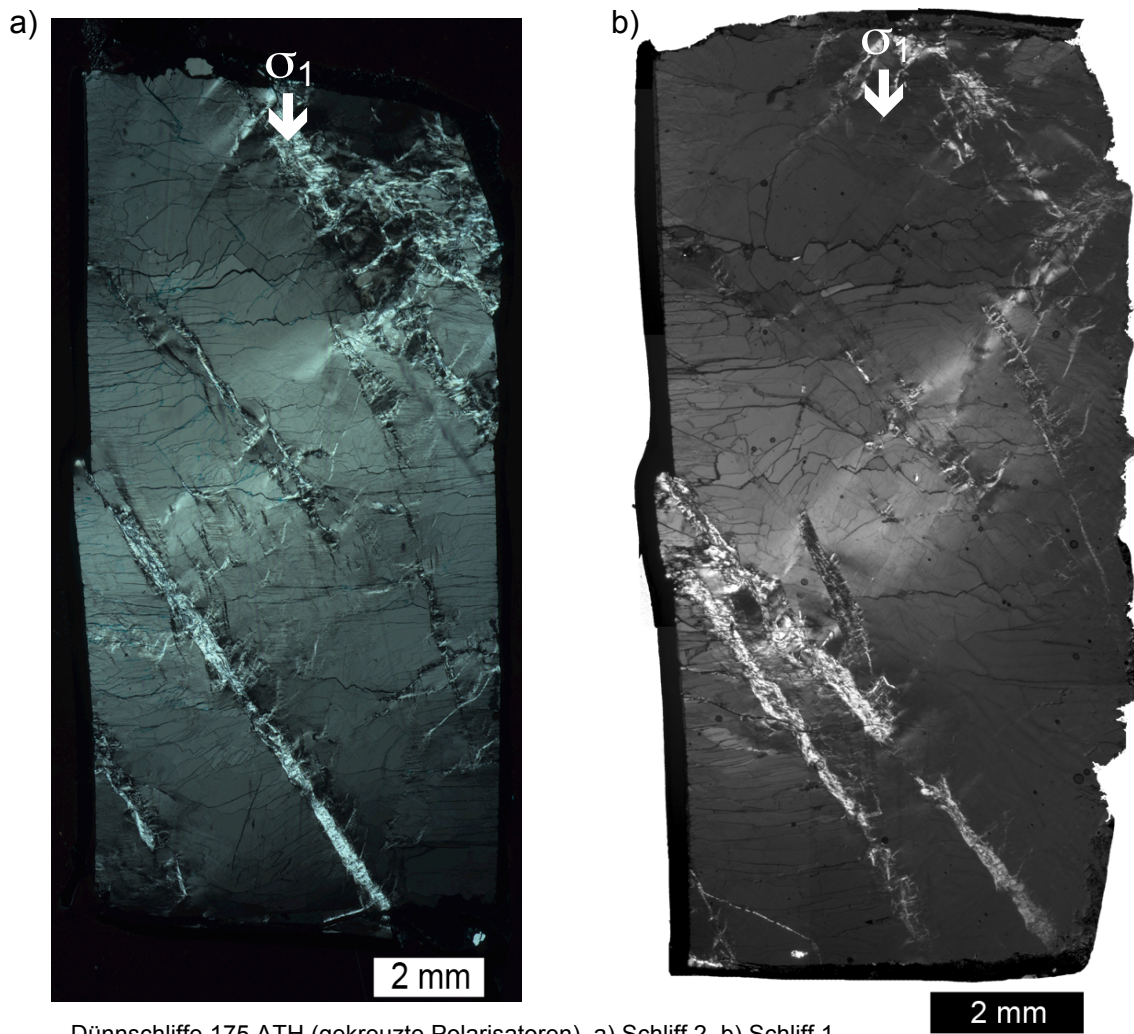
a)



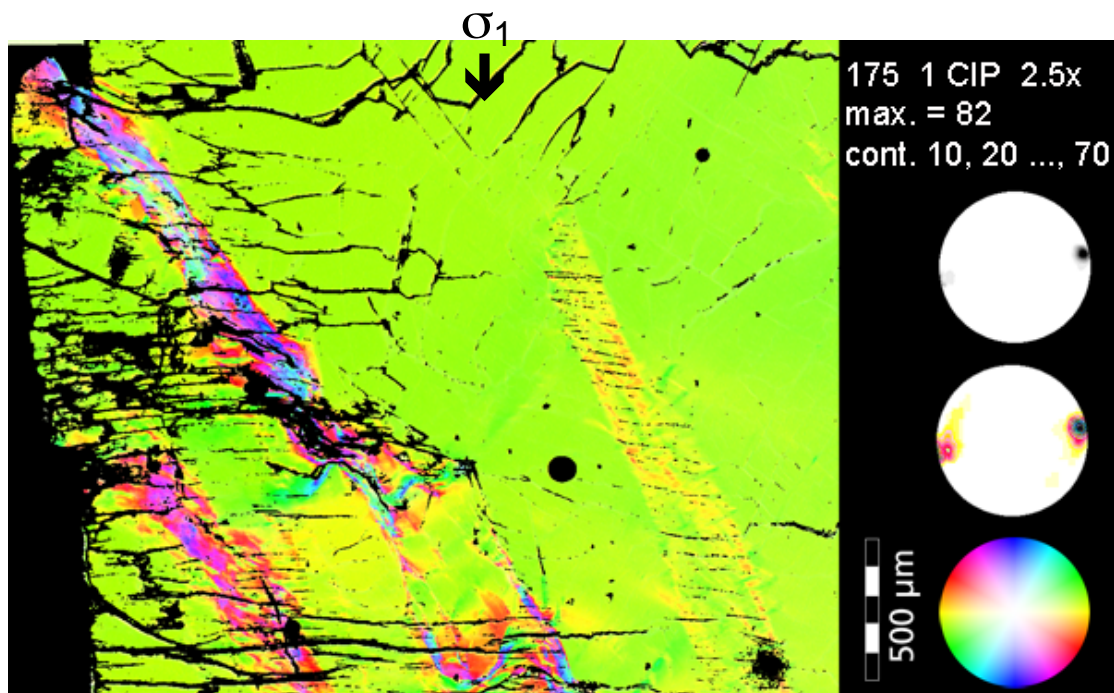
b)



a) Probe 175 nach der Deformation im Pt-Mantel. b) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)).



Dünnschliffe 175 ATH (gekreuzte Polarisatoren), a) Schliff 2, b) Schliff 1.



COI 175 ATH mit Polfiguren (oben Grauwerte, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI).

181 ATH



181 ATH

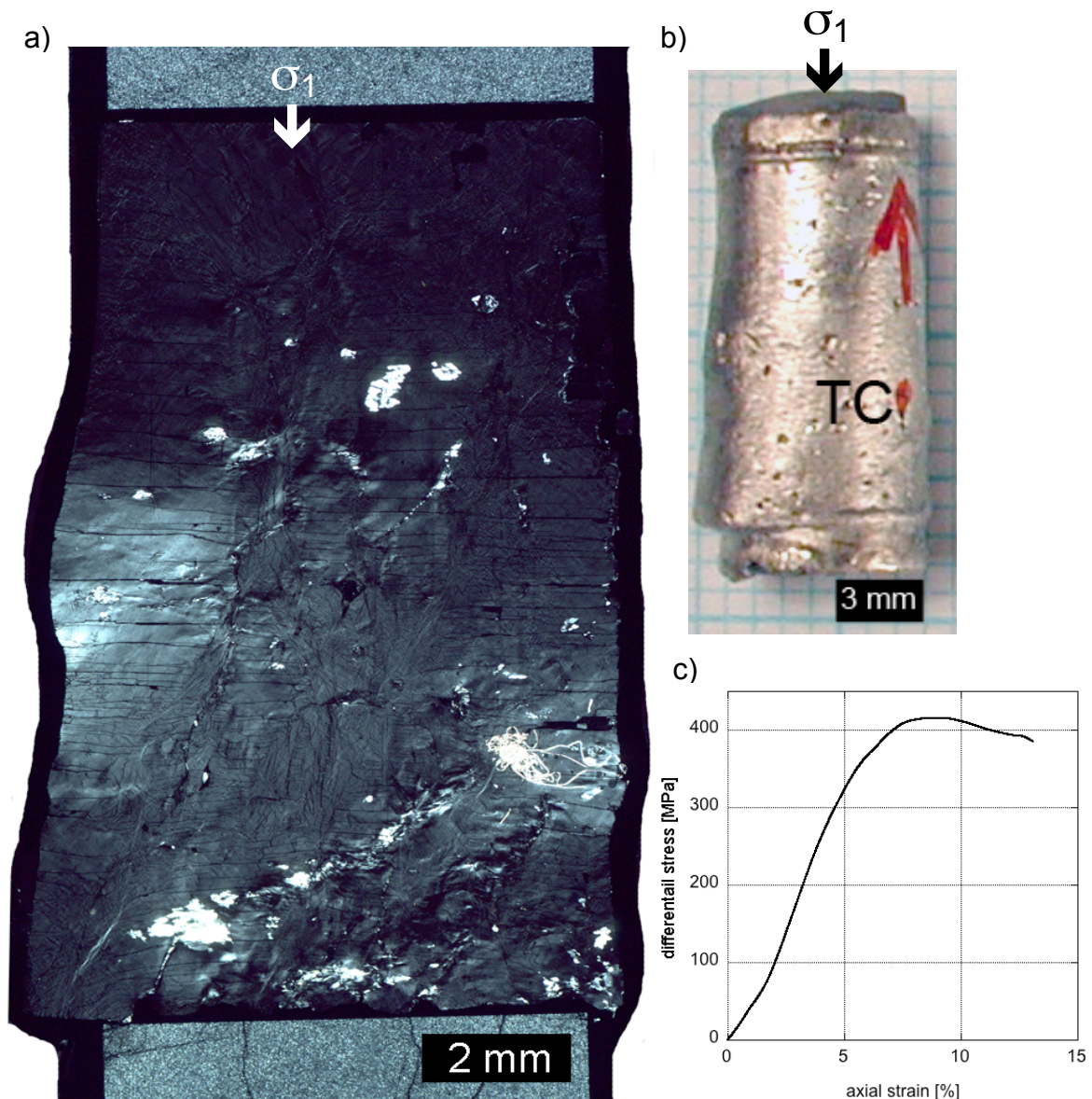
Orientierung: $\perp m$

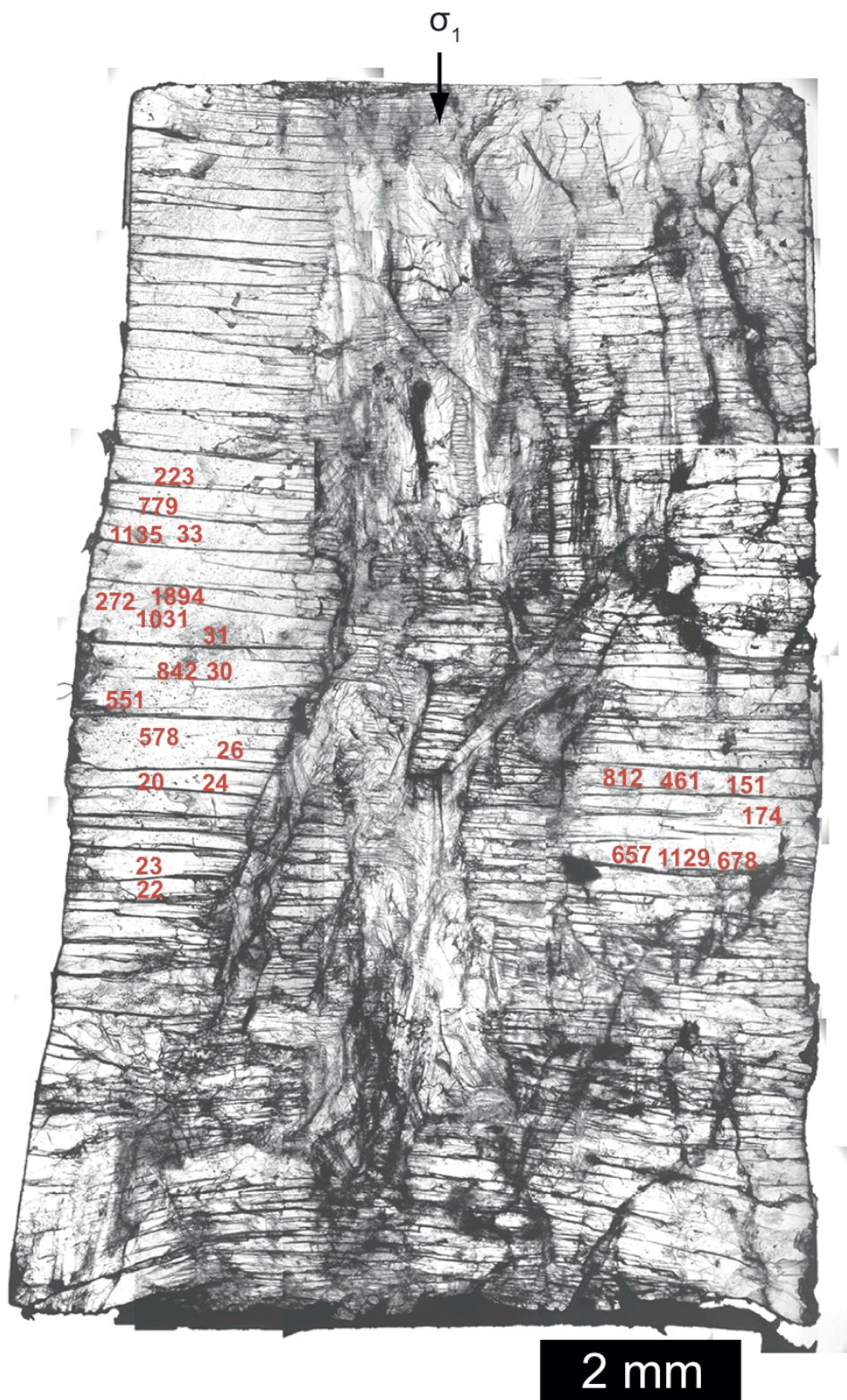
$T = 900^\circ\text{C}$, $P_c = 1464 \text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 1.44 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

Strain: 13.1%

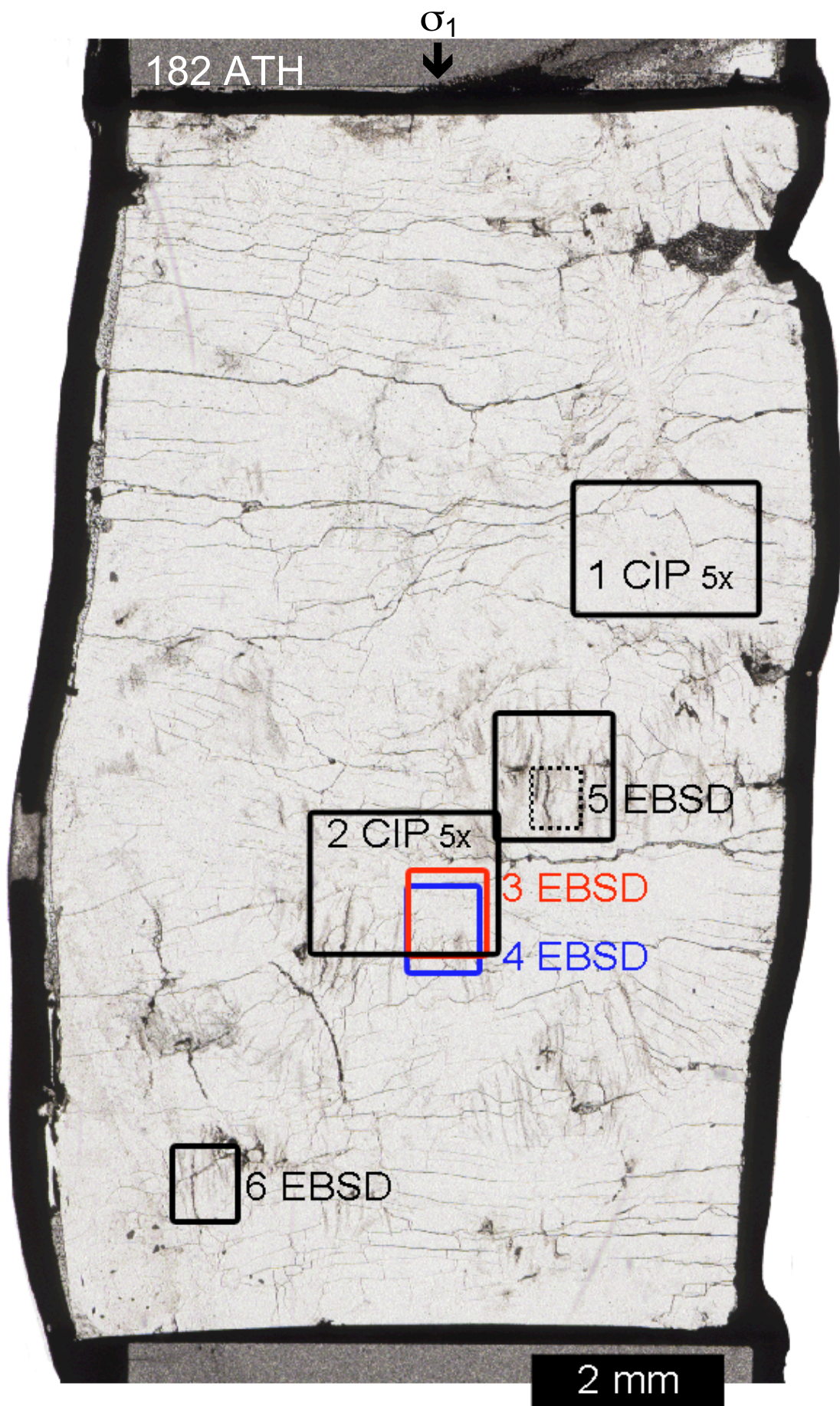
Bemerkung: optisch weniger Flüssigkeitseinschlüsse als vorherigen Proben

Angewandte Methoden: FTIR





Dickschliff 181 ATH mit FTIR Messpunkten (rote Kreuze) und entsprechenden Werten der Wassergehaltberechnungen in H/10⁶ Si.



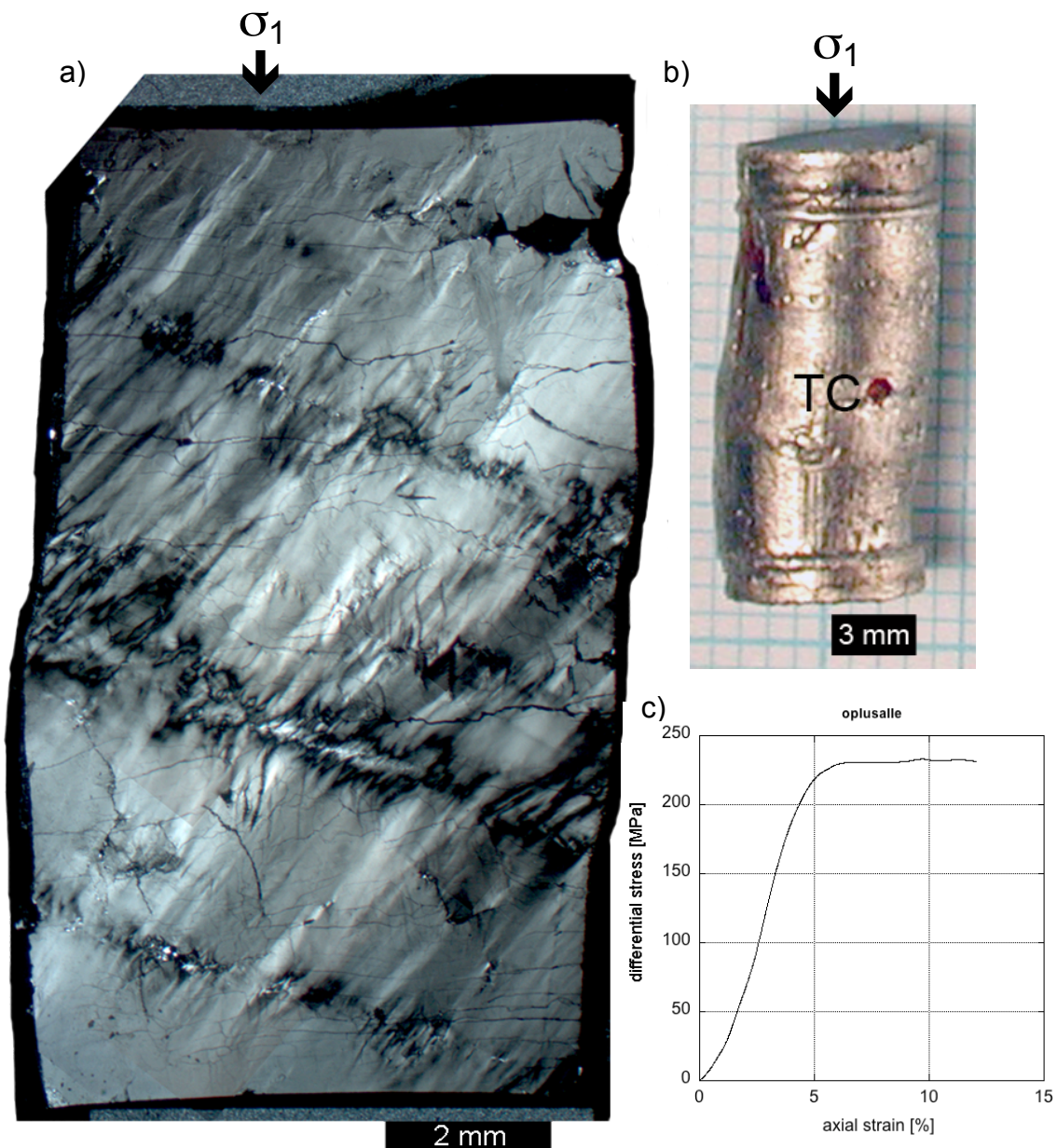
182 ATH

Orientierung: O^+

$T = 900^\circ\text{C}$, $P_c = 1022 \text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 1.6 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

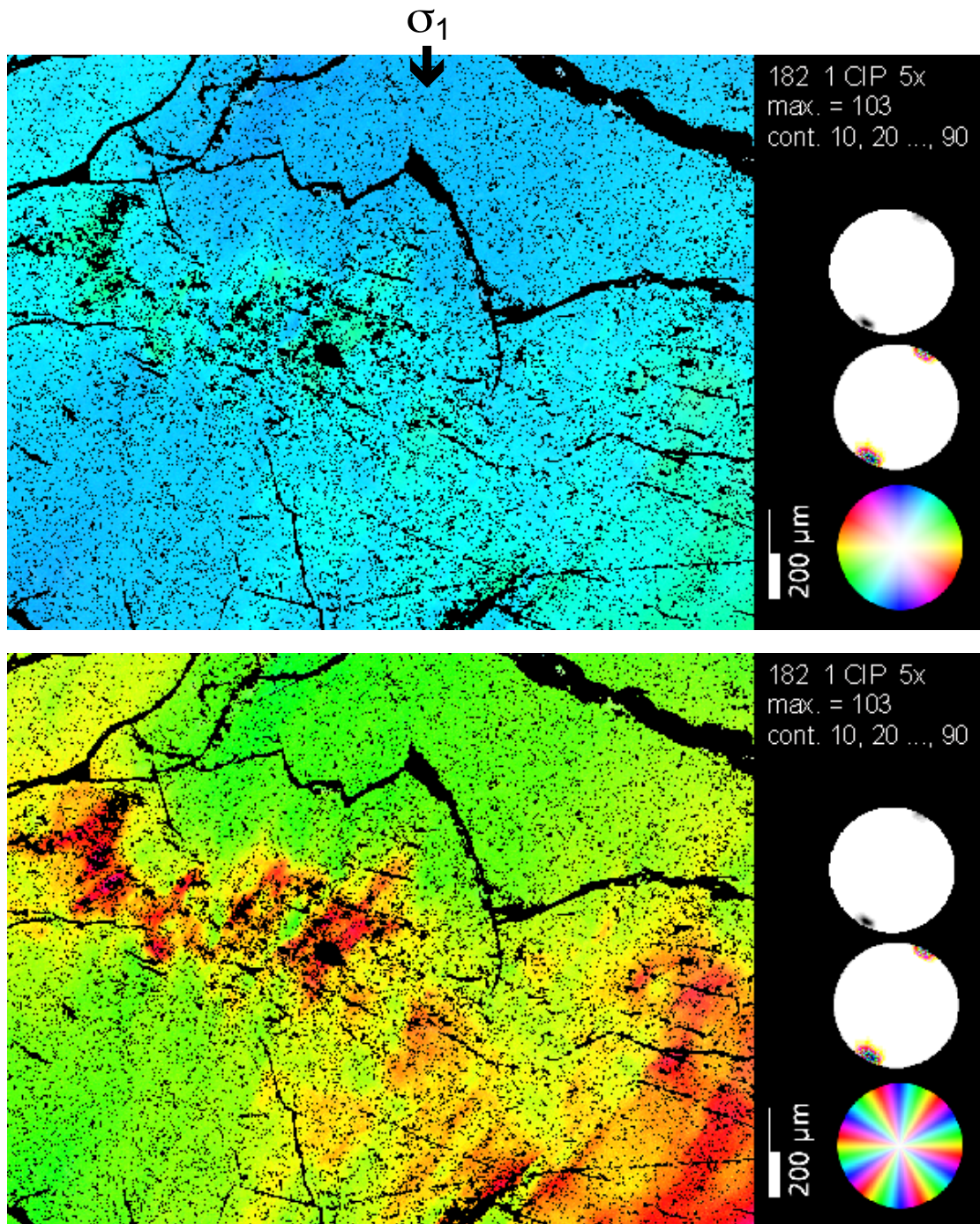
Strain: 12.0%

Angewandte Methoden: CIP, EBSD, FTIR



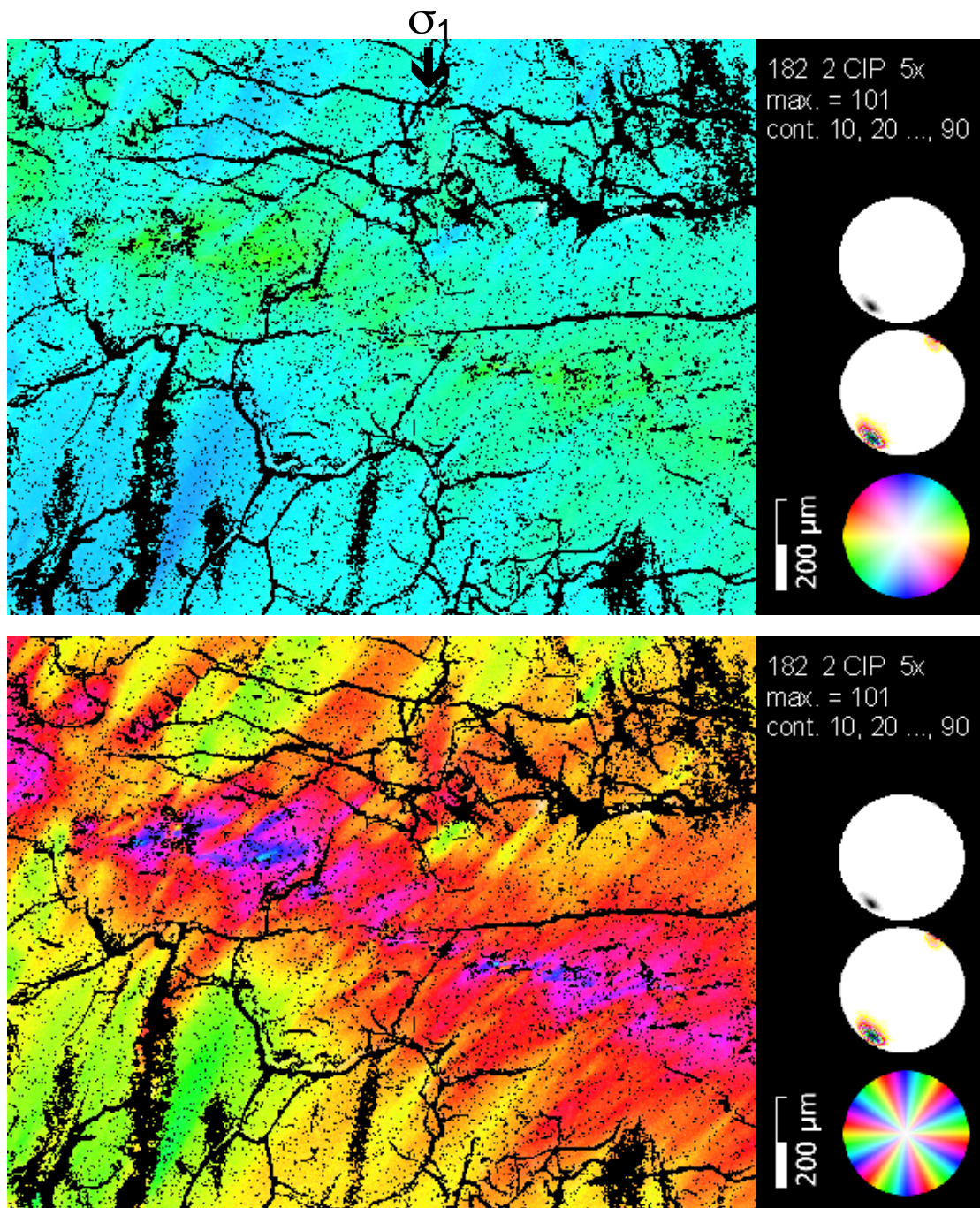
a) Dünnschliff 182 ATH (gekreuzte Polarisatoren, zur besseren Visualisierung wurden die Polarisatoren nahe zu parallel zur schrägen c-Achse gedreht). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel. c) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)).

1) CIP



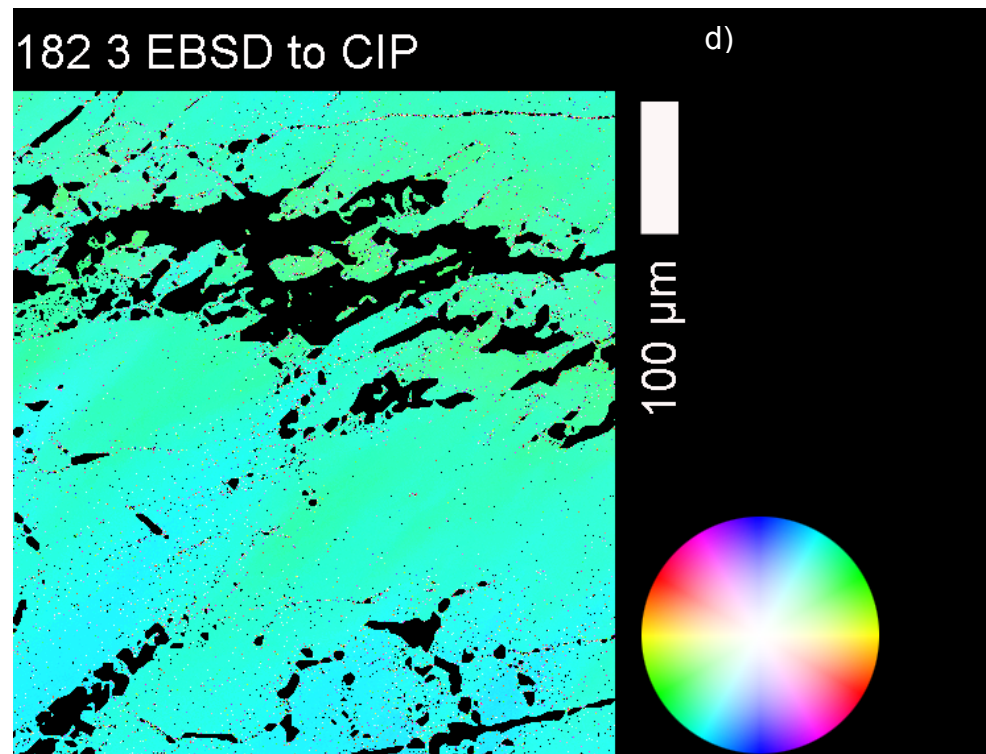
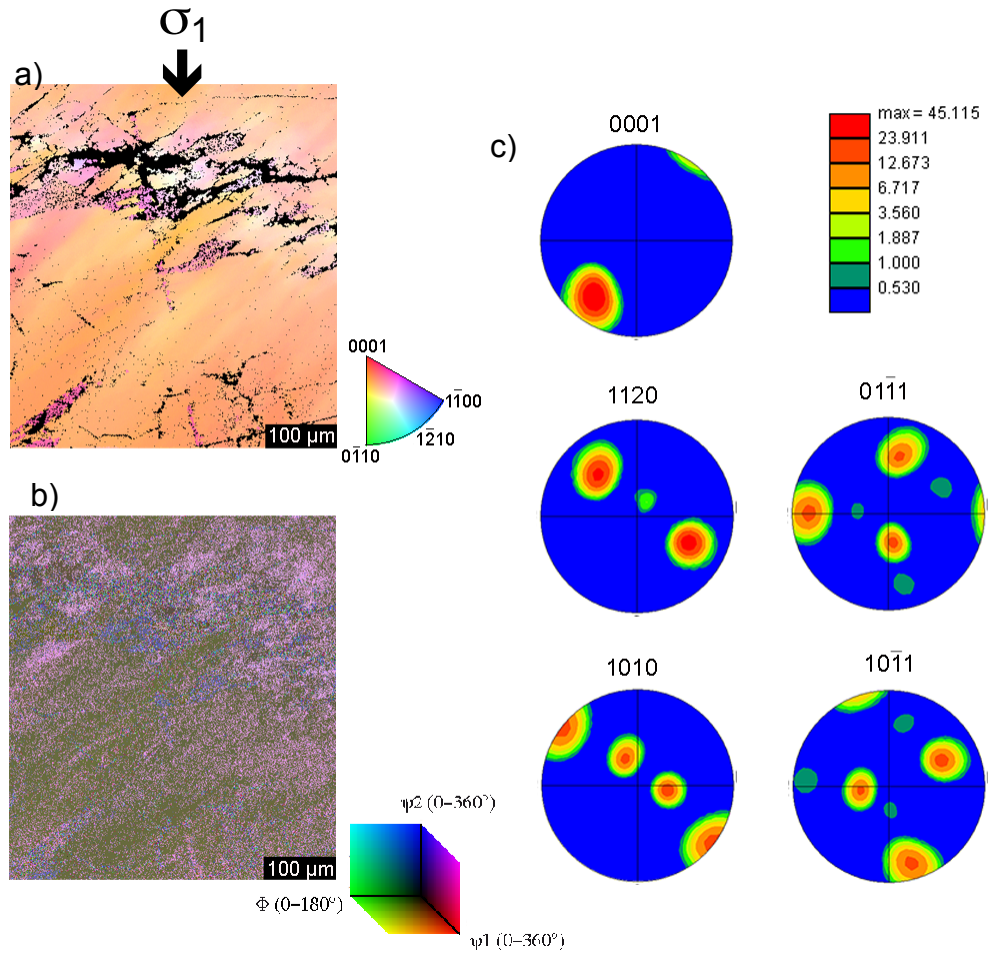
COI's 182 ATH mit [c]-Achsen-Polfiguren (oben Grauwerte, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI).

2) CIP



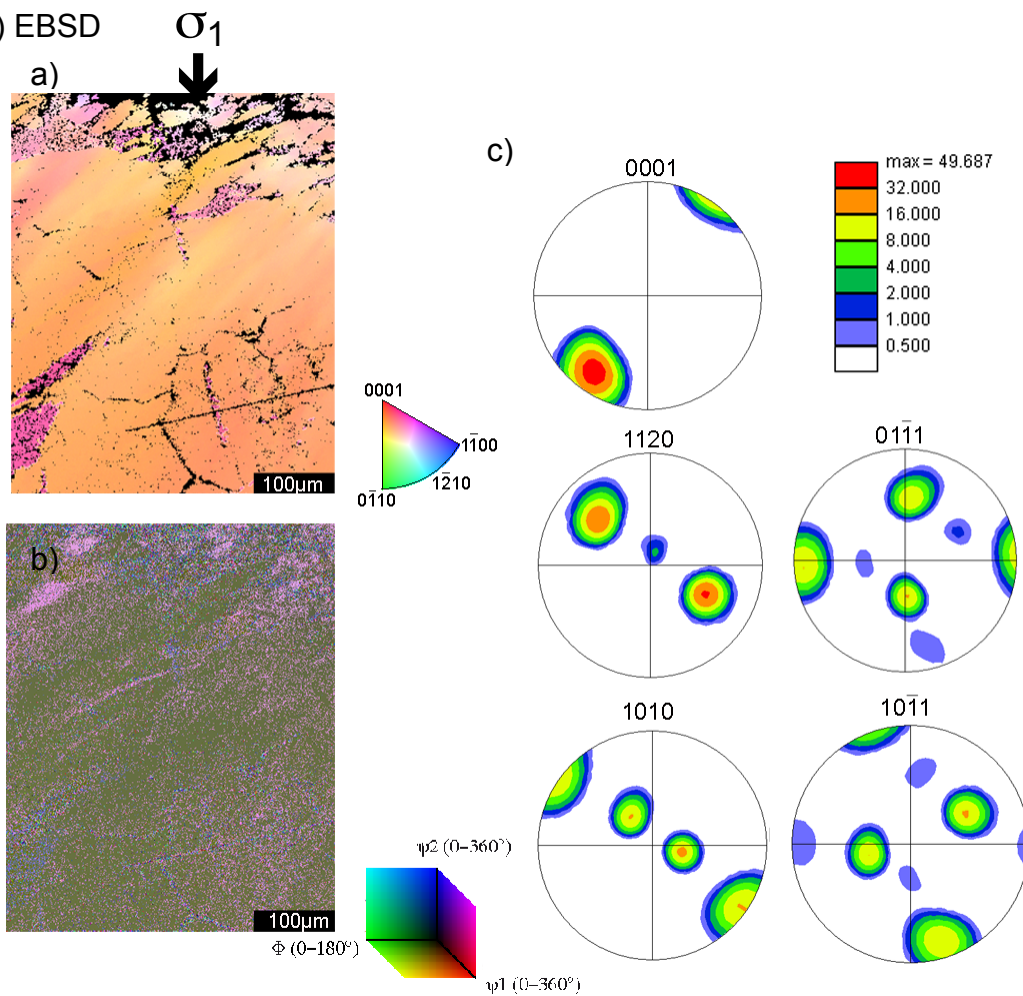
COI's 182 ATH mit [c]-Achsen-Polfiguren (oben Grauwerte, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI).

3) EBSD

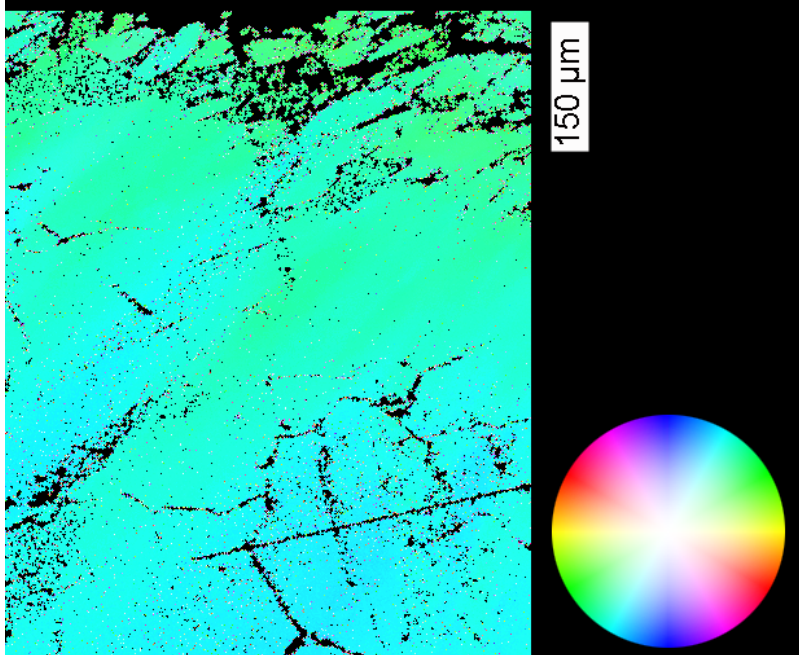


EBSD- Aufnahmen 182 ATH, a) Orientierungsbild eingefärbt entsprechend der IPF – CLUT, b) Euler RGB eingefärbt entsprechend Euler –CLUT, c) EBSD Polfiguren, d) COI und zugehörige CLUT gerechnet aus Euler RGB.

4) EBSD



d) 182 4 EBSD to CIP

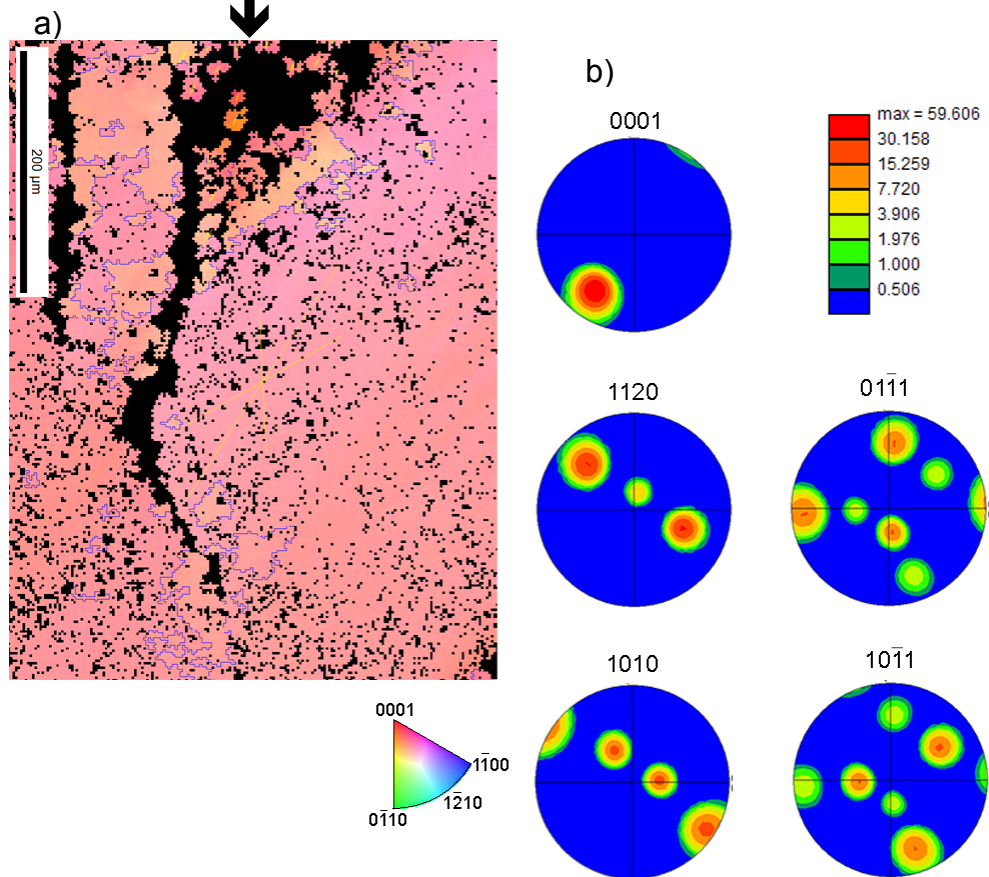


EBSD- Aufnahmen
182 ATH, a)
Orientierungsbild
eingefärbt
entsprechend der IPF
– CLUT, b) Euler RGB
eingefärbt
entsprechend Euler –
CLUT, c) EBSD
Polfiguren, d) COI und
zugehörige CLUT
gerechnet aus Euler
RGB.

5) EBSD

σ_1
↓

Test

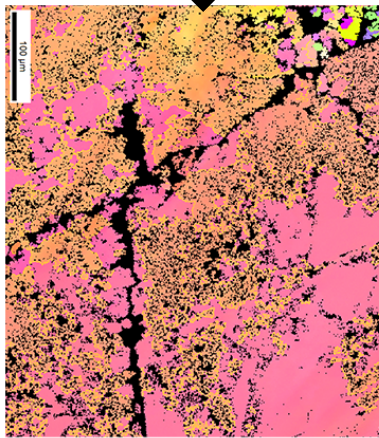


EBSD- Aufnahmen 182 ATH, a) Orientierungsbild eingefärbt entsprechend der IPF – CLUT, b) EBSD Polfiguren.

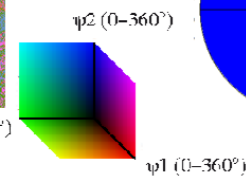
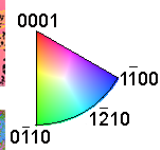
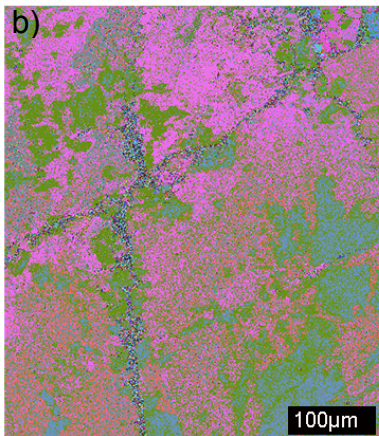
Bemerkung: Diese Messung war eine Testmessung, deswegen sind nicht alle Informationen vorhanden, wie zum Beispiel das Euler RGB.

6) EBSD

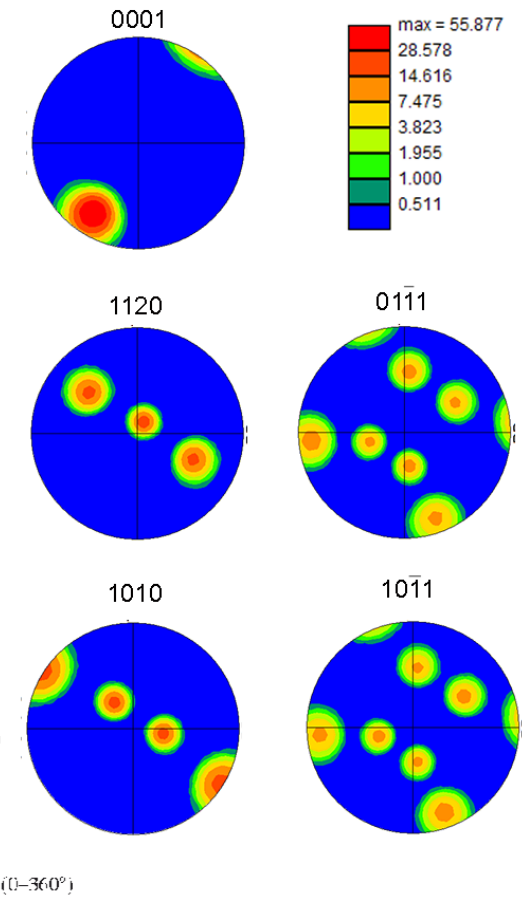
a)



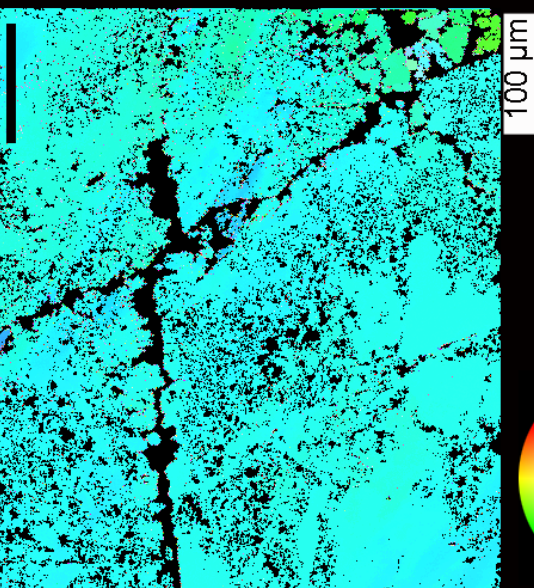
b)



c)



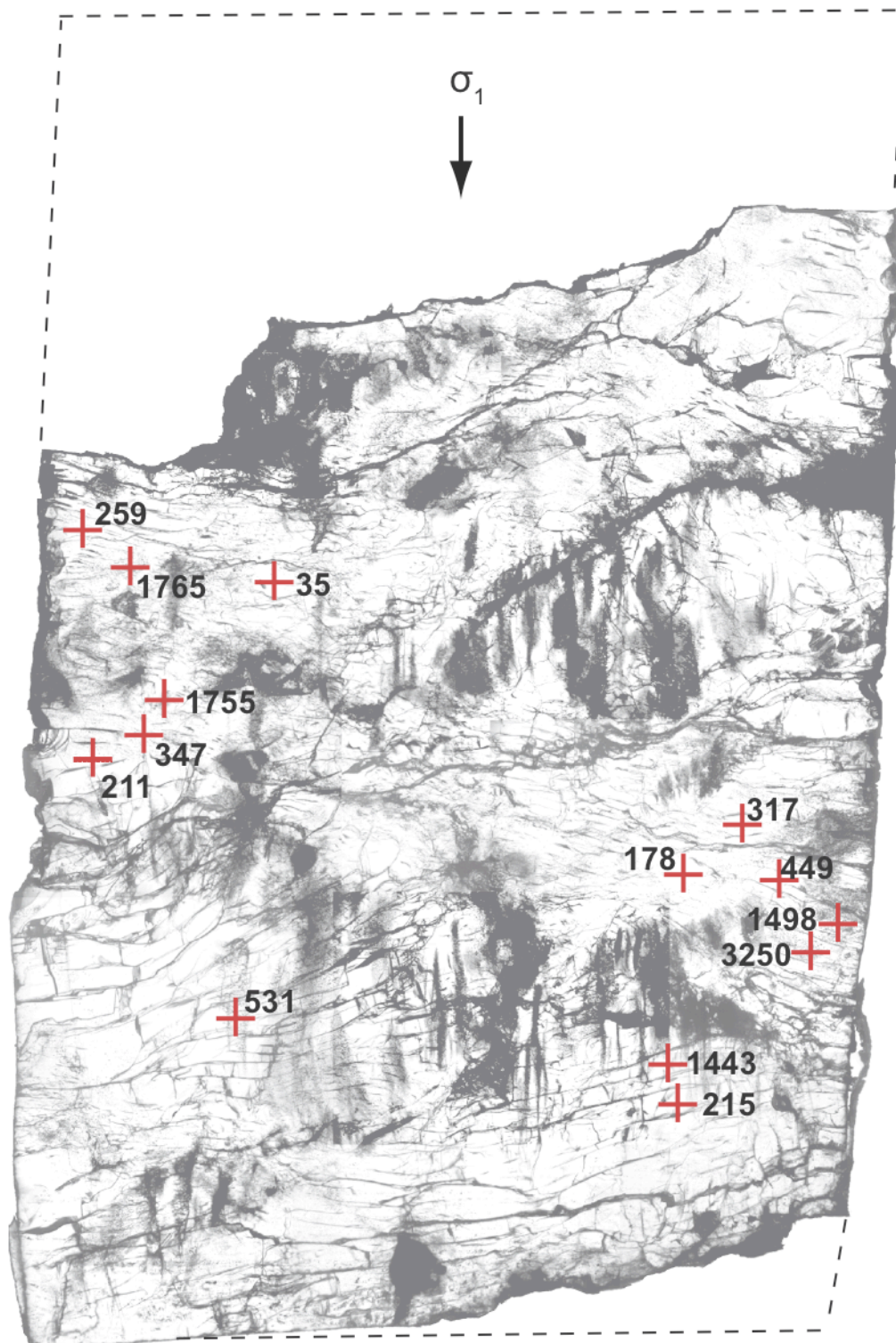
182 6 EBSD to CIP



d)

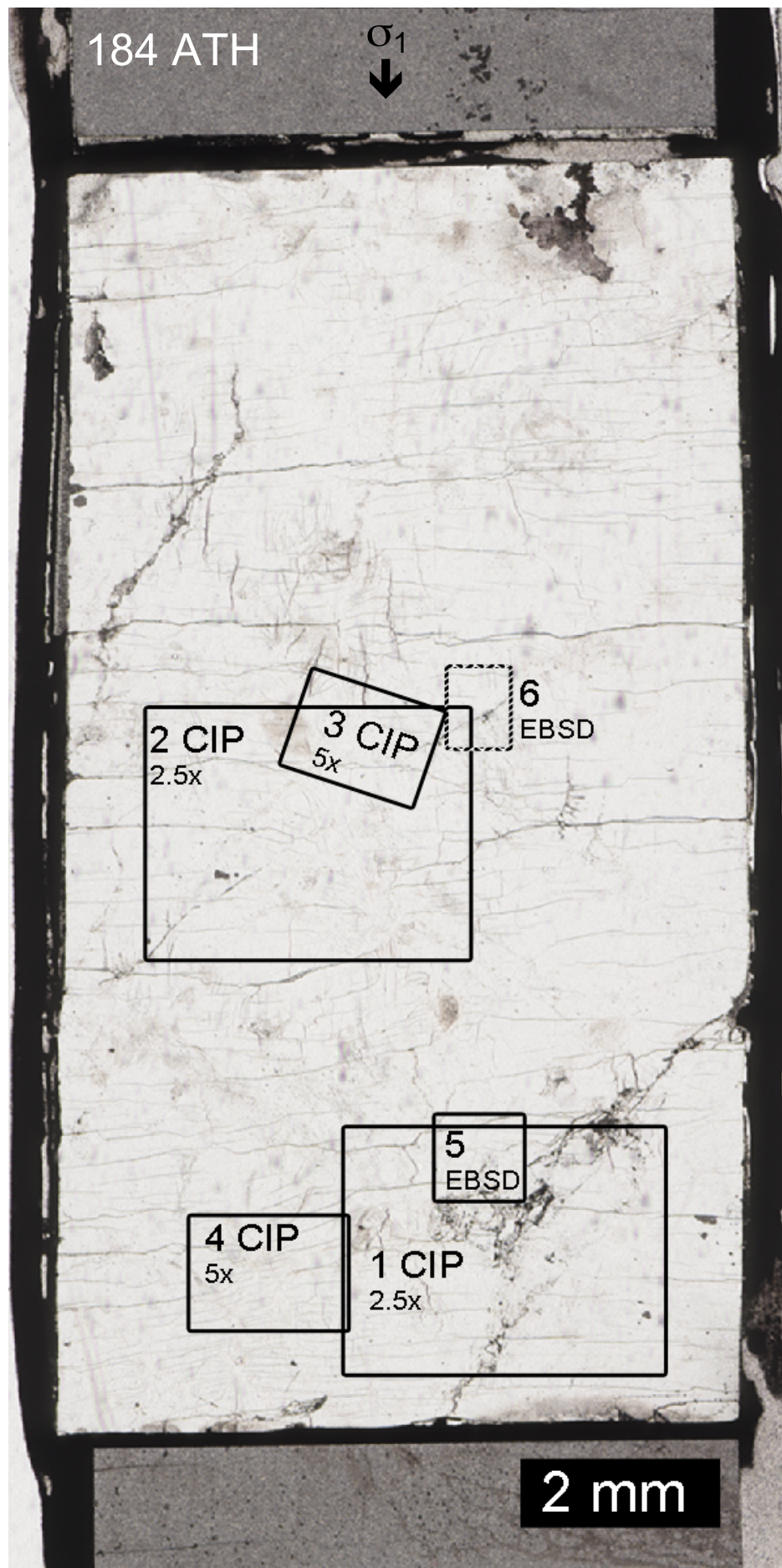


EBSD- Aufnahmen
182 ATH, a)
Orientierungsbild
eingefärbt
entsprechend der
IPF – CLUT, b)
Euler RGB
eingefärbt
entsprechend Euler
–CLUT, c) EBSD
Polfiguren, d) COI
und zugehörige
CLUT gerechnet
aus Euler RGB.



2 mm

Dickschliff 182 ATH mit FTIR Messpunkten (rote Kreuze) und entsprechenden Werten der Wassergehaltberechnungen in H/10⁶Si.



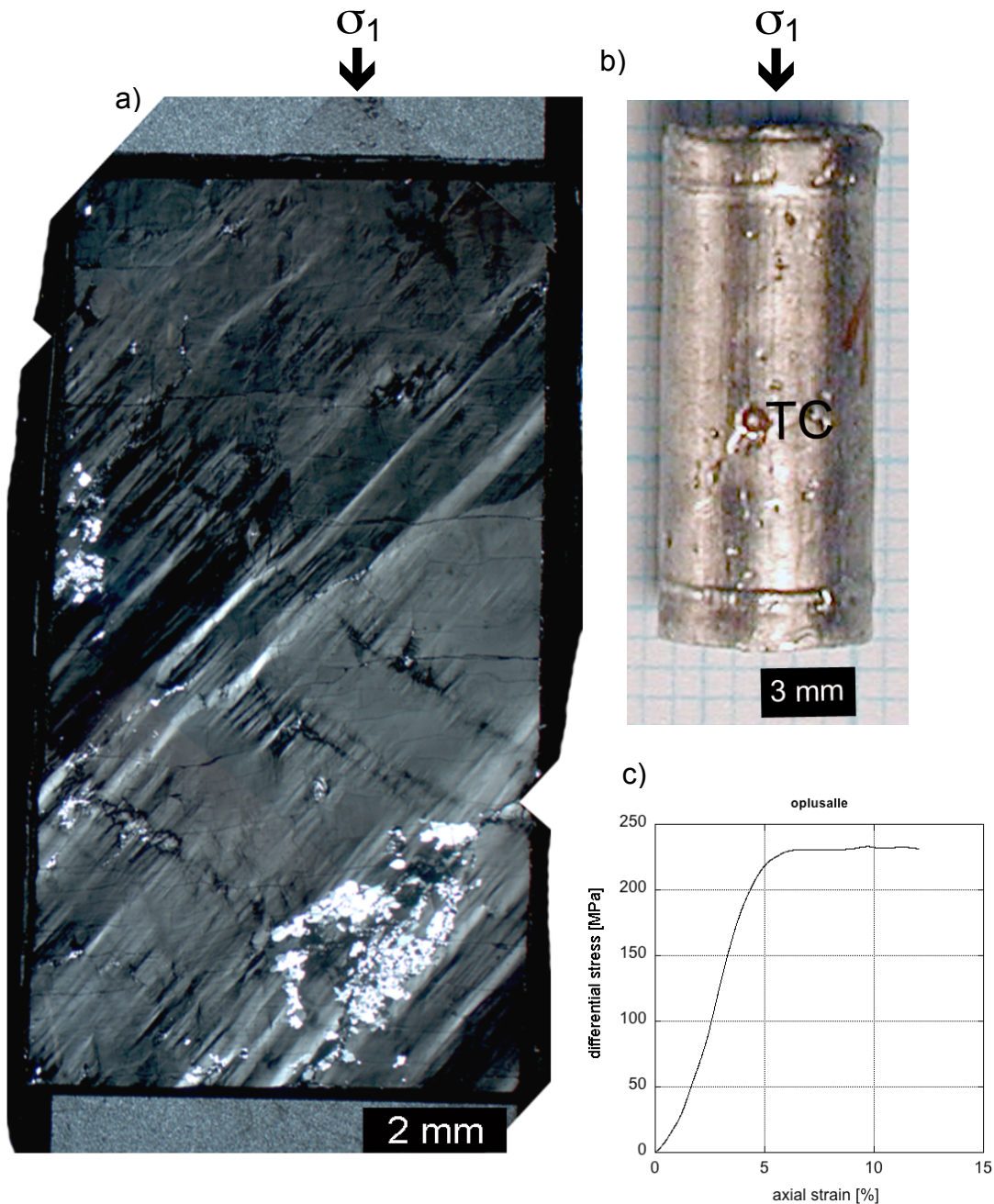
184 ATH

Orientierung: O^+

$T = 900^\circ\text{C}$, $P_c = 1500 \text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 1 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

Strain: 4.1%

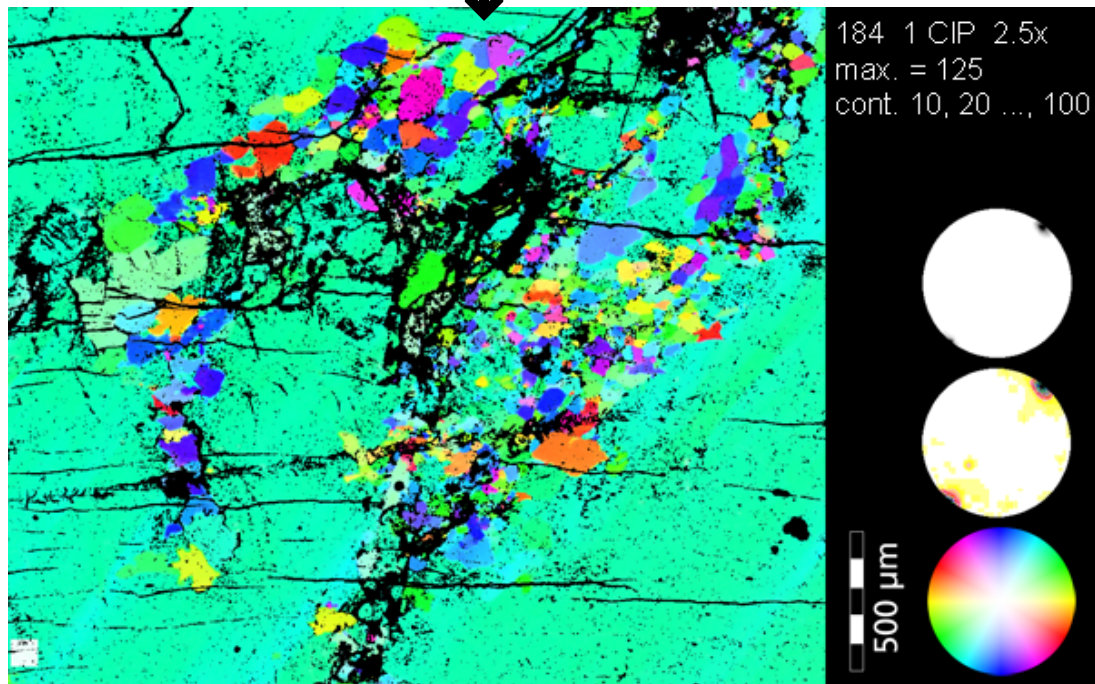
Angewandte Methoden: CIP, EBSD, FTIR



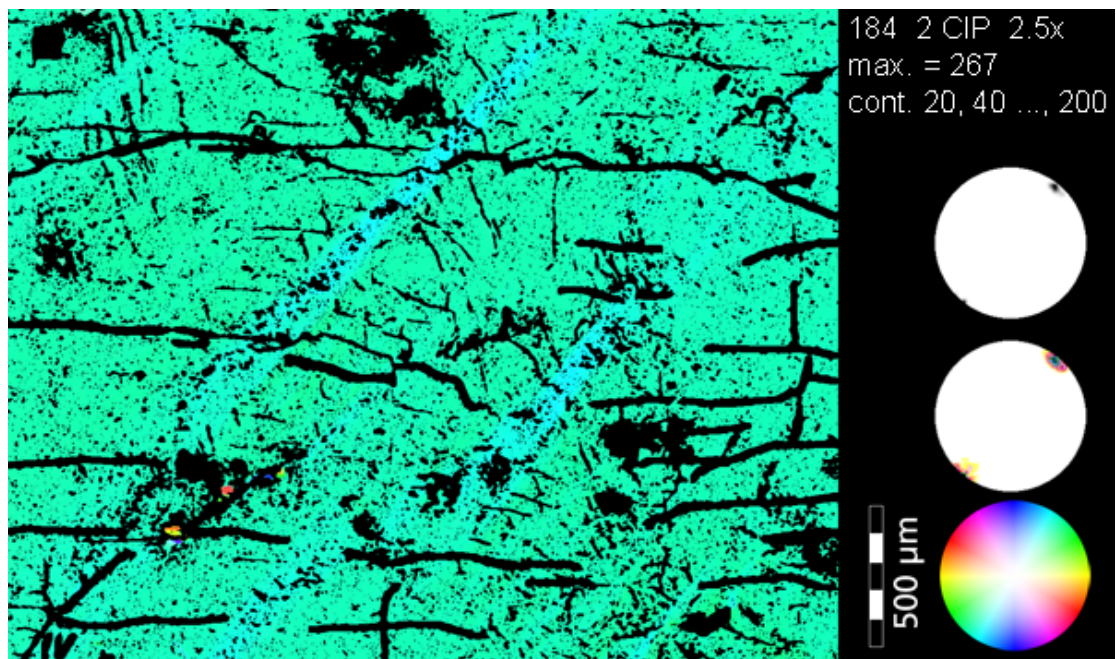
a) Dünnschliff 184 ATH (gekreuzte Polarisatoren, zur besseren Visualisierung wurden die Polarisatoren nahe zu parallel zur schrägen c-Achse gedreht). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel. c) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)).

1) CIP

σ_1
↓



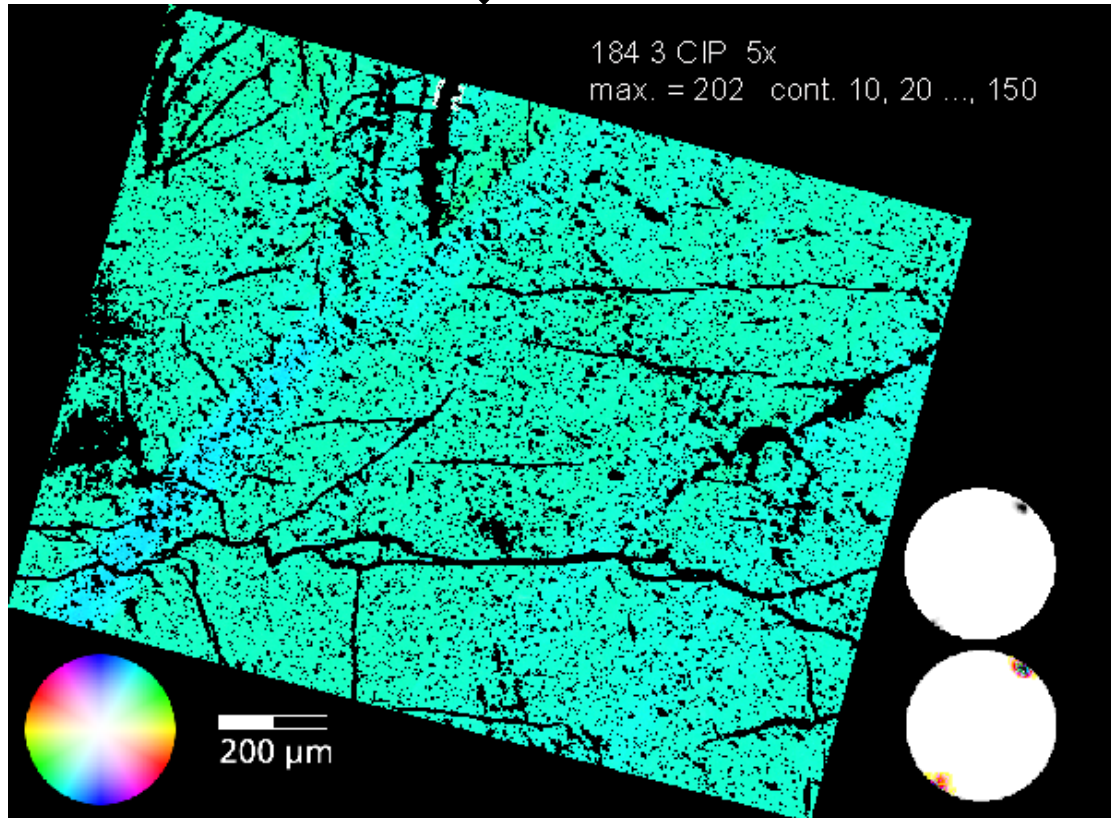
2) CIP



COI's 184 ATH mit [c]-Achsen-Polfiguren (oben Grauwerte, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI).

3) CIP

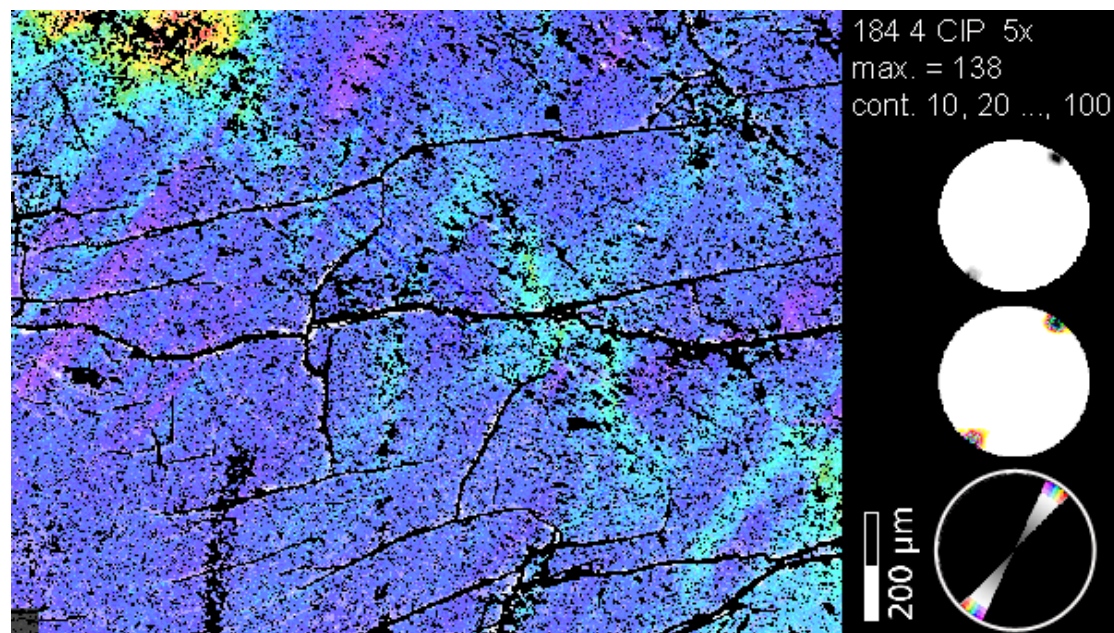
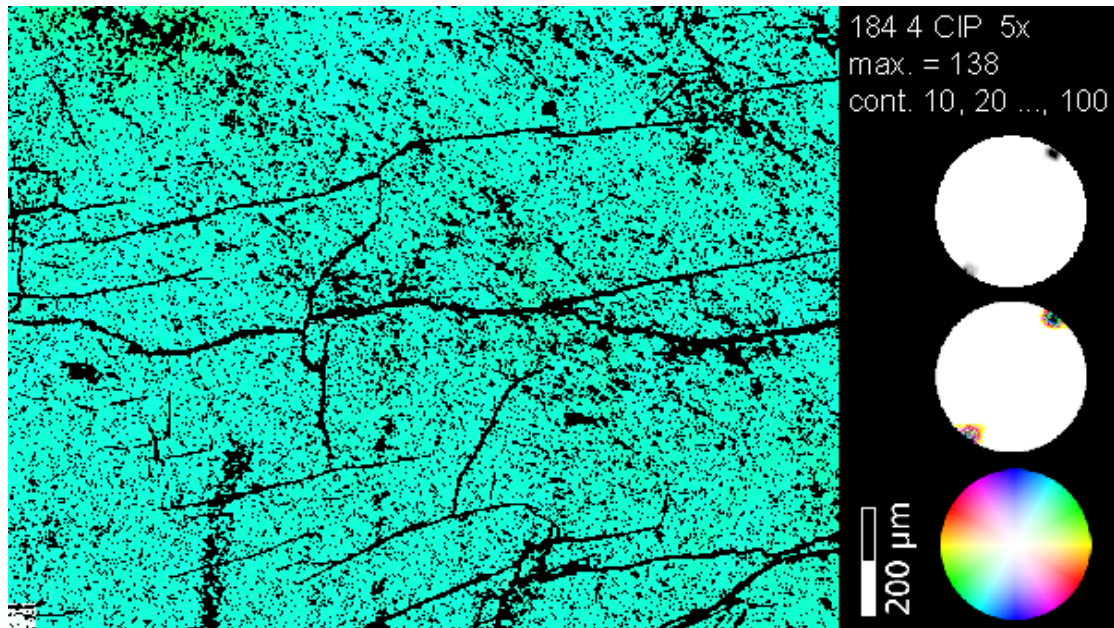
σ_1
↓



COI 184 ATH mit [c]-Achsen-Polfiguren (oben Grauwerte, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI)

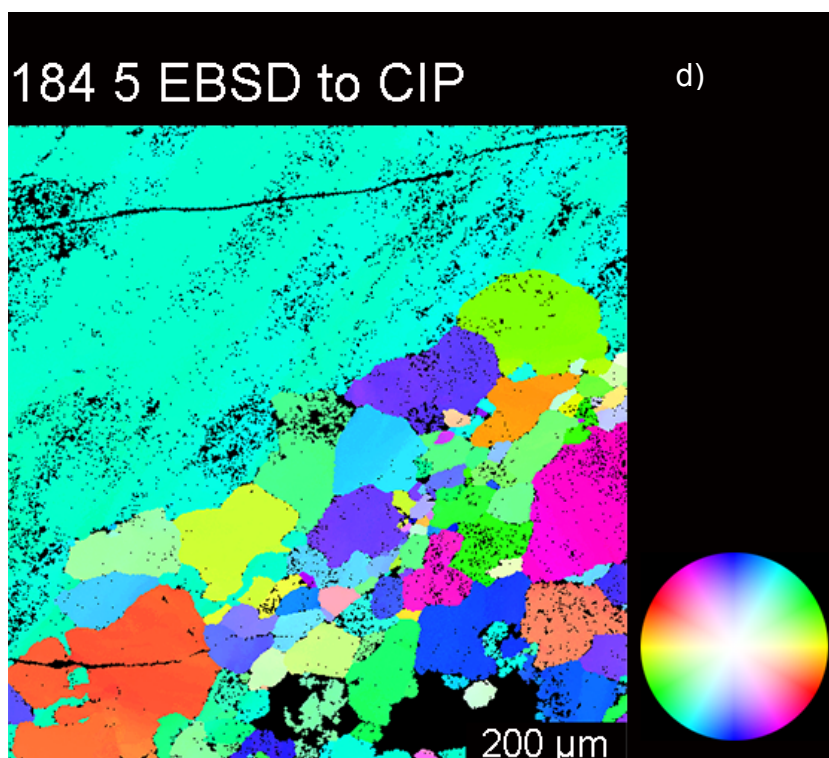
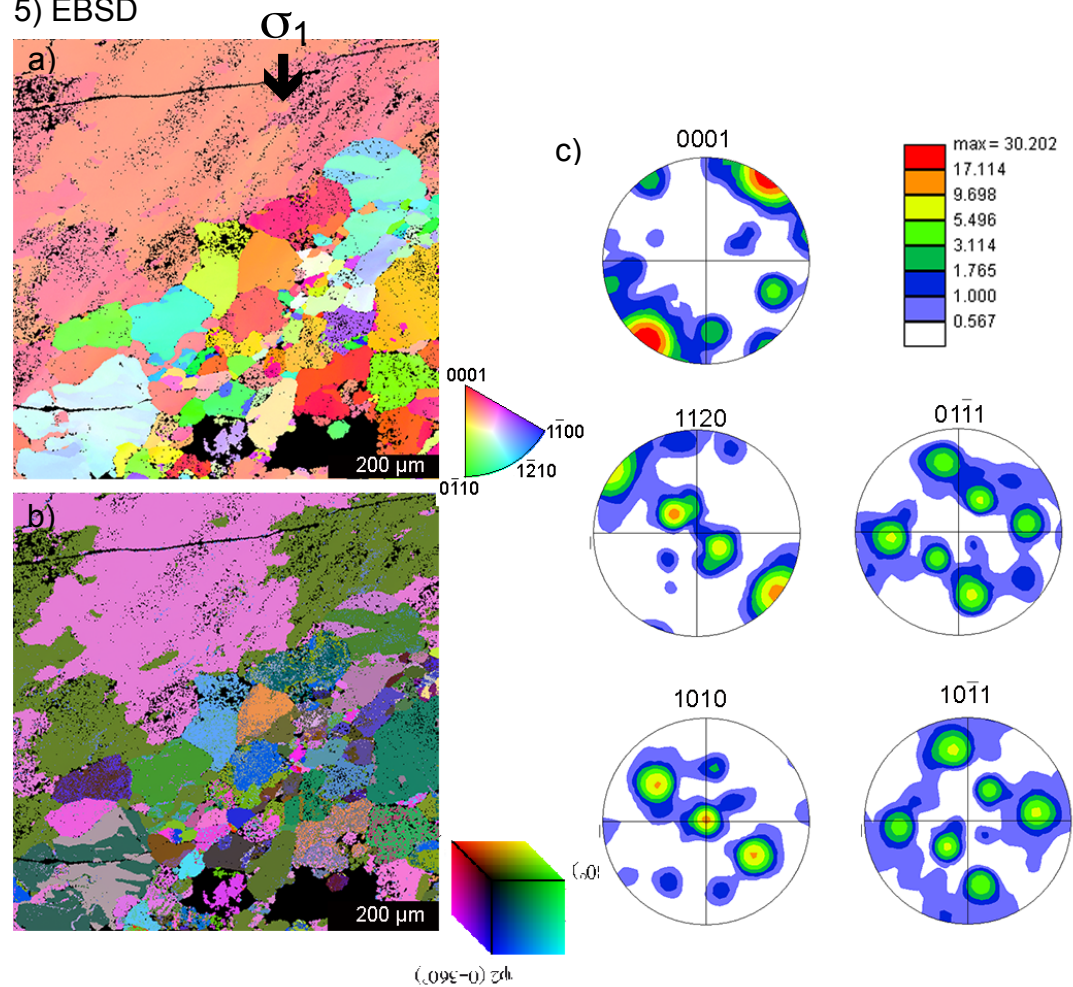
4) CIP

σ_1
↓



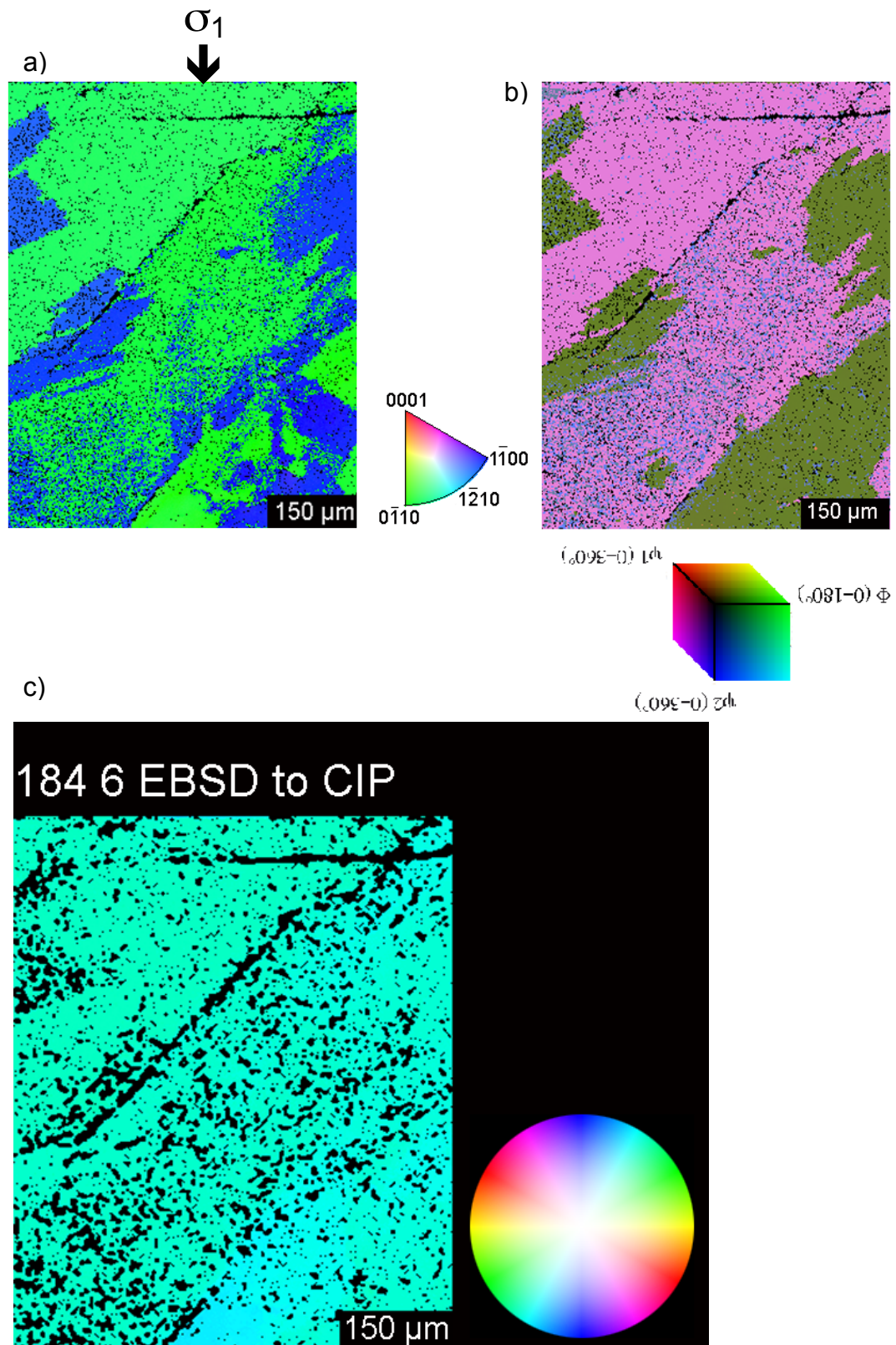
COI's 184's ATH mit [c]-Achsen-Polfiguren (oben Grauwerte, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI), untere Abbildung mit CLUT speziell für diese Probe

5) EBSD

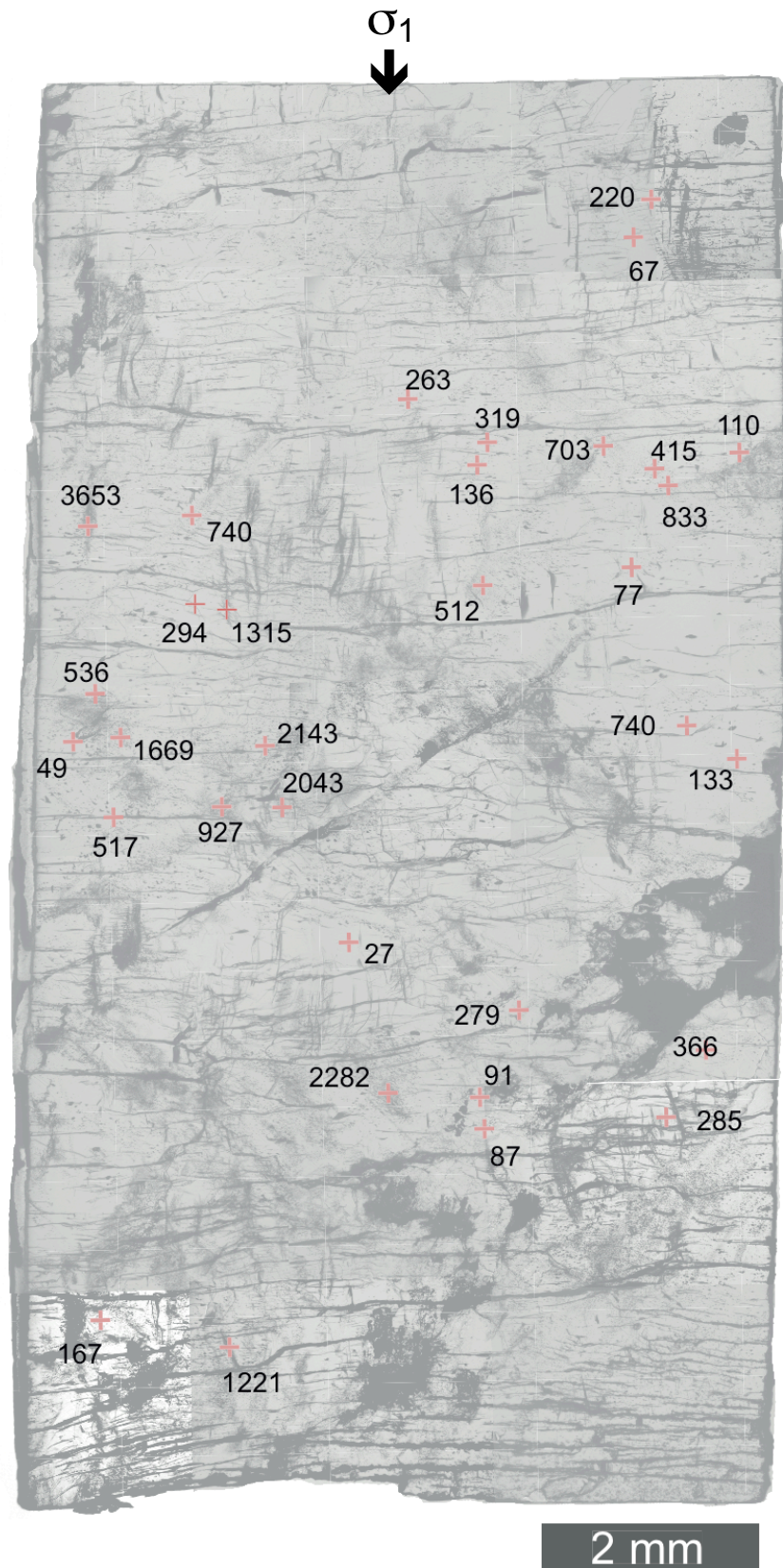


EBSD- Aufnahmen 184
ATH, a) Orientierungsbild
eingefärbt entsprechend
der IPF – CLUT, b) Euler
RGB eingefärbt
entsprechend Euler –
CLUT, c) EBSD
Polfiguren, d) COI und
zugehörige CLUT
gerechnet aus Euler RGB.

6) EBSD



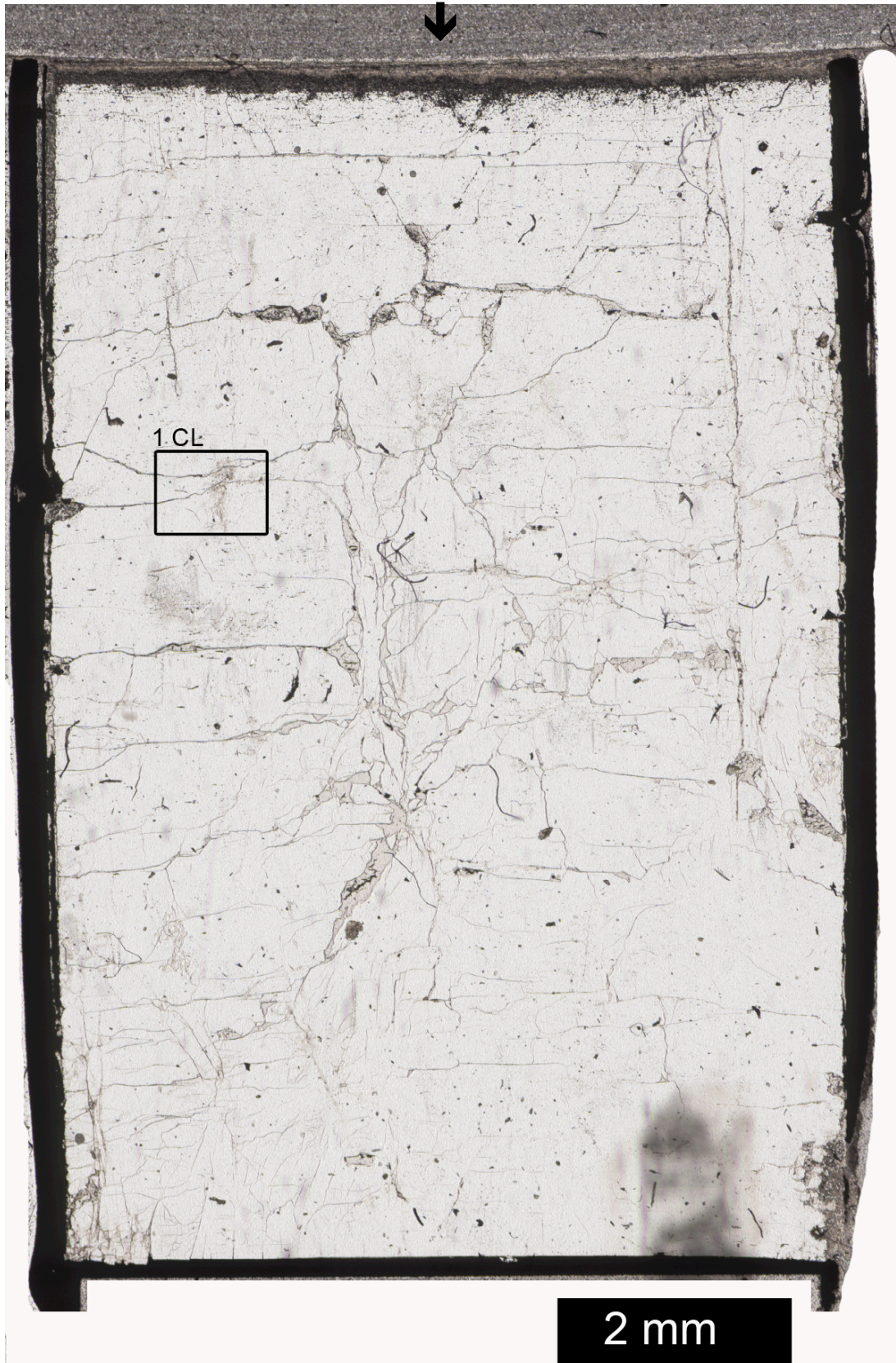
EBSD- Aufnahmen 184 ATH, a) Orientierungsbild eingefärbt entsprechend der IPF – CLUT, b) Euler RGB eingefärbt entsprechend Euler –CLUT, c) COI und zugehörige CLUT gerechnet aus Euler RGB.



Dickschliff 184 ATH mit FTIR Messpunkten (rote Kreuze) und entsprechenden Werten der Wassergehaltberechnungen in H/10⁶Si.

186 ATH

σ_1
↓



186 ATH

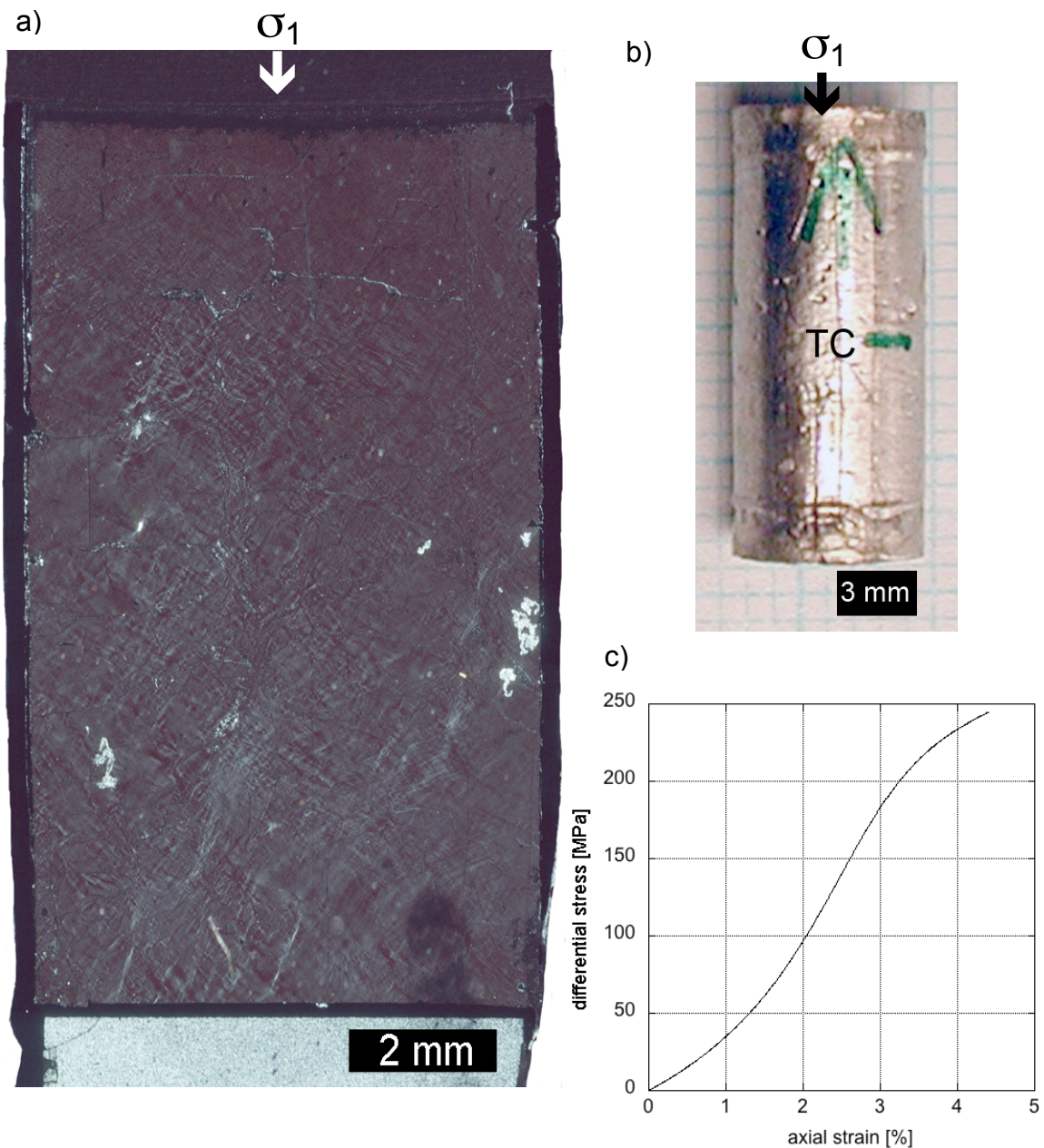
Orientierung: $\perp m$

$T = 900^\circ\text{C}$, $P_c = 699\text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 1.43 \cdot 10^{-6}\text{ s}^{-1}$

Strain: 4.4%

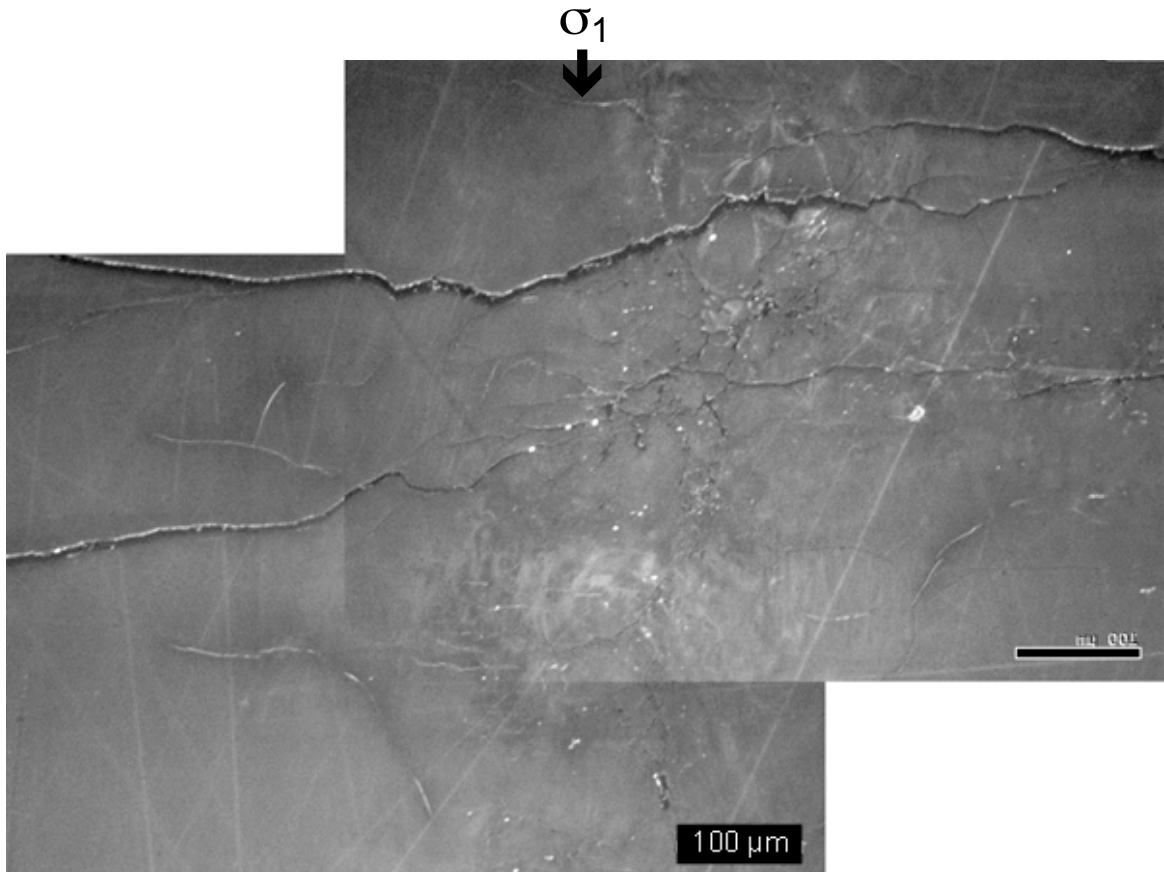
Bemerkung: zwei Dünnschliffe

Angewandte Methoden: CL, FTIR (Testmessungen, vgl. Appendix B)



a) Dünnschliff 186 ATH (gekreuzte Polarisatoren). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel. c) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)).

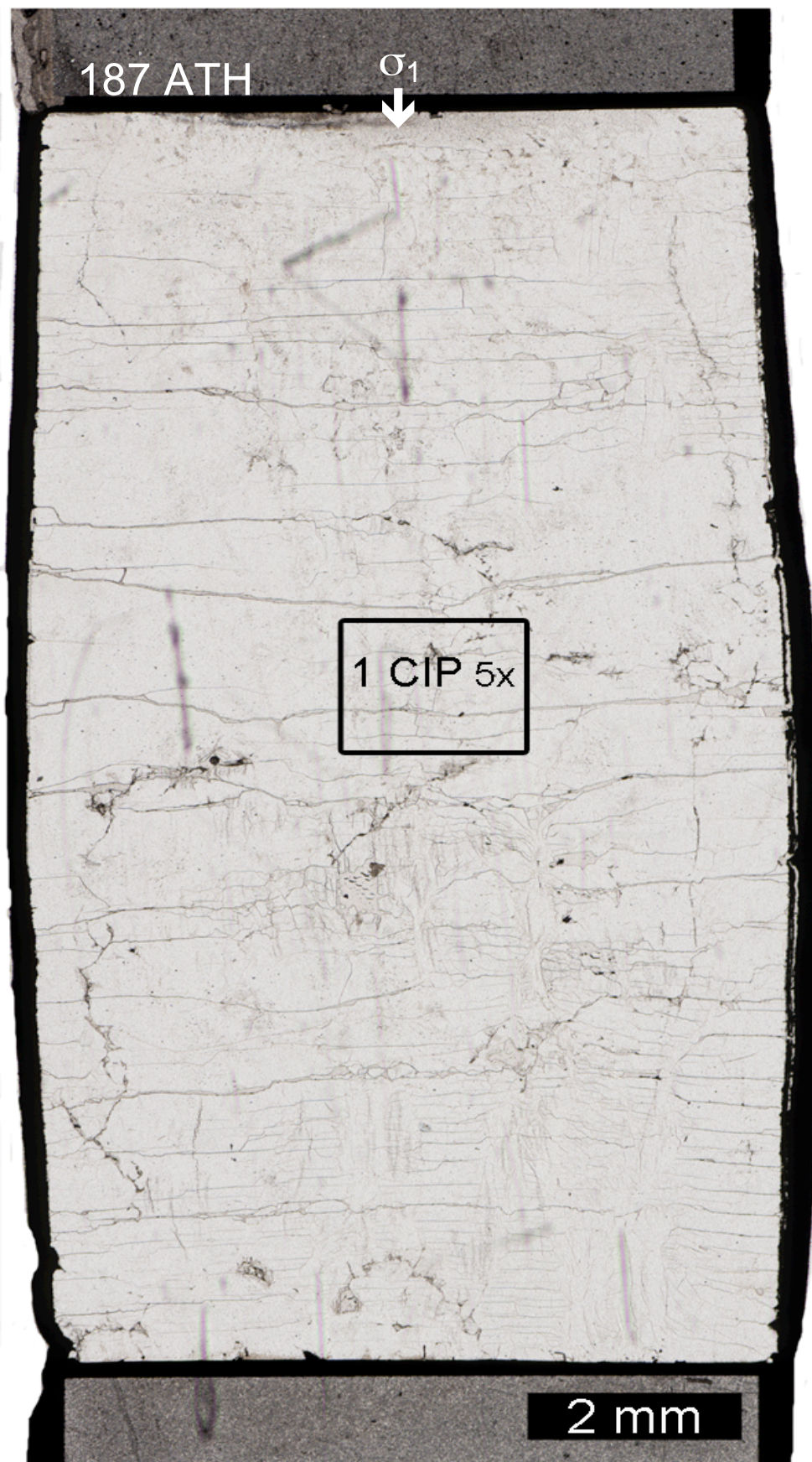
1) CL



SEM-CL Aufnahme 186 ATH.



Dünnschliff 1 (gekreuzte Polarisatoren, sehr schlechte Qualität).



187 ATH

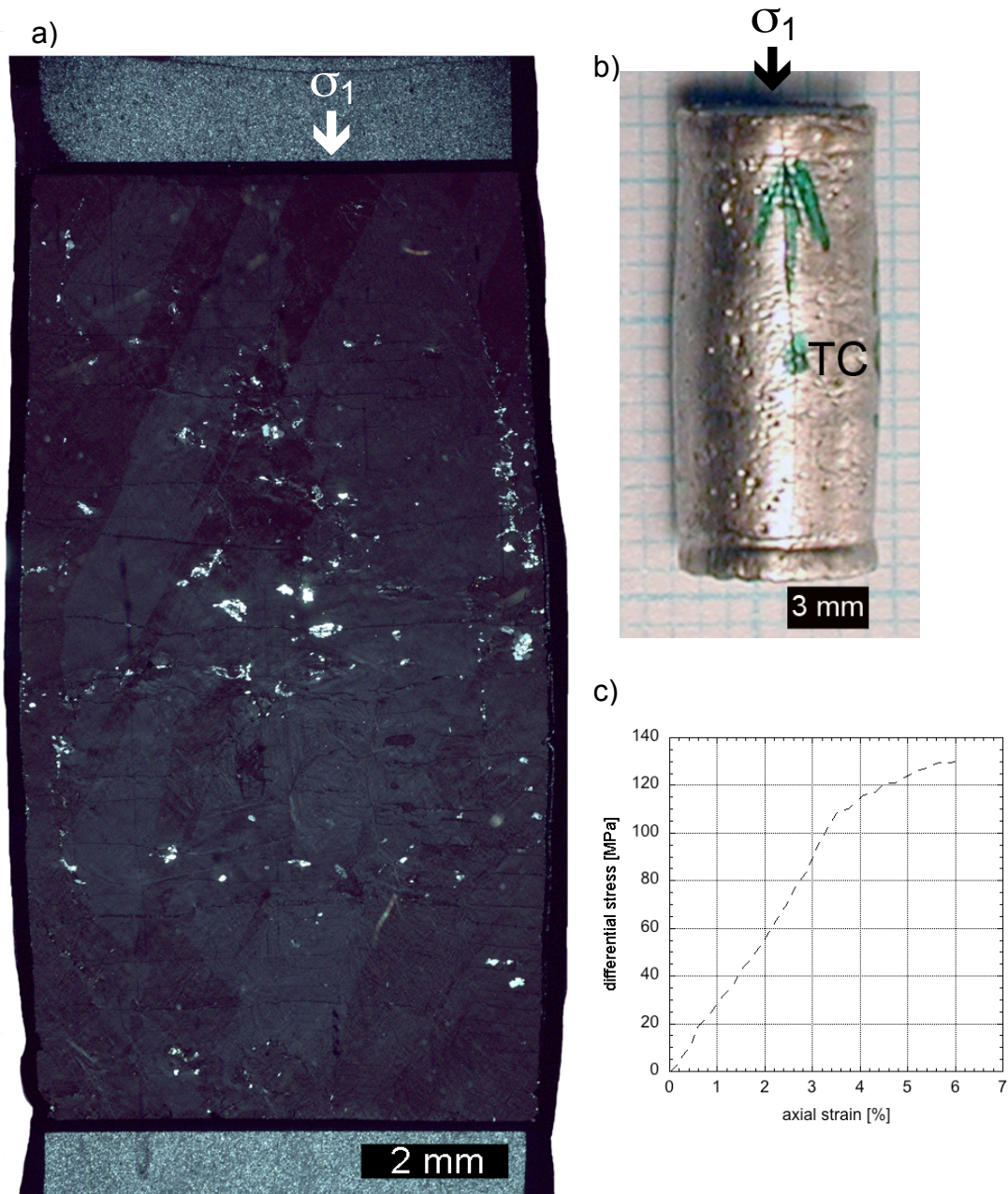
Orientierung: $\perp m$

$T = 900^\circ\text{C}$, $P_c = 1500 \text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 1.23 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

Strain: min. 3.1% vom Dünnschliff, min 6.2% durch rigC4

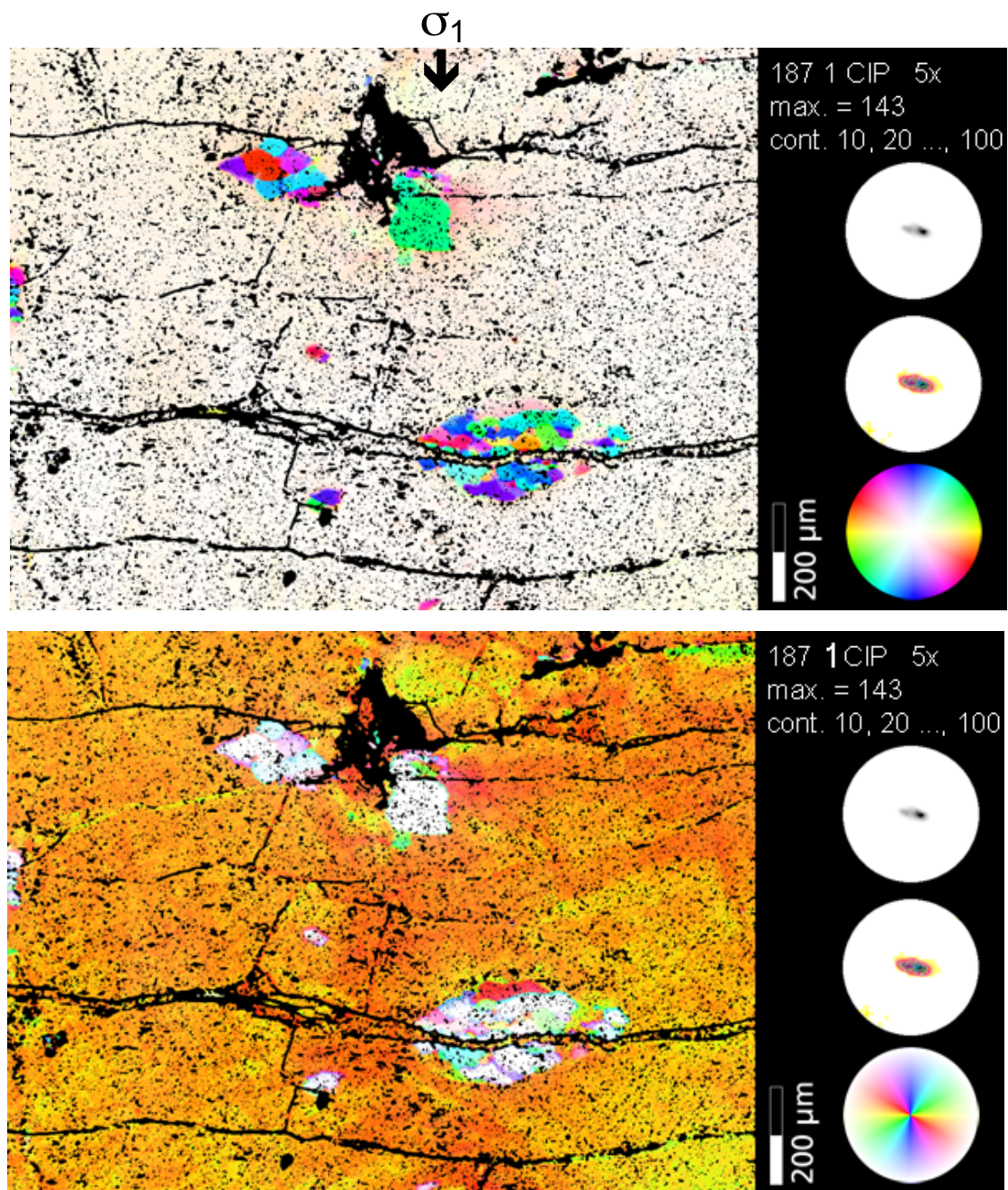
Bemerkung: kein definierter hit point

Angewandte Methoden: CIP, FTIR (Testmessungen, vgl. Appendix B)



a) Dünnschliff 187 ATH (gekreuzte Polarisatoren). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel. c) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)).

1) CIP



COI's 187 ATH mit [c]-Achsen-Polfiguren (oben Grauwerte, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI).

189 ATH



1 CIP 10x

5 CL

3 CIP 10x

2 CIP 10x

6 CL

4 CIP 2.5x

2 mm

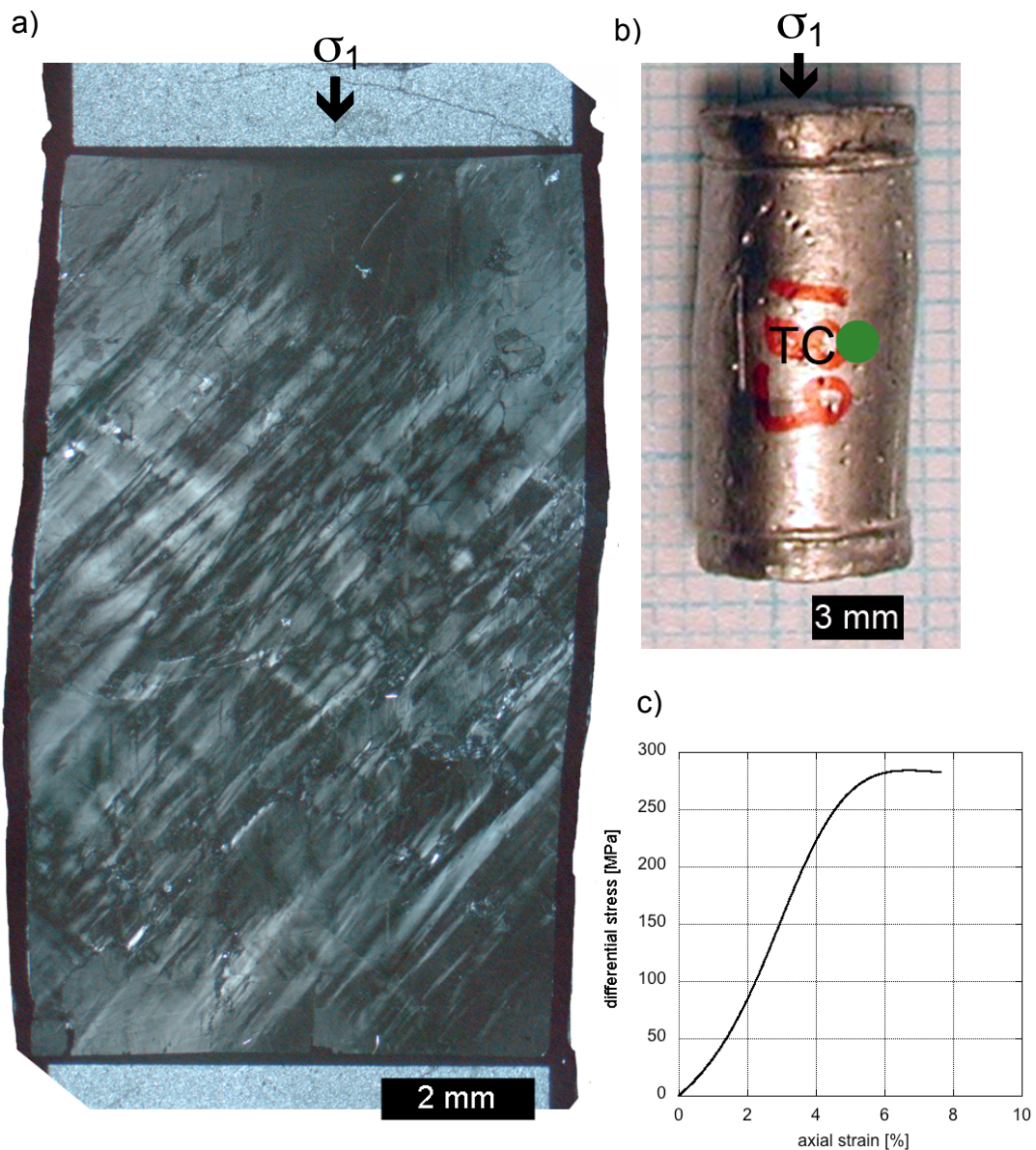
189 ATH

Orientierung: O^+

$T = 900^\circ\text{C}$, $P_c = 700 \text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 1 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

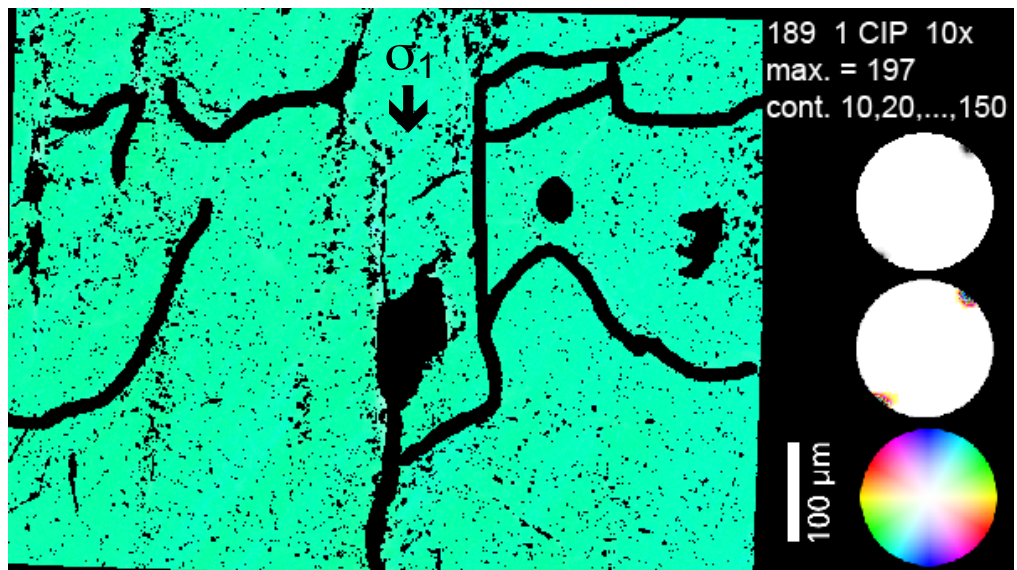
Strain: 7.6%

Angewandte Methoden: CIP, CL, FTIR

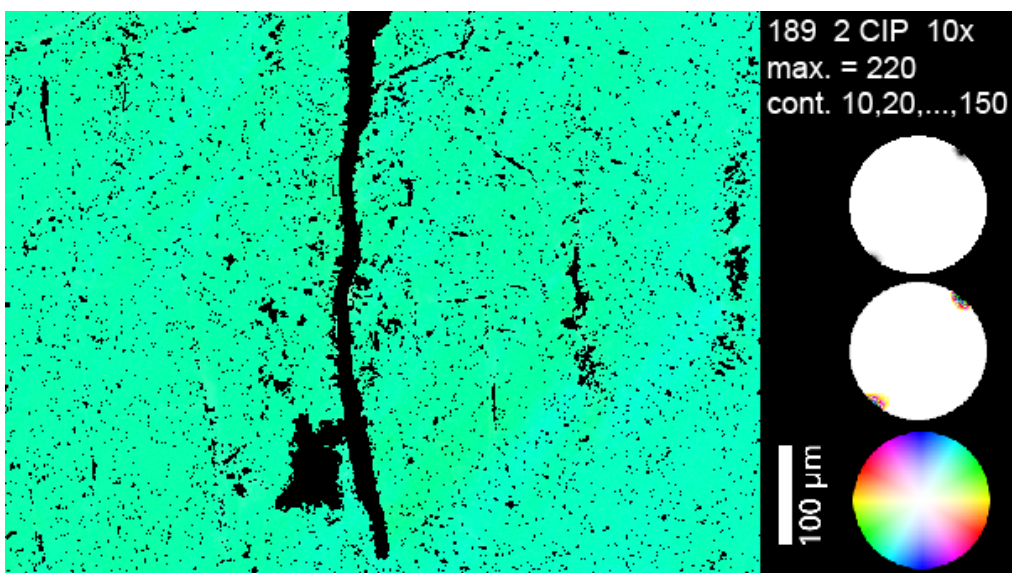


a) Dünnschliff 189 ATH (gekreuzte Polarisatoren, zur besseren Visualisierung wurden die Polarisatoren nahe zu parallel zur schrägen c-Achse gedreht). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel. c) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)).

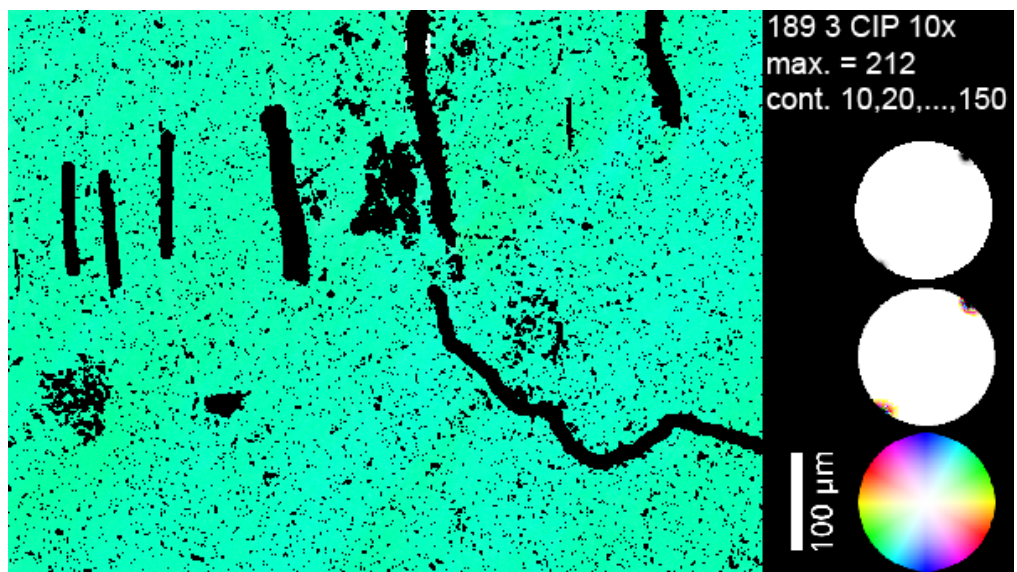
1)CIP



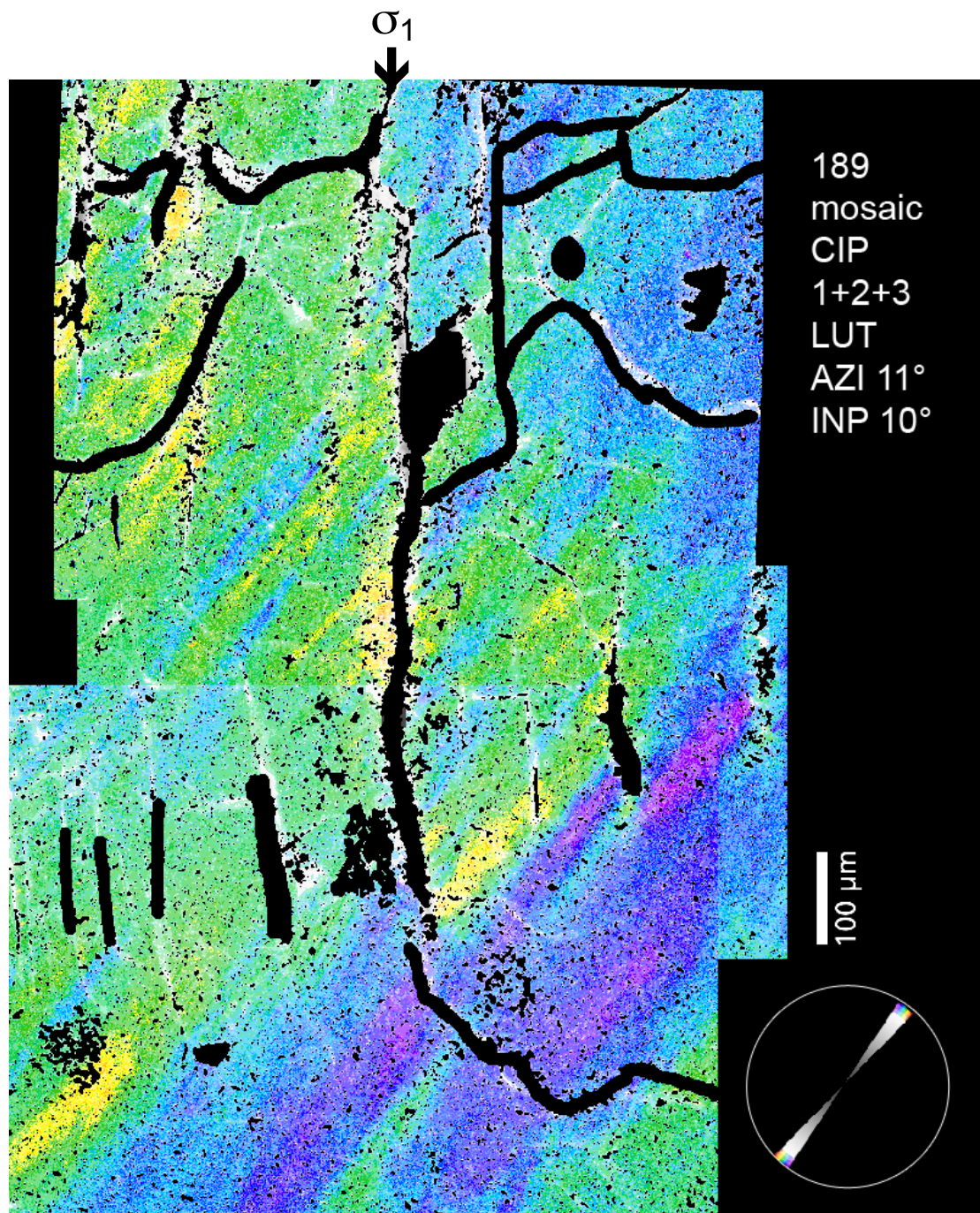
2)CIP



3)CIP

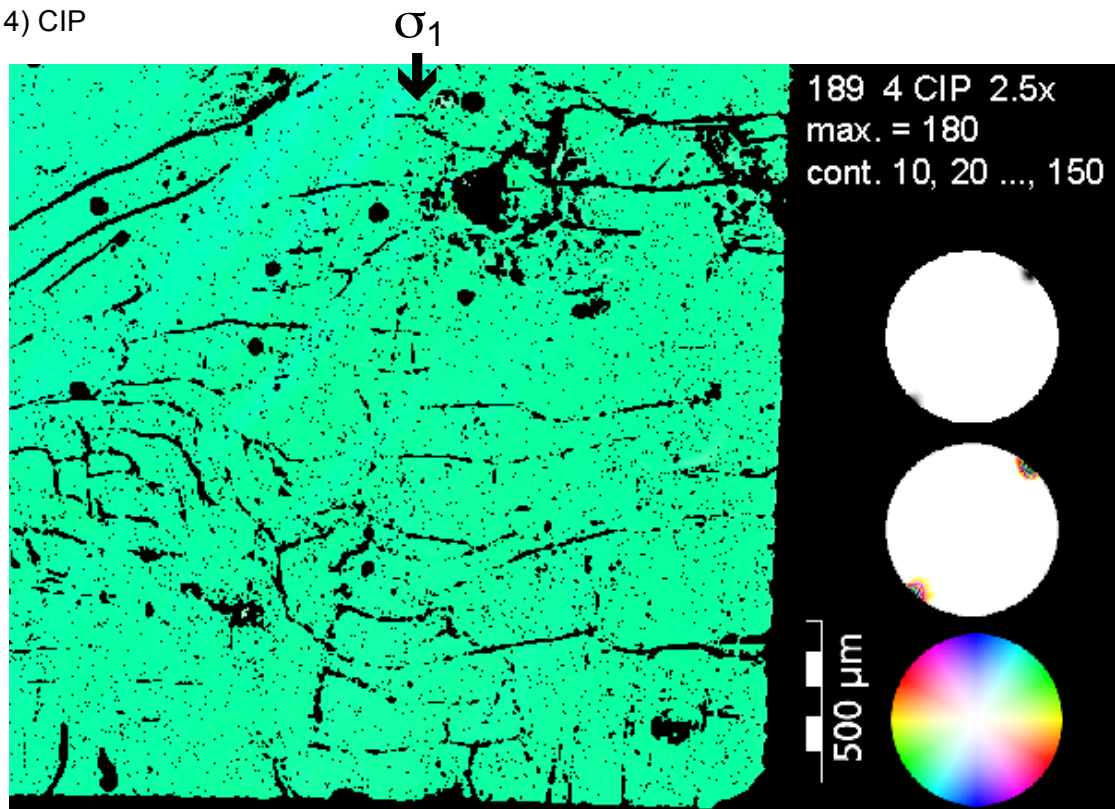


COI's 189 ATH mit [c]-Achsen-Polfiguren (oben Grauwerte, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI).



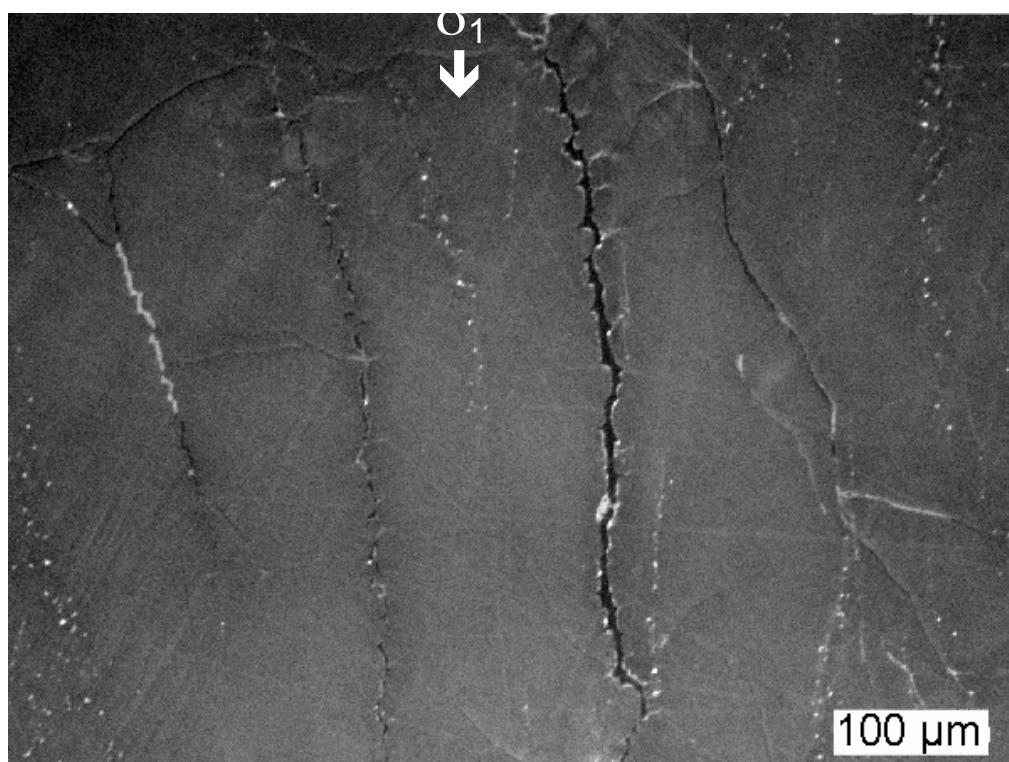
COI 189 ATH, Mosaik aus CIP 1, 2 und 3 mit CLUT speziell für diese Probe.

4) CIP



COI 189 ATH mit [c]-Achsen-Polfiguren (oben Grauwerte, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI).

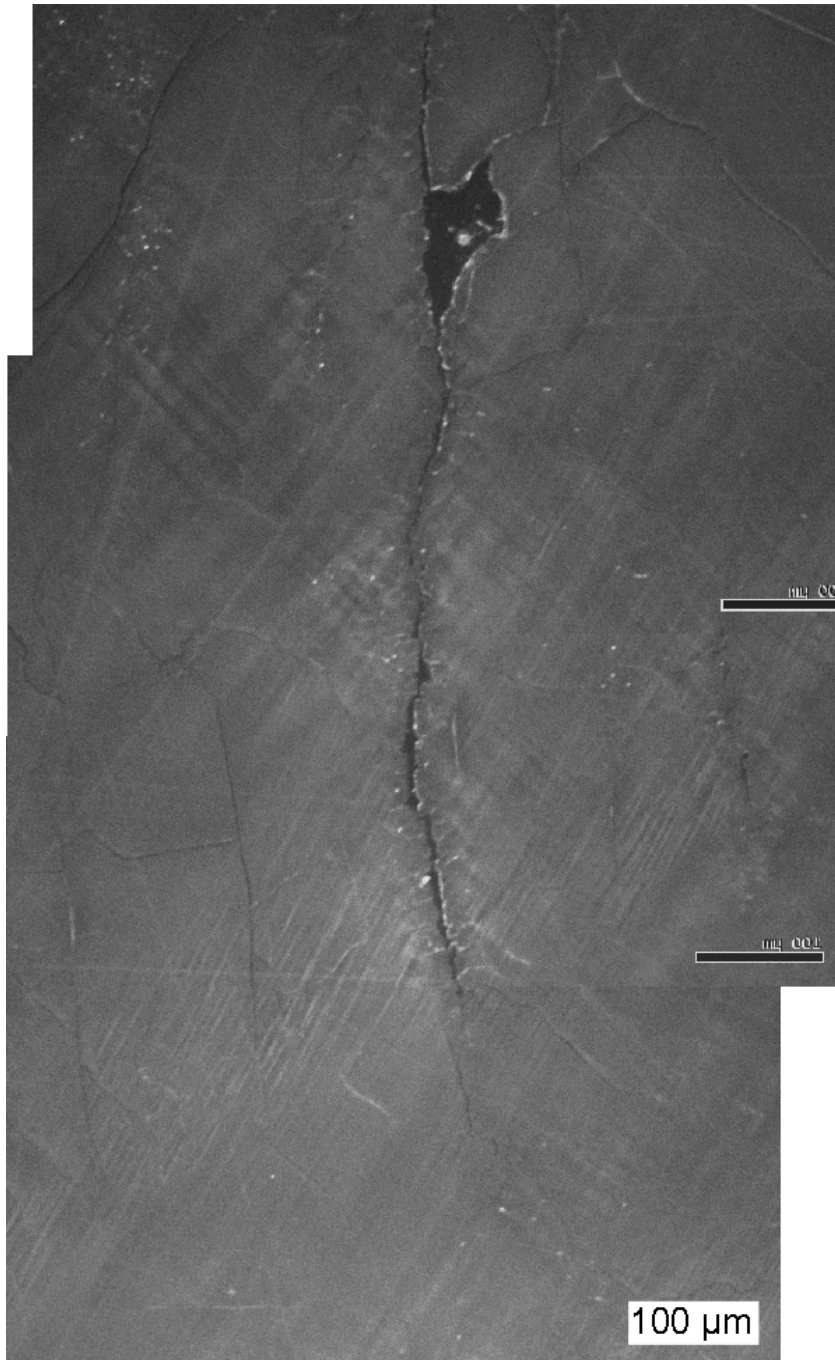
6) CL



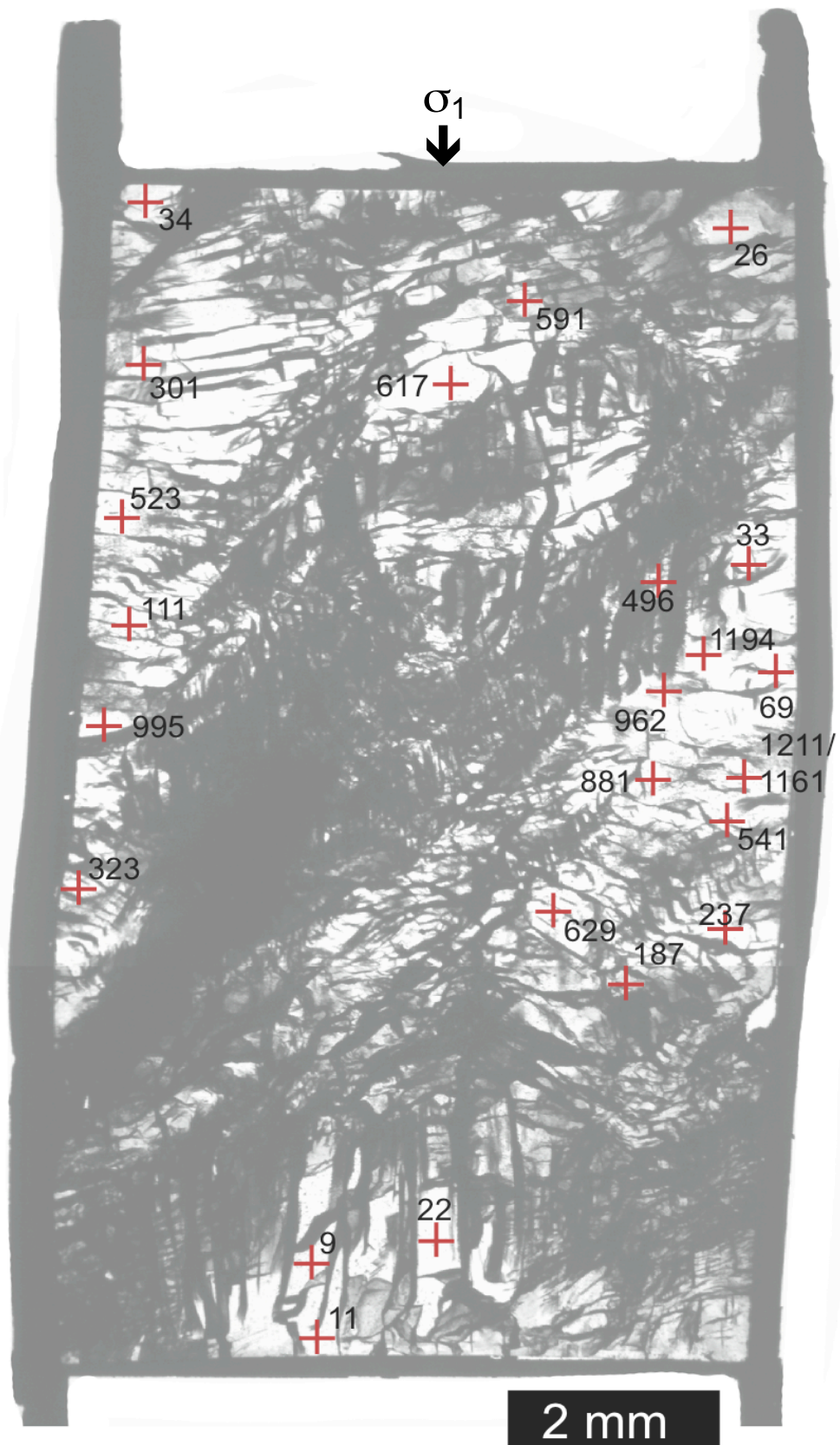
SEM-CL Aufnahme 189 ATH.

5) CL

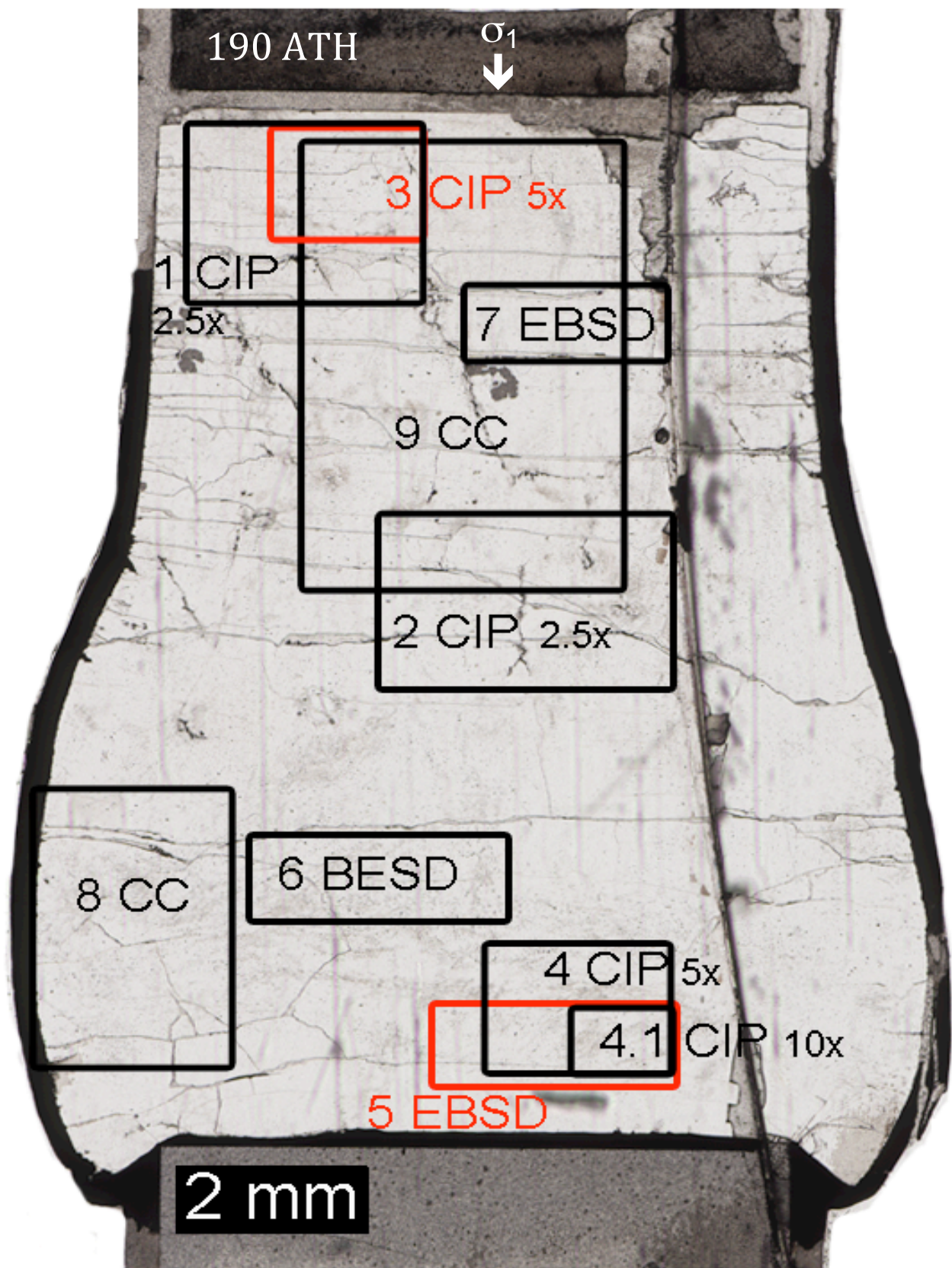
σ_1
↓



SEM-CL Aufnahme 189 ATH.



Dickschliff 189 ATH mit FTIR Messpunkten (rote Kreuze) und entsprechenden Werten der Wassergehaltberechnungen in $\text{H}/10^6\text{Si}$.



190 ATH

Orientierung : $\perp m$

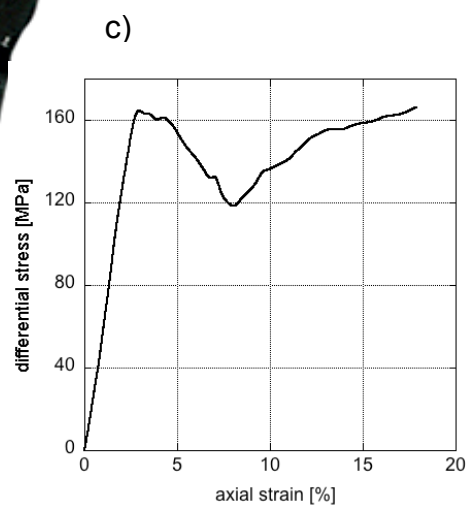
$T = 900^{\circ}\text{C}$, $P_c = 1500 \text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 1.61 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

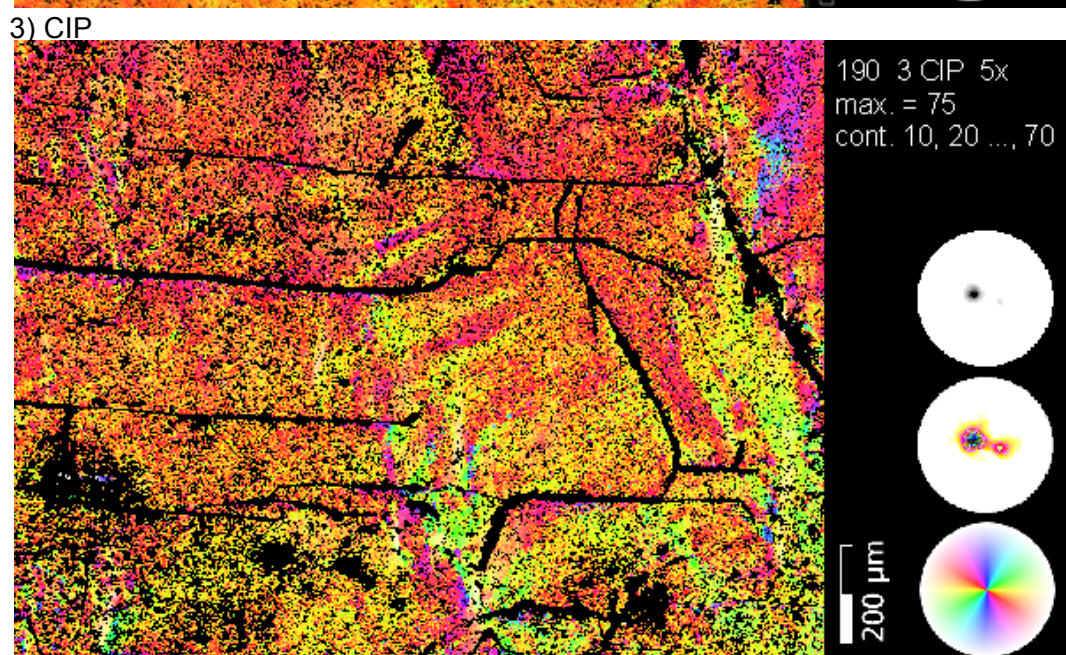
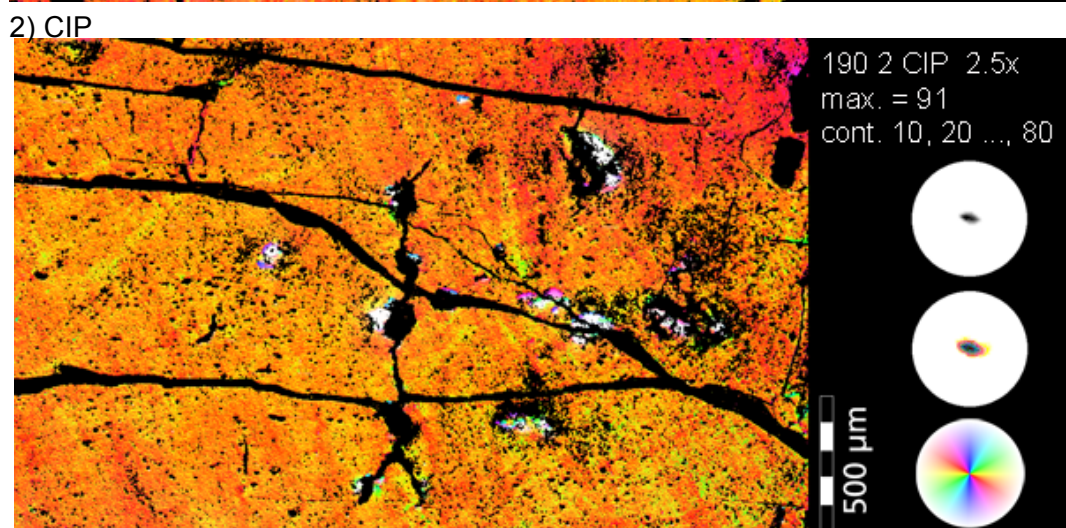
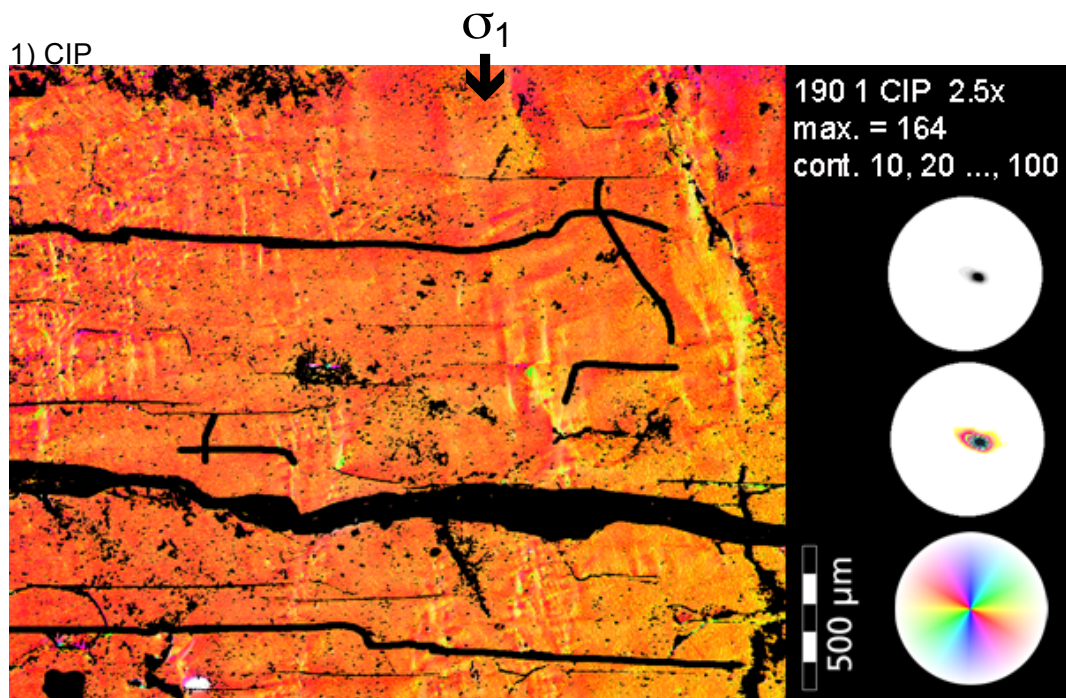
Strain: 17.9%

Angewandte Methoden: CC, CIP, EBSD, FTIR

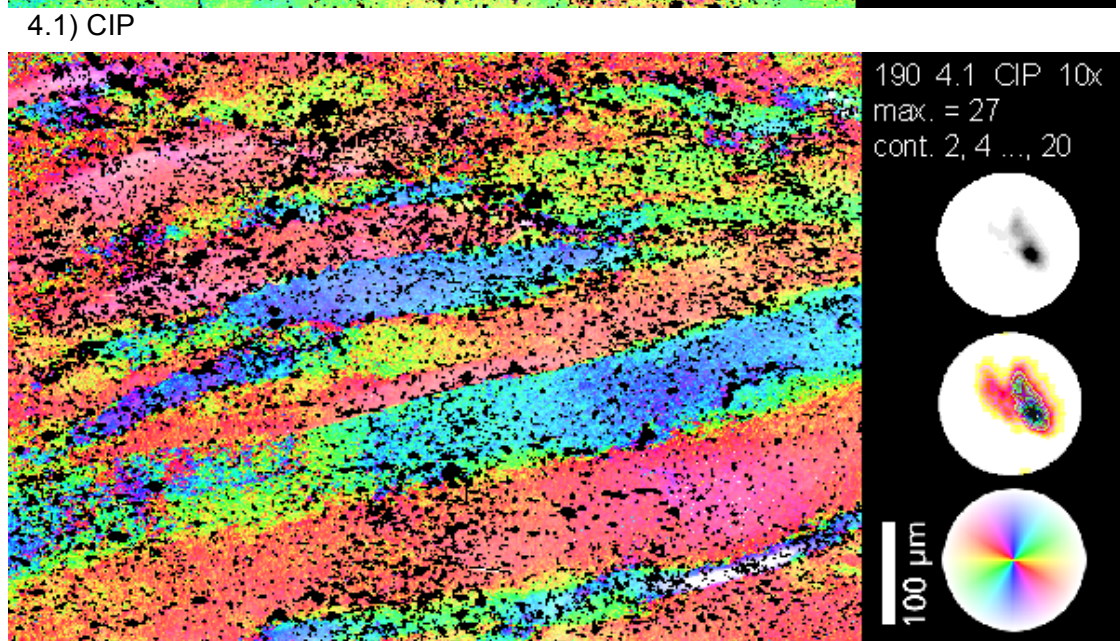
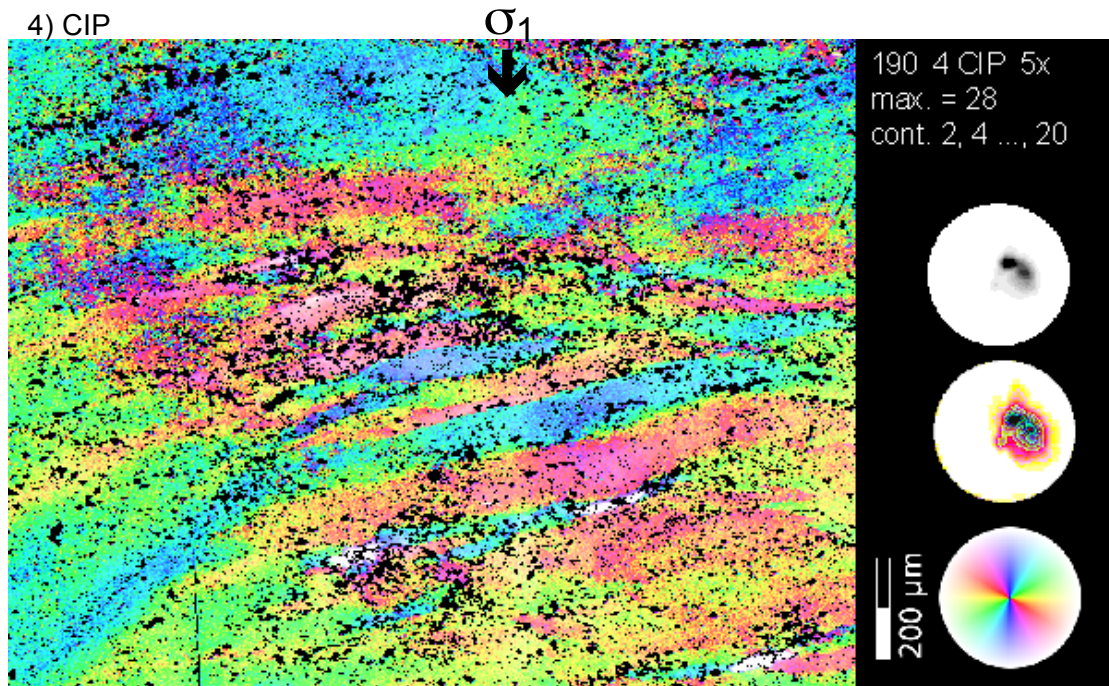


a) Dünnschliff 190 ATH (gekreuzte Polarisatoren). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel. c) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)).



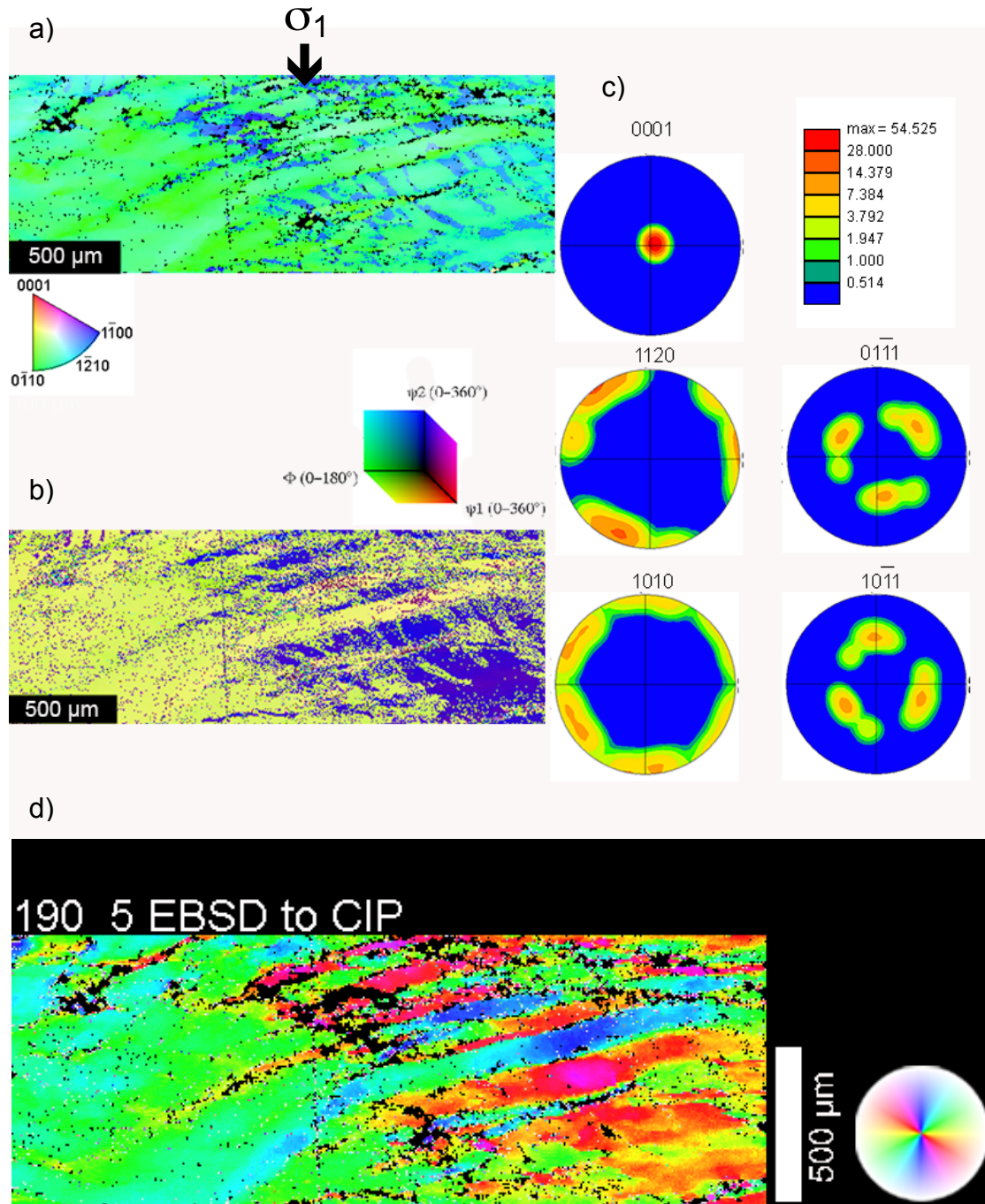


COI's 190 ATH mit Polfiguren (oberen Grauwerten, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI).



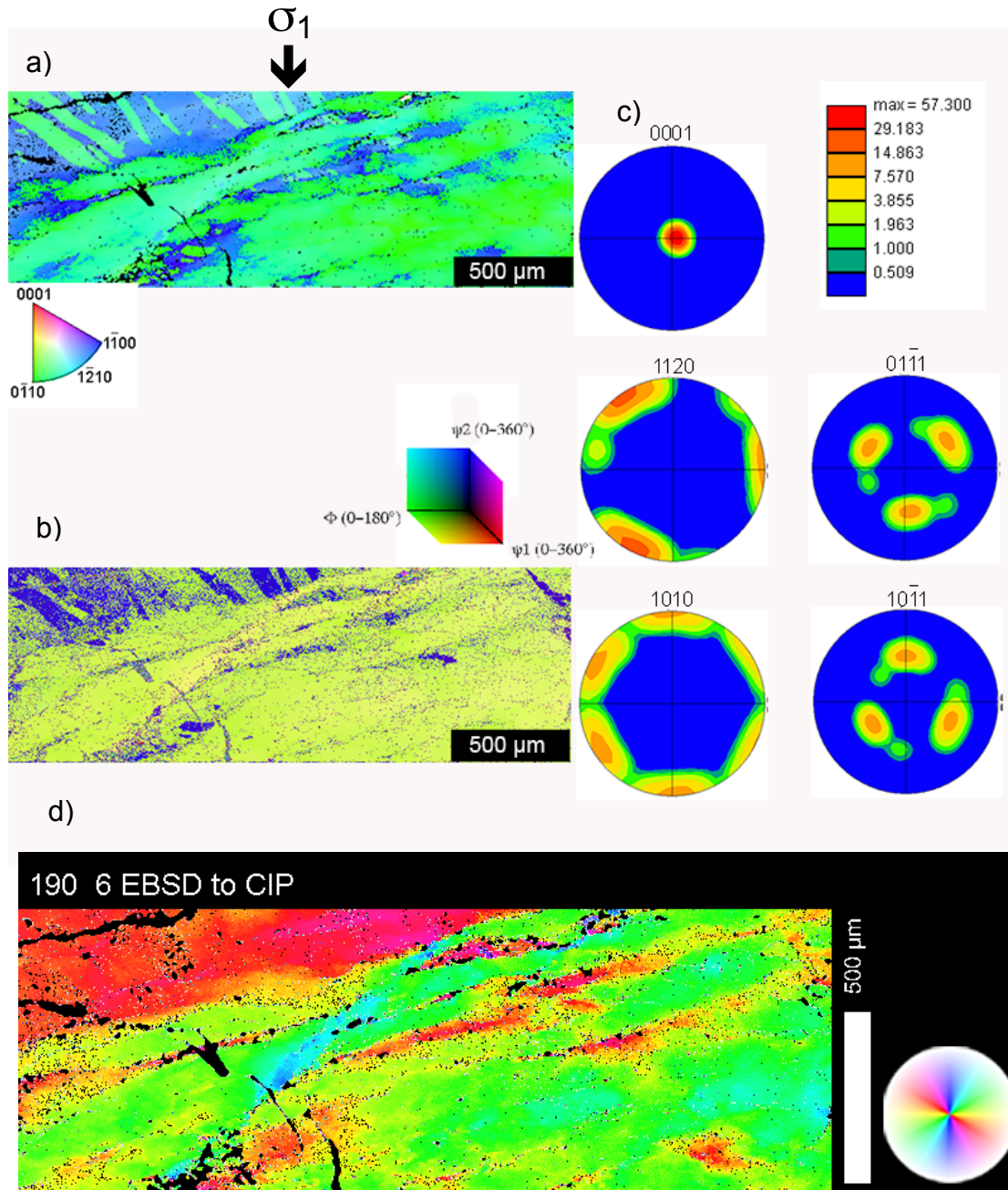
COI's 190 ATH mit Polfiguren (oberen Grauwerten, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI).

5) EBSD



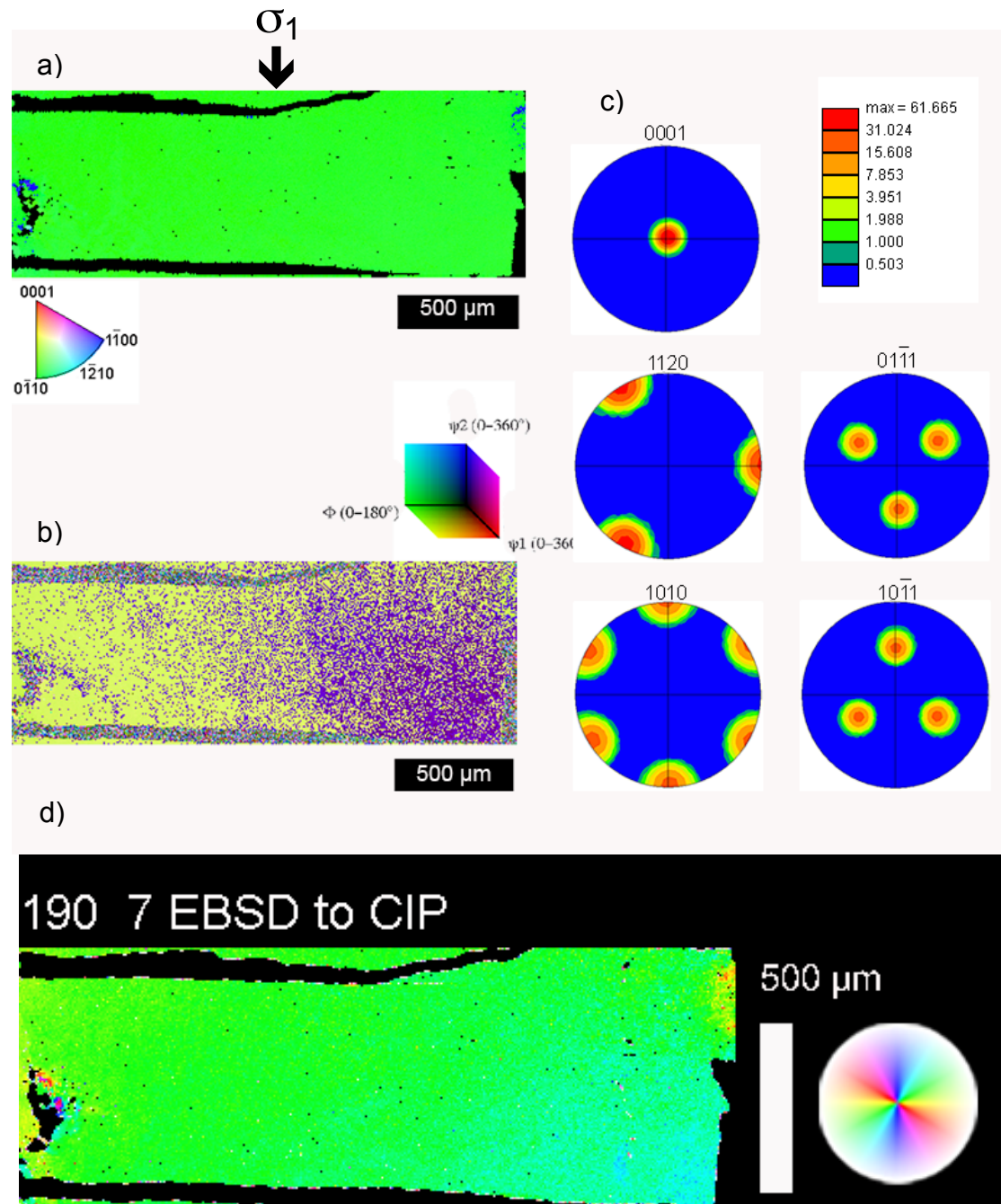
EBSD- Aufnahmen 190 ATH, a) Orientierungsbild eingefärbt entsprechend der IPF – CLUT, b) Euler RGB eingefärbt entsprechend Euler –CLUT, c) EBSD Polfiguren, d) COI und zugehörige CLUT gerechnet aus Euler RGB.

6) EBSD



EBSD- Aufnahmen 190 ATH, a) Orientierungsbild eingefärbt entsprechend der IPF – CLUT, b) Euler RGB eingefärbt entsprechend Euler –CLUT, c) EBSD Polfiguren, d) COI und zugehörige CLUT gerechnet aus Euler RGB.

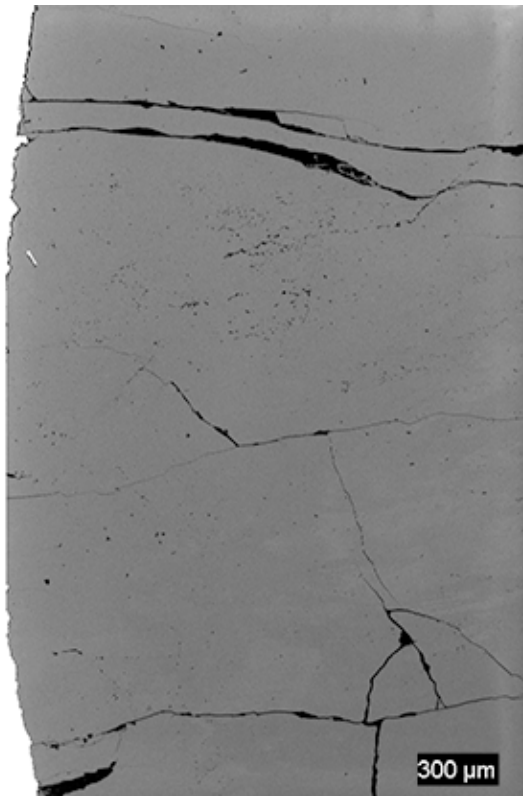
7) EBSD



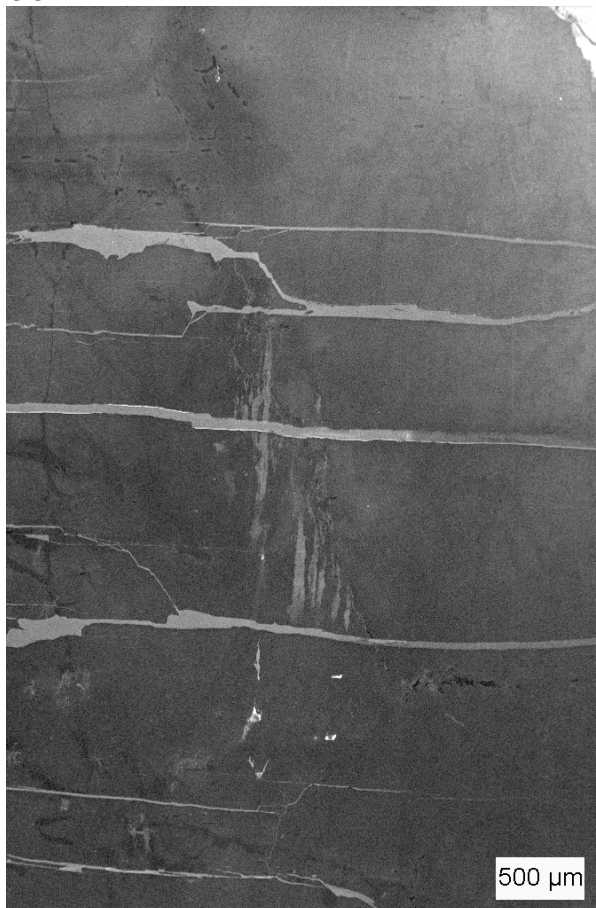
EBSD- Aufnahmen 190 ATH, a) Orientierungsbild eingefärbt entsprechend der IPF – CLUT, b) Euler RGB eingefärbt entsprechend Euler –CLUT, c) EBSD Polfiguren, d) COI und zugehörige CLUT gerechnet aus Euler RGB.

8) CC

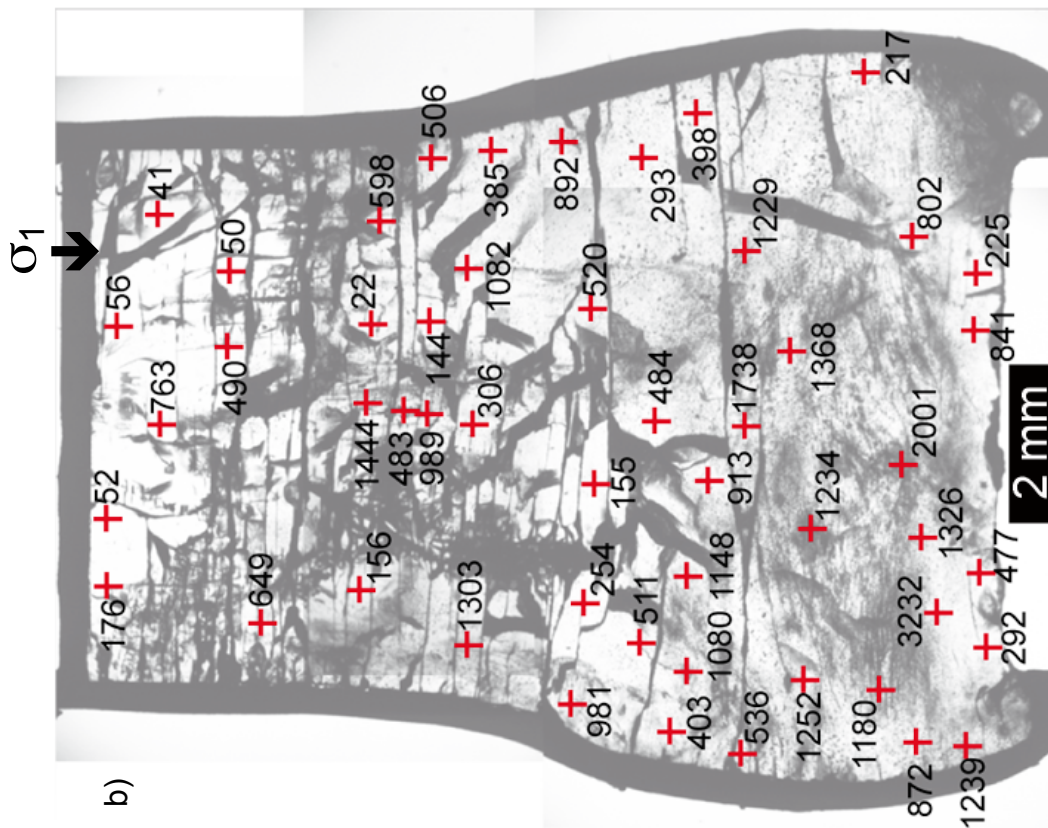
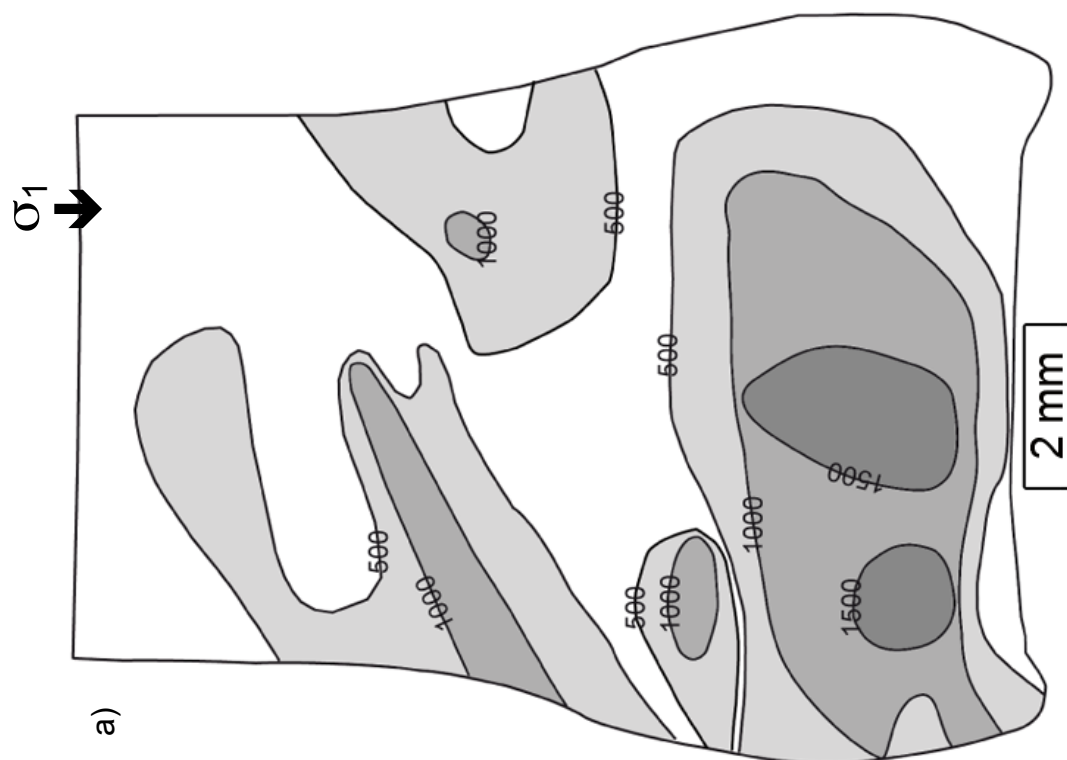
σ_1
↓



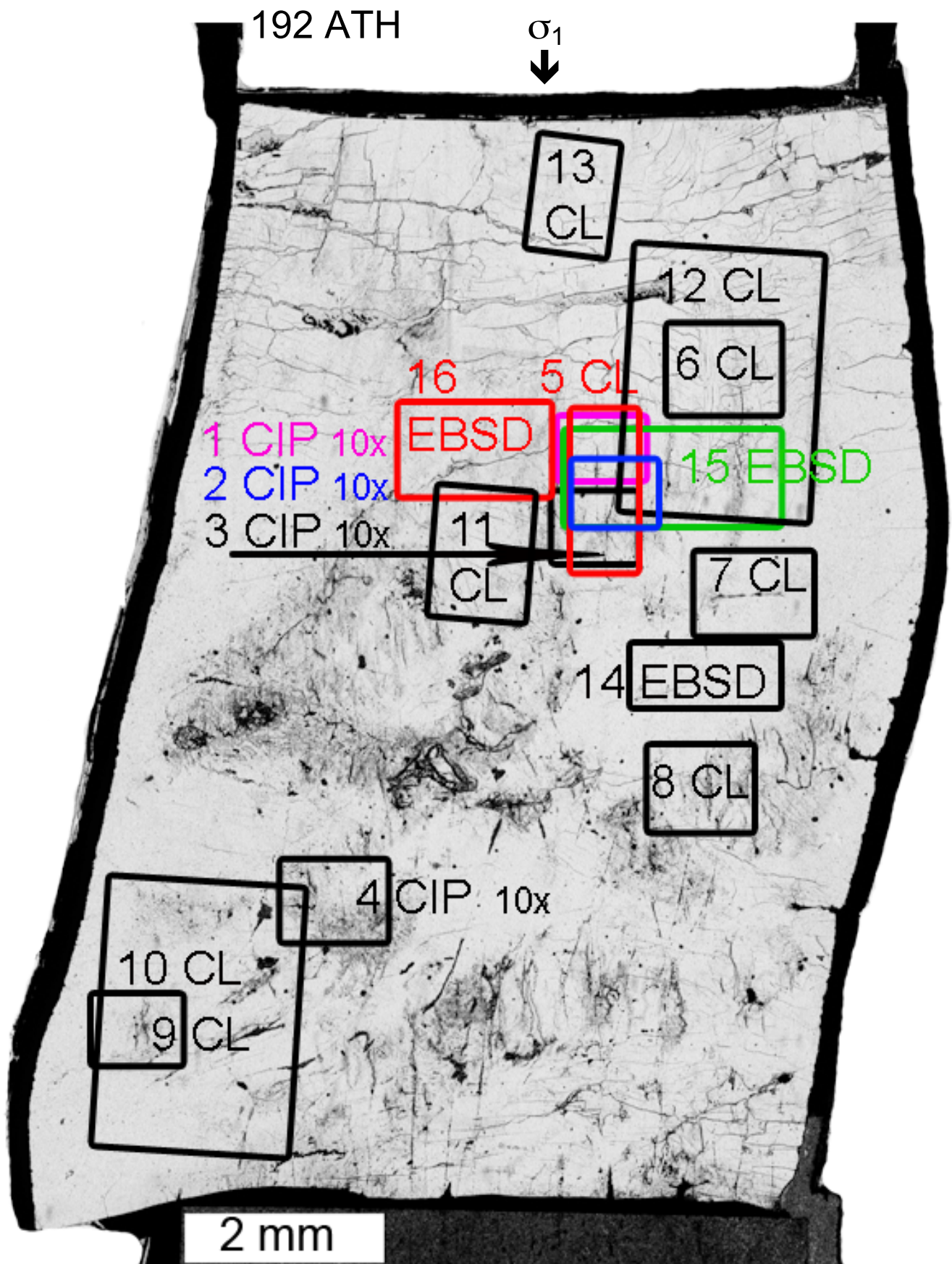
9) CC



SEM-CC Aufnahmen 190 ATH.



a) Kontur-Karte basierend auf FTIR Punktemessungen, Konturen H/10⁶Si. b) Dickschliff 190 ATH mit FTIR Messpunkten (rote Kreuze) und entsprechenden Werten der Wassergehaltberechnungen in H/10⁶Si.



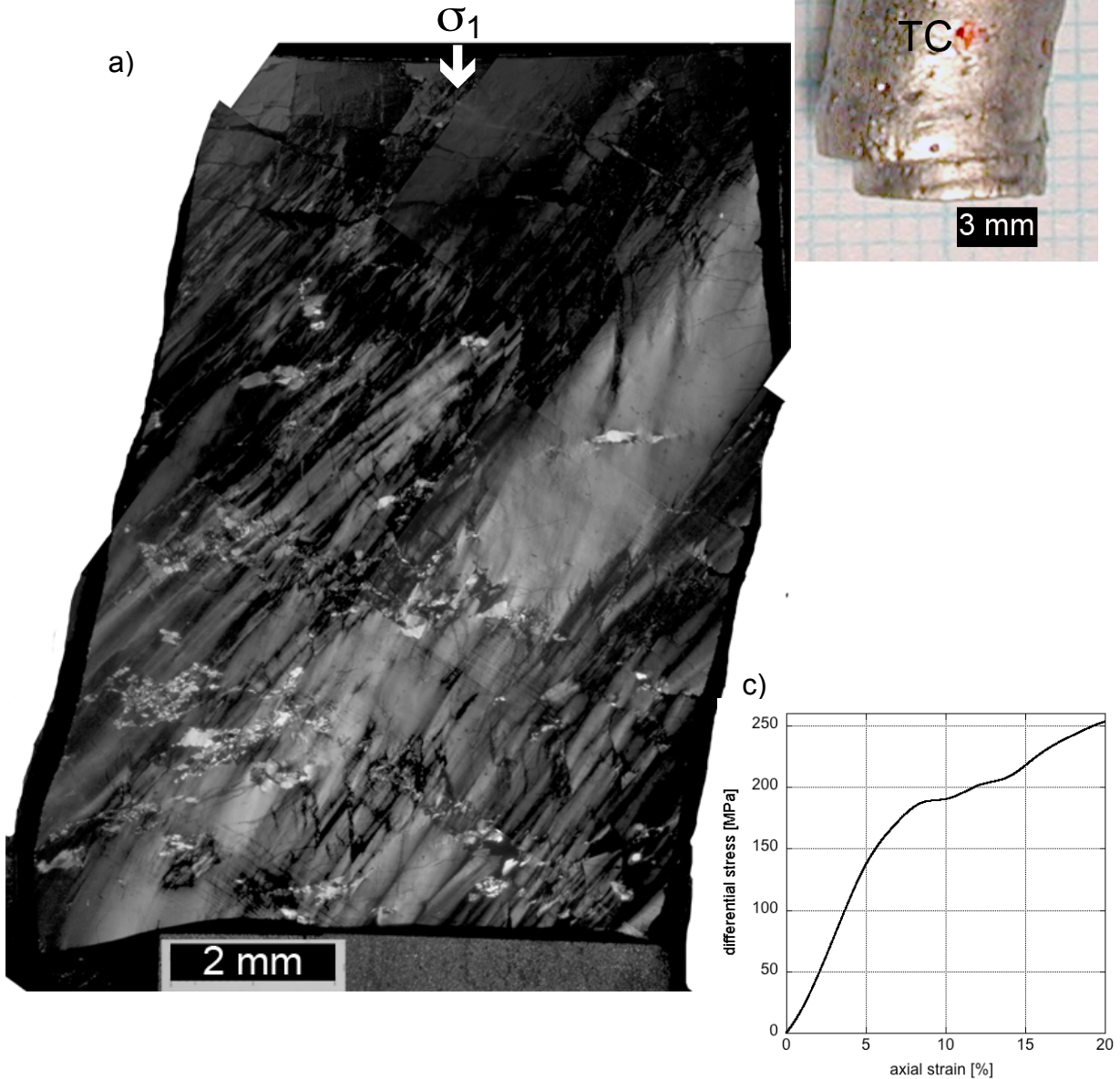
192 ATH

Orientierung: O^+

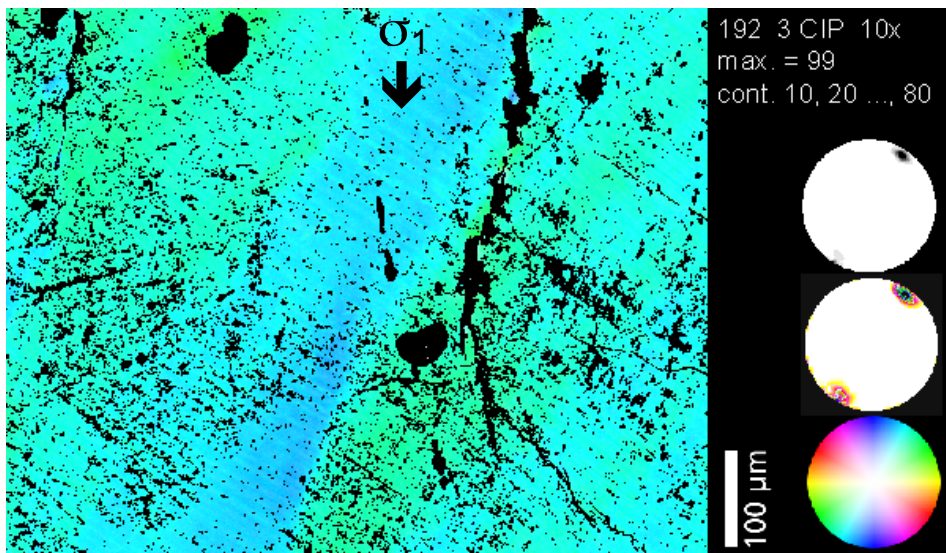
$T = 900^\circ\text{C}$, $P_c = 1466 \text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 1.55 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

Strain: 20.1%

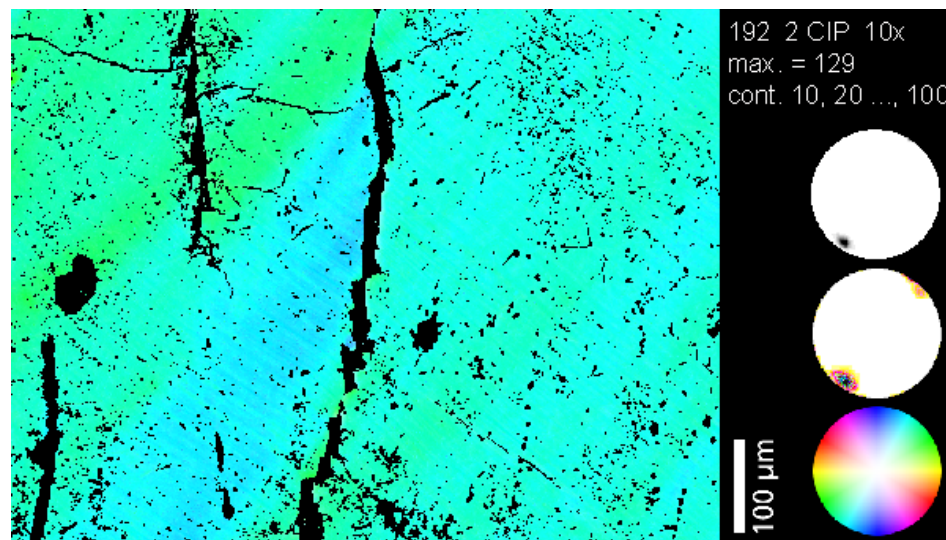
Angewandte Methoden: CIP, CL, FTIR, EBSD



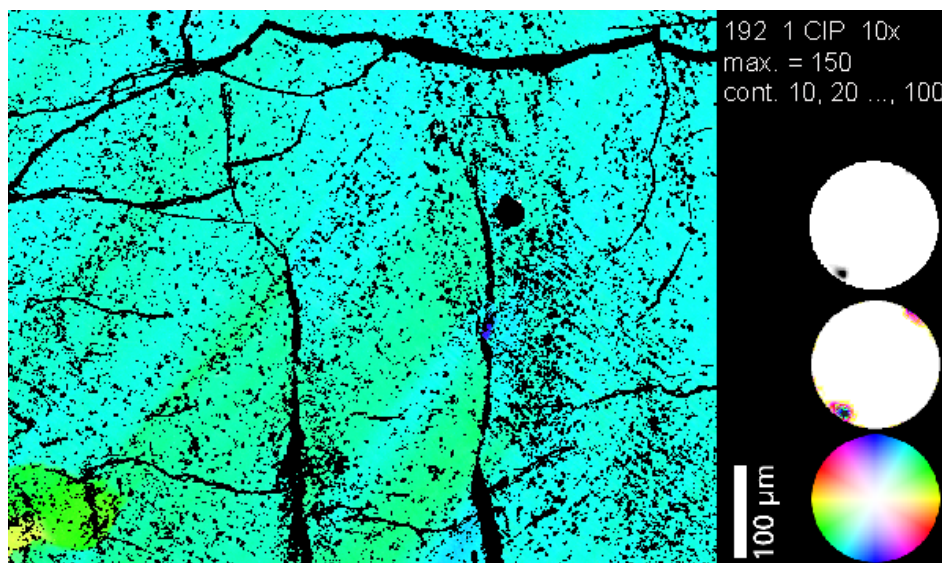
a) Dünnschliff 192 ATH (gekreuzte Polarisatoren, zur besseren Visualisierung wurden die Polarisatoren nahe zu parallel zur schrägen c-Achse gedreht). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel. c) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)).



1) CIP

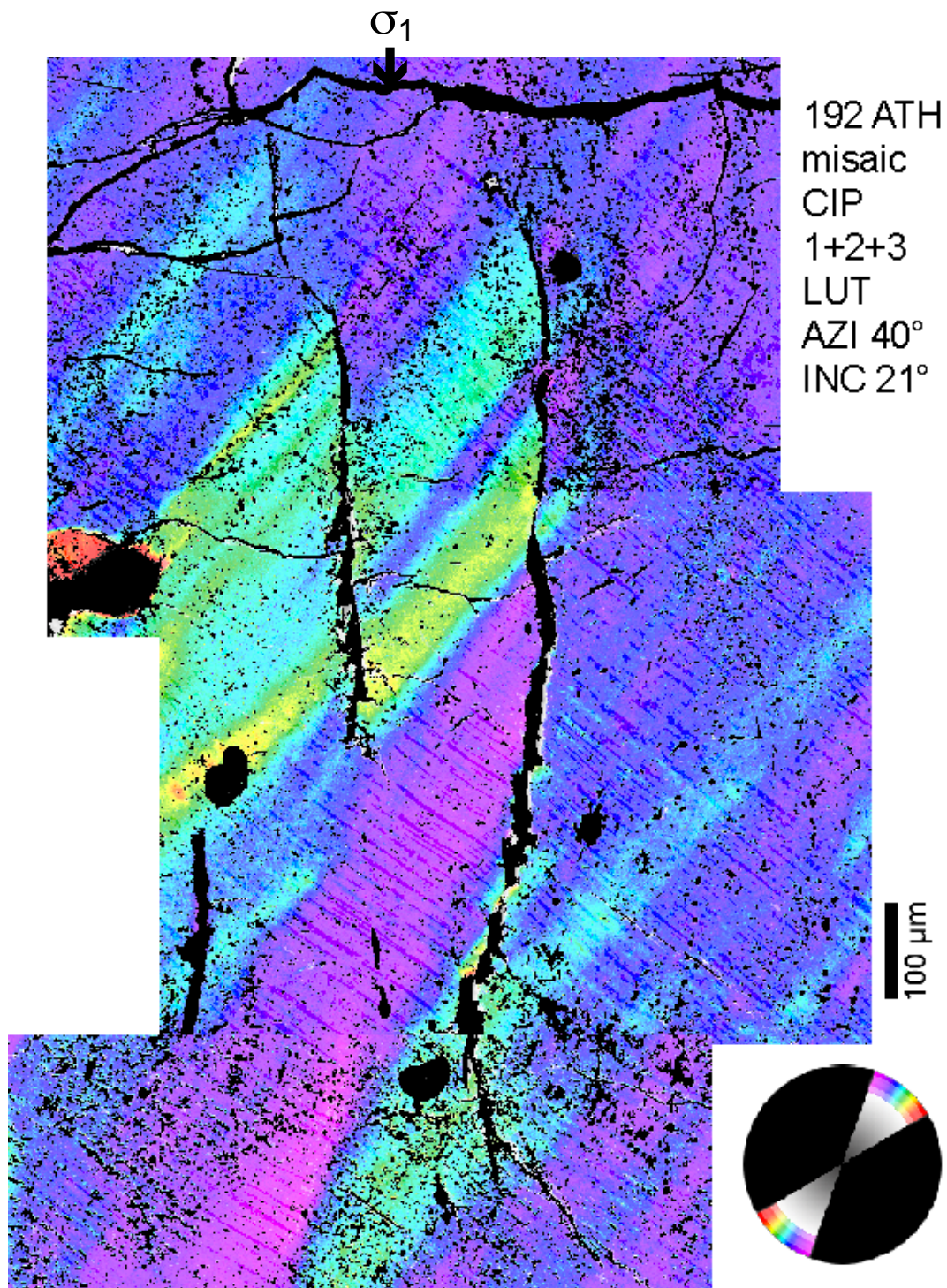


2) CIP



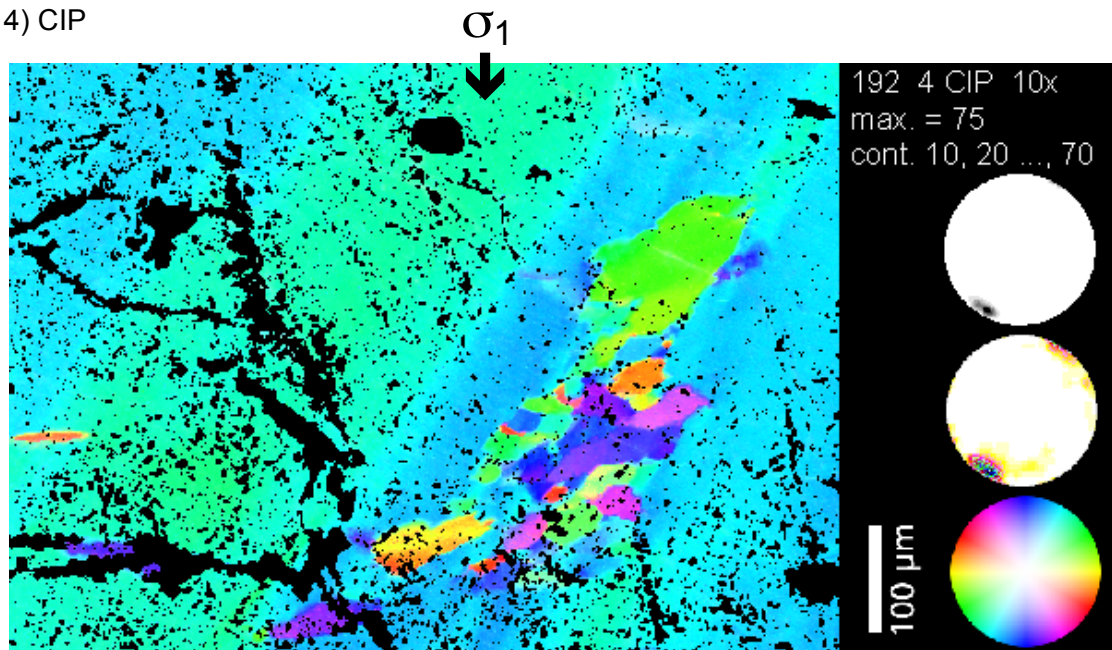
3) CIP

COI's 192 ATH mit [c]-Achsen-Polfiguren (oben Grauwerte, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI).



COI 192 ATH Mosaik aus CIP1, 2 und 3 mit CLUT speziell für diese Probe.

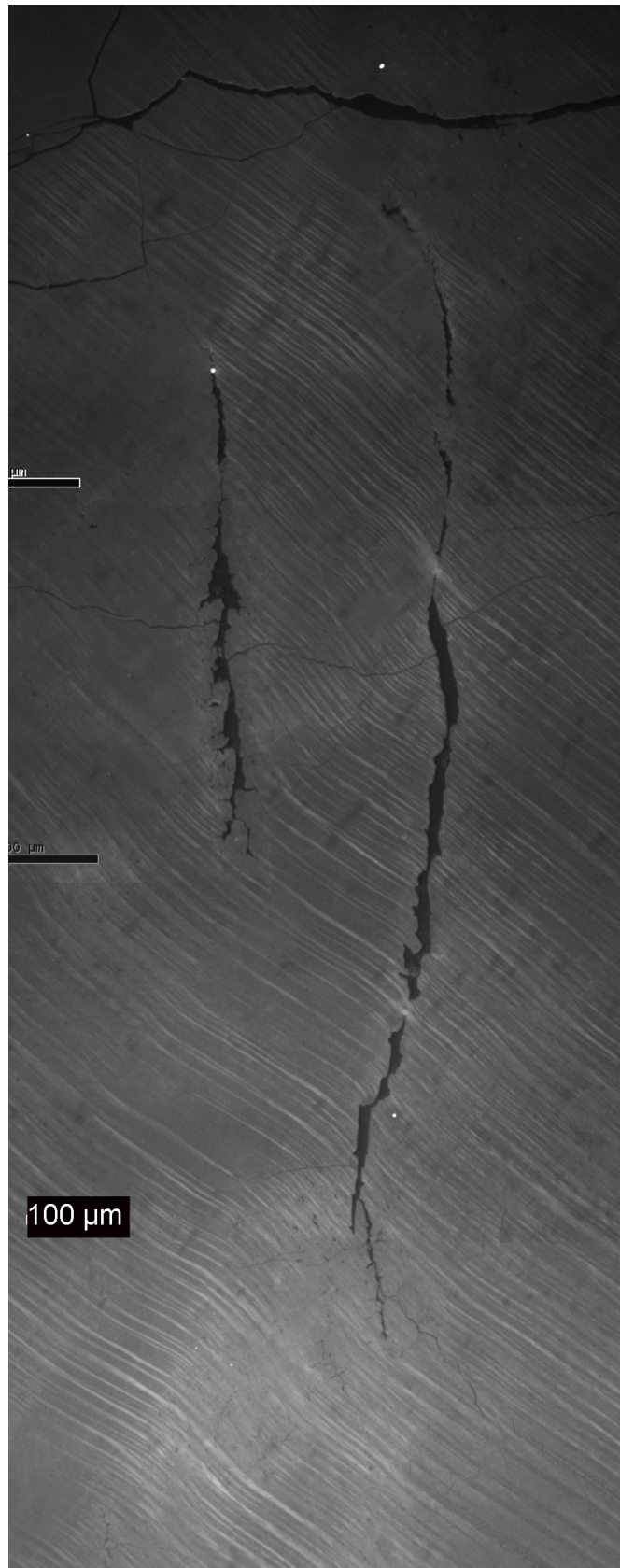
4) CIP



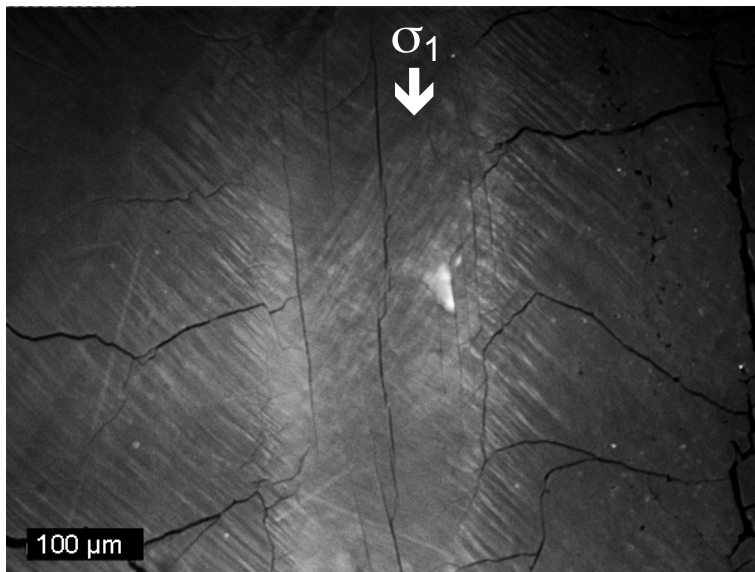
COI 192 ATH mit [c]-Achsen-Polfiguren (oben Grauwerte, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI).

5) CL

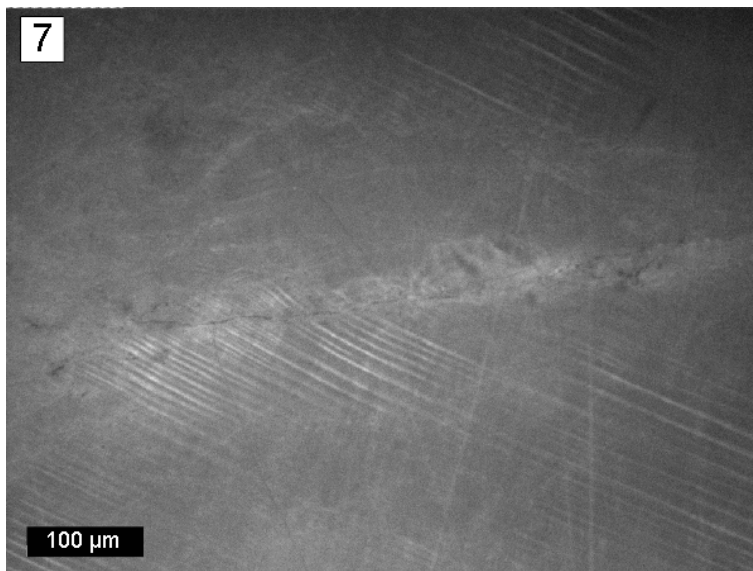
σ_1
↓



SEM-CL Aufnahme 192 ATH.

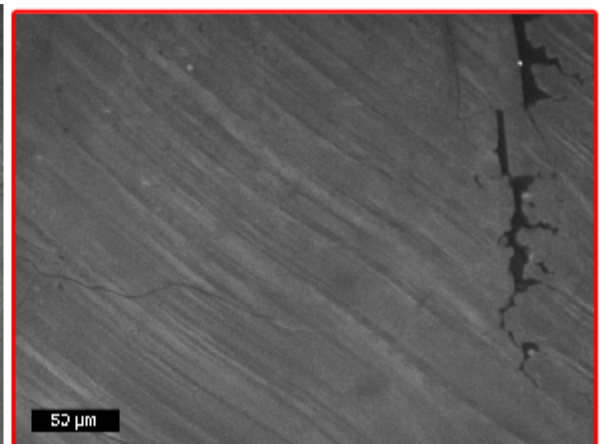
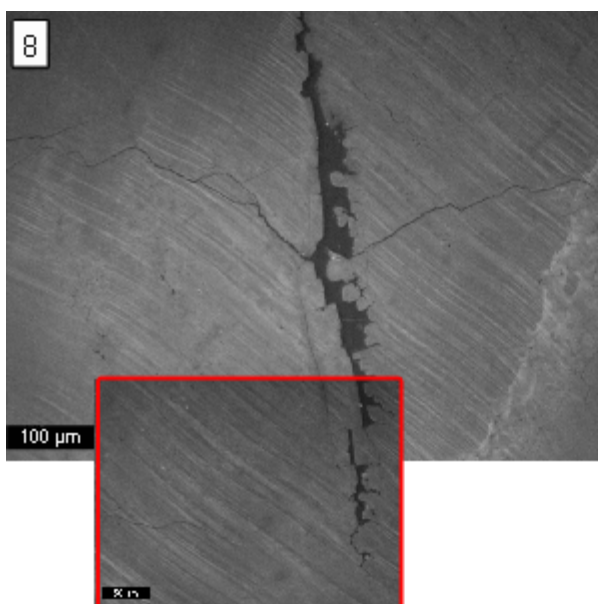


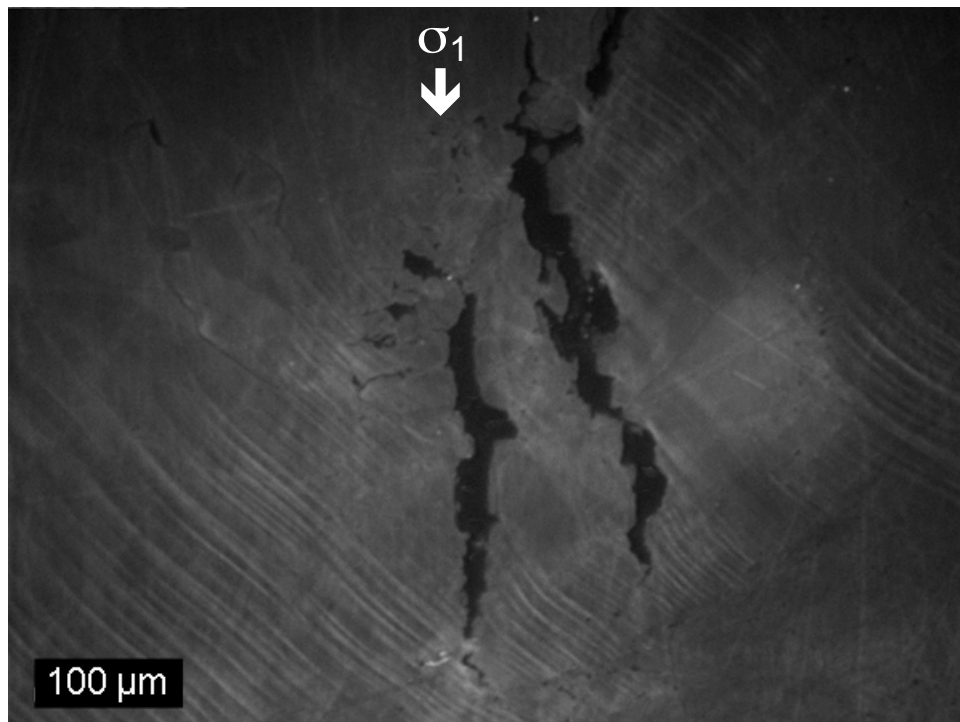
6) CL



7) CL

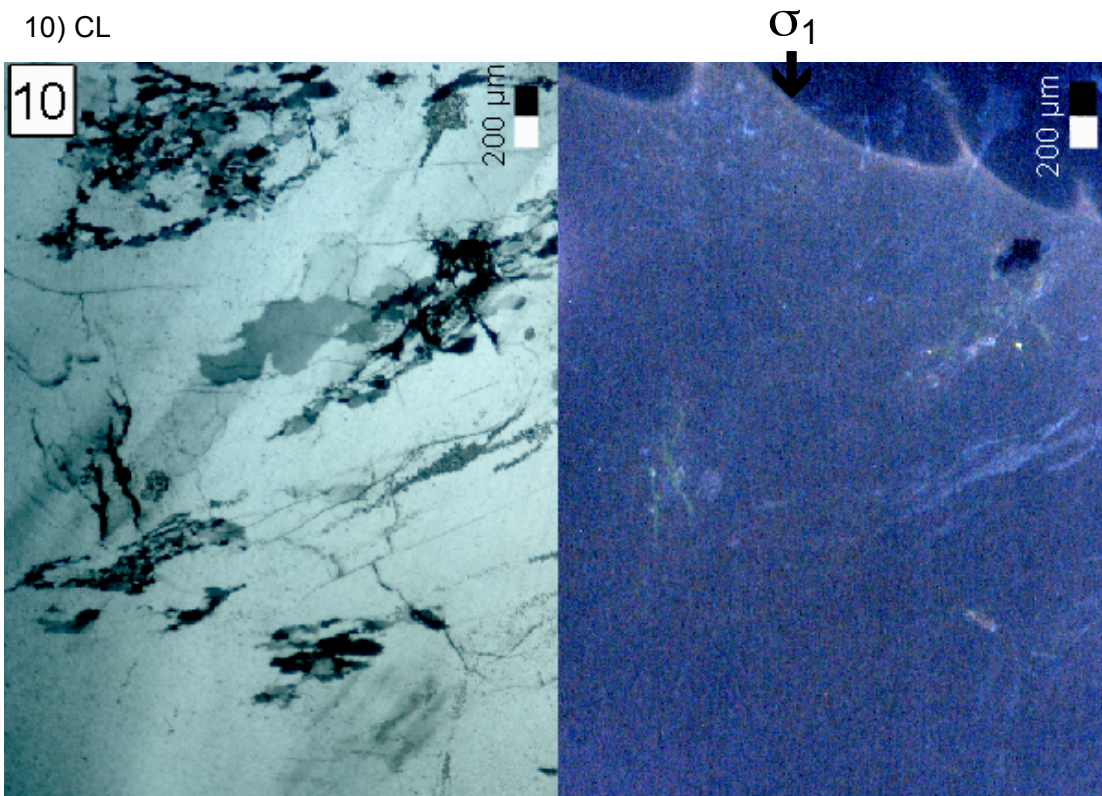
SEM-CL Aufnahmen
192 ATH.



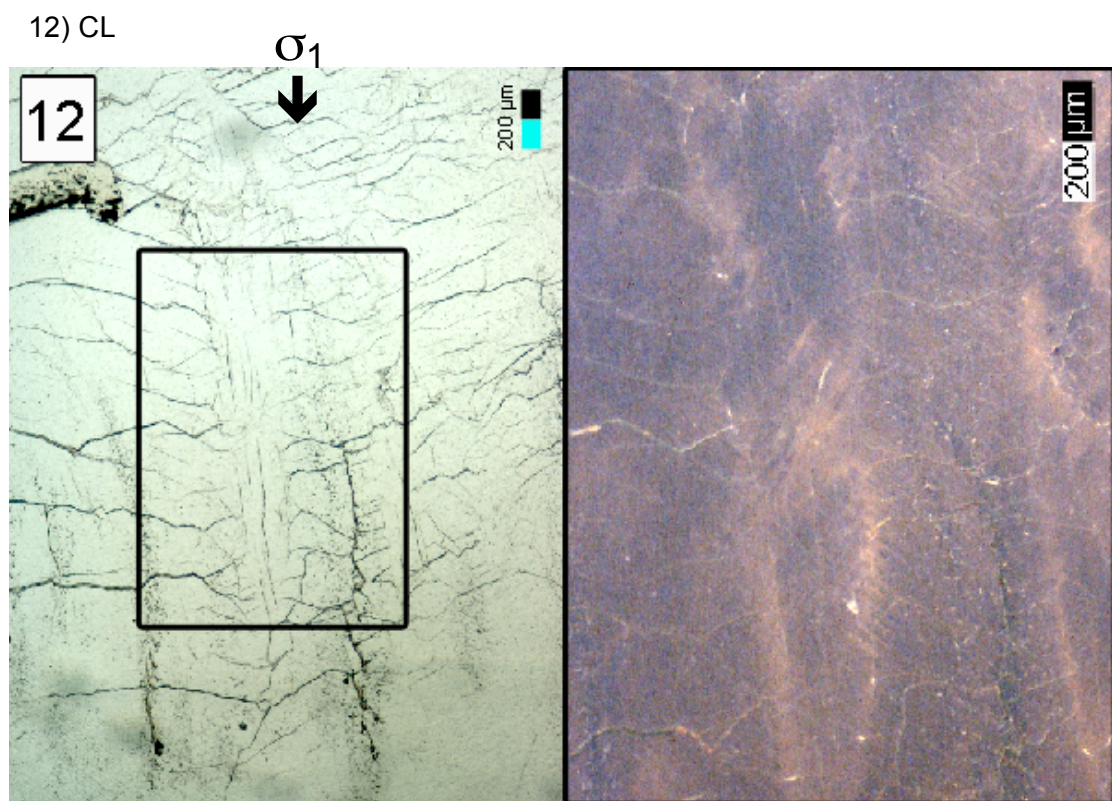
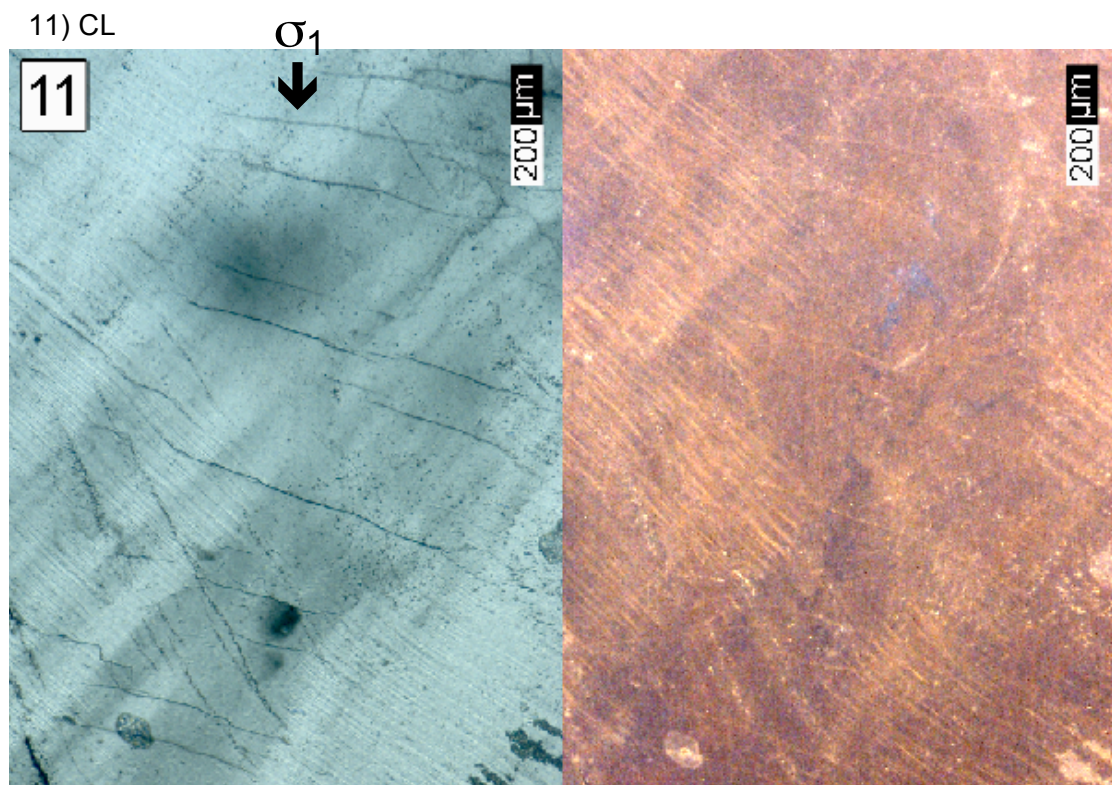


9) CL

SEM-CL Aufnahme 192 ATH.

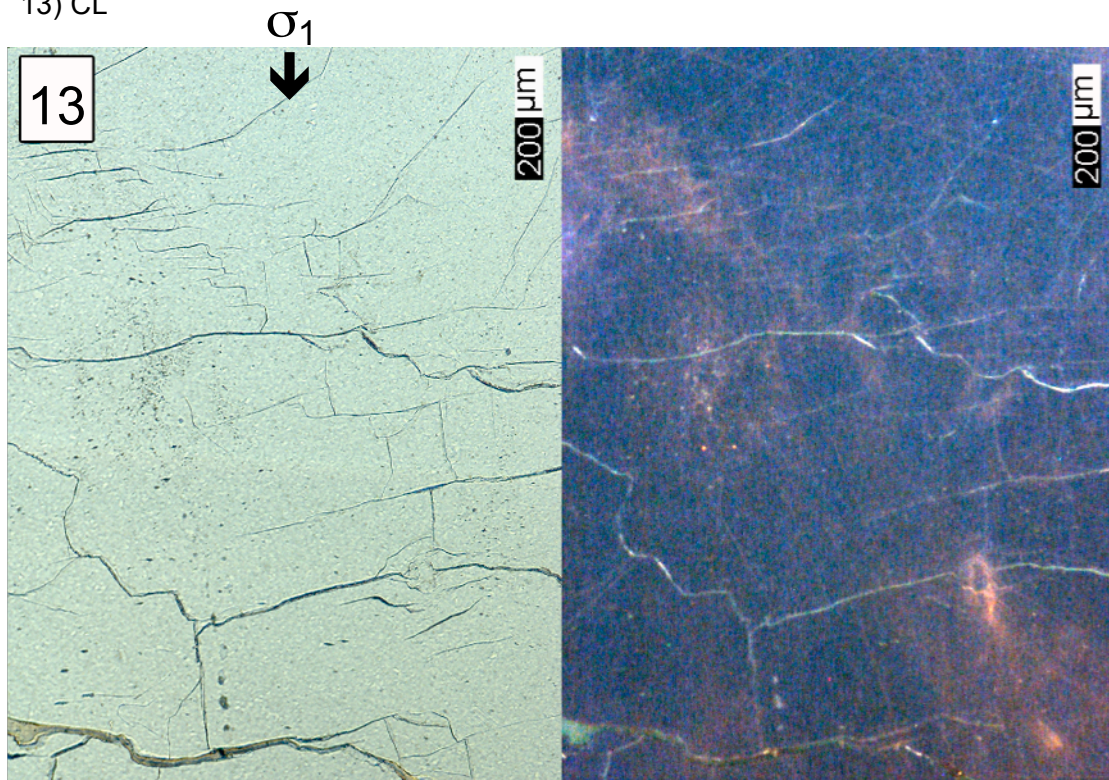


CL-Aufnahme (optische CL-Mikroskopie, "Kalte Kathode"), links einfach polarisiertes Licht.



CL-Aufnahmen (optische CL-Mikroskopie, "Kalte Kathode"), links einfach polarisiertes Licht.

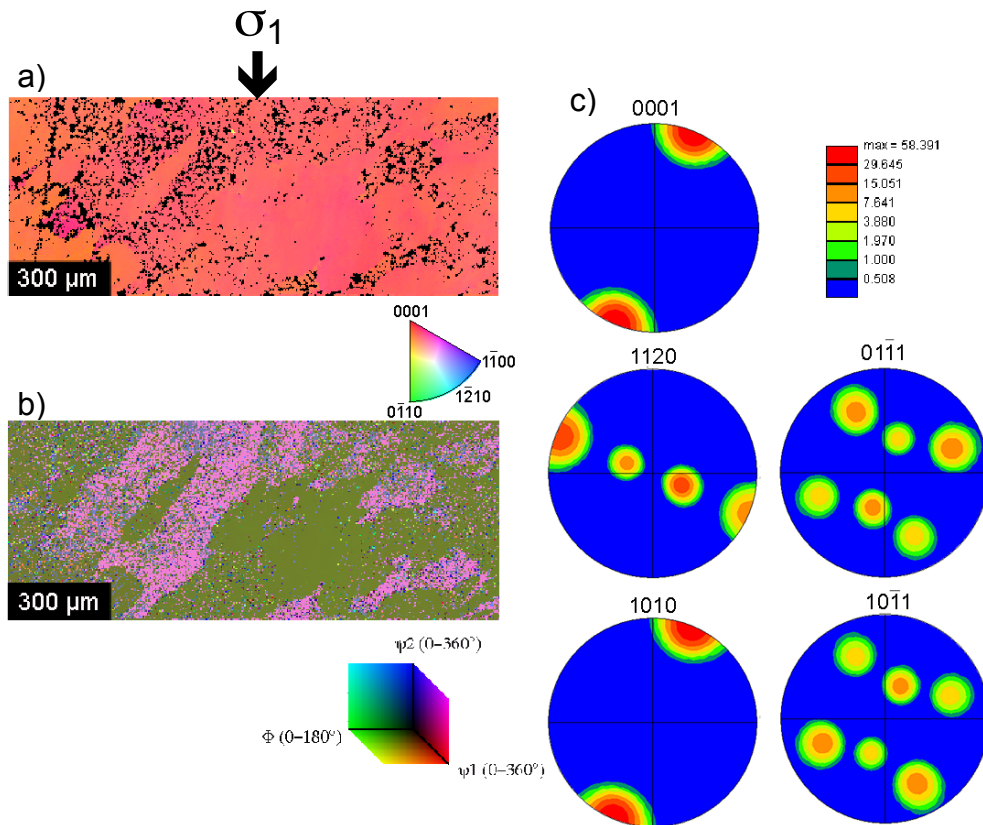
13) CL



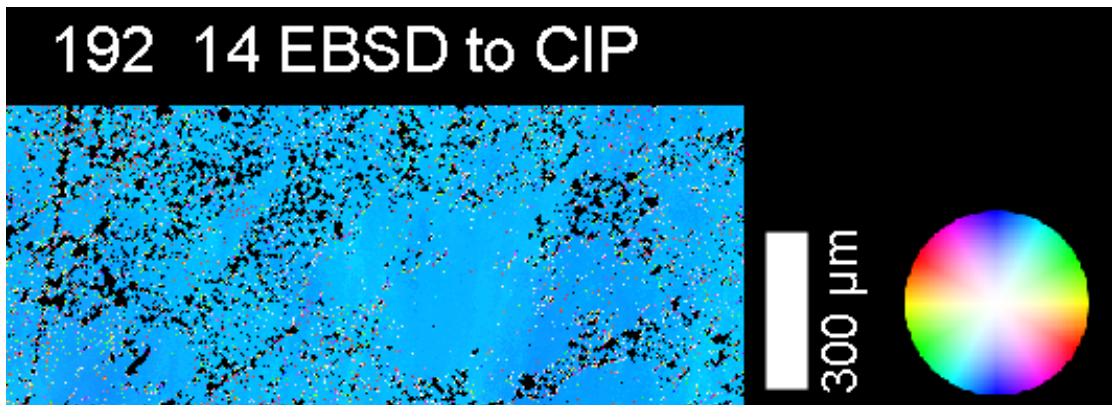
CL-Aufnahme (optische CL-Mikroskopie, "Kalte Kathode"), links einfach polarisiertes Licht.

Bemerkung: Optische CL-Aufnahmen wurden lediglich als Test durchgeführt um sicher zugehen, dass das Material eine Lumineszenz aufweist.

14) EBSD

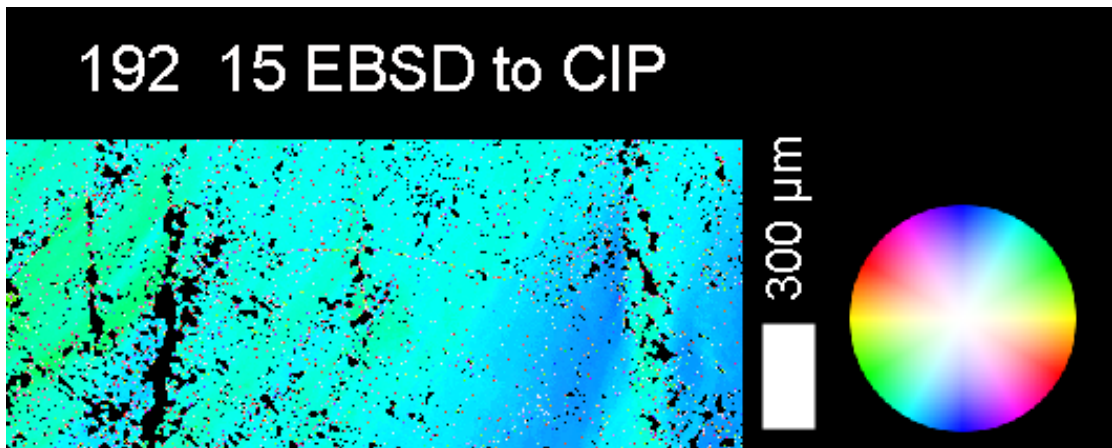
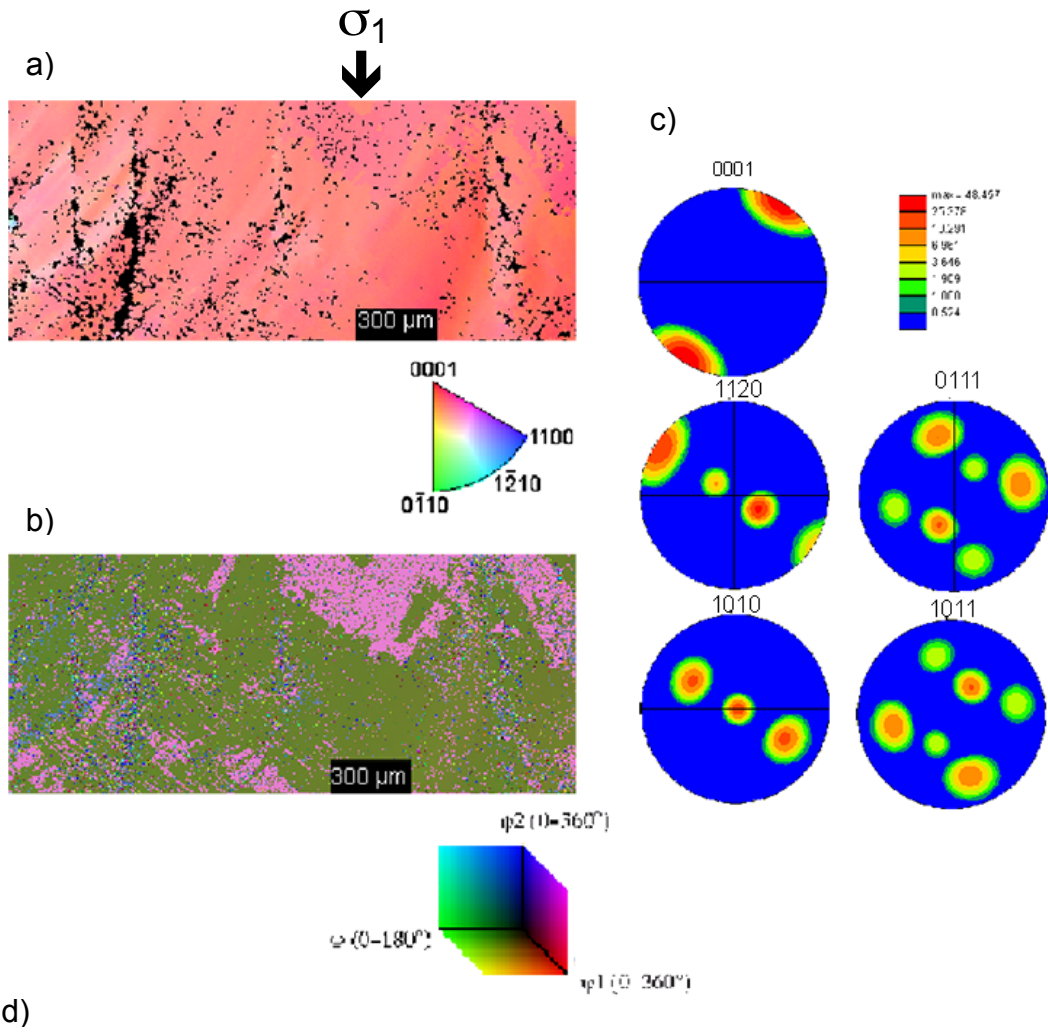


d)



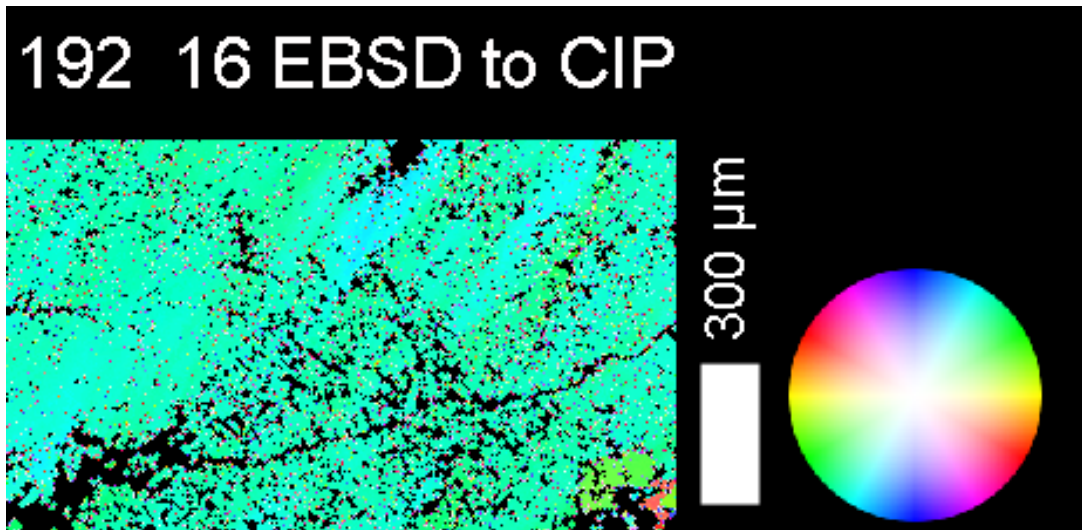
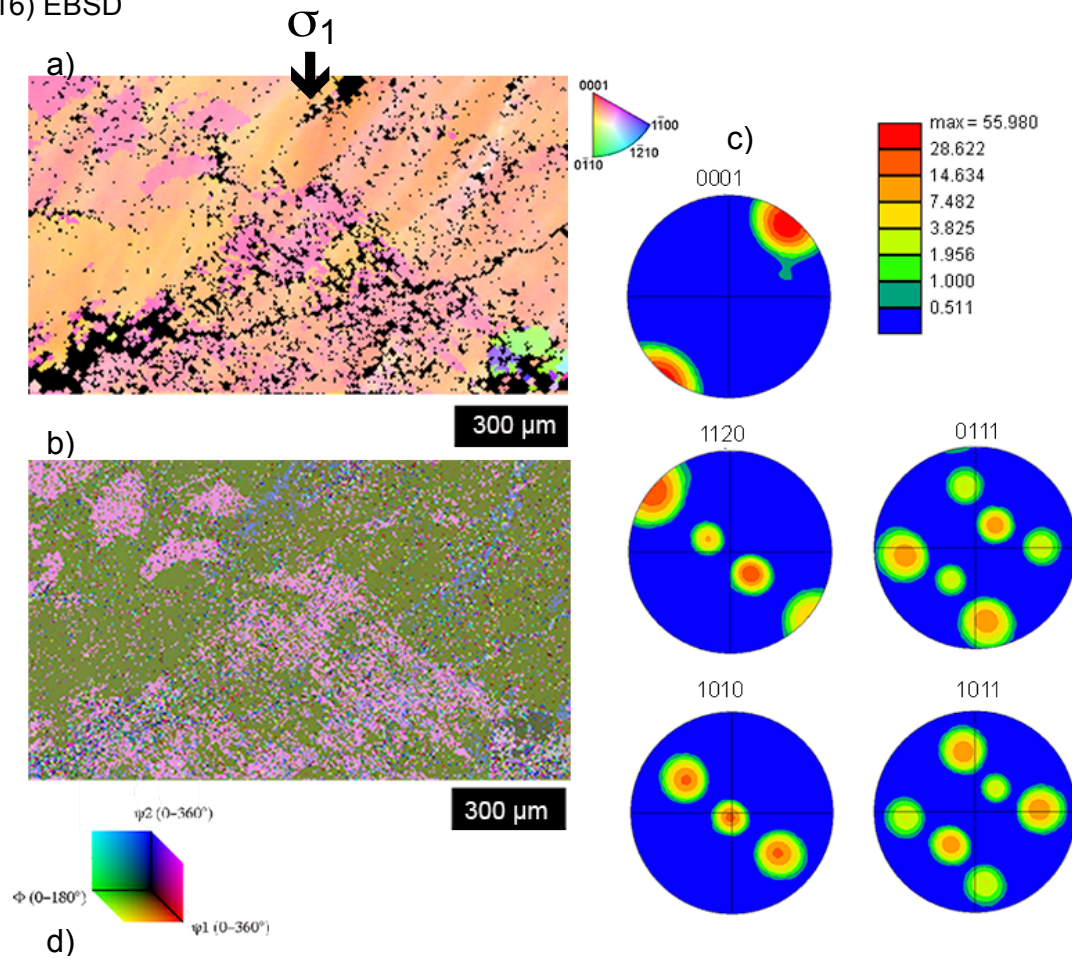
EBSD- Aufnahmen 192 ATH, a) Orientierungsbild eingefärbt entsprechend der IPF – CLUT, b) Euler RGB eingefärbt entsprechend Euler –CLUT, c) EBSD Polfiguren, d) COI und zugehörige CLUT gerechnet aus Euler RGB

15) EBSD



EBSD- Aufnahmen 192 ATH, a) Orientierungsbild eingefärbt entsprechend der IPF – CLUT, b) Euler RGB eingefärbt entsprechend Euler –CLUT, c) EBSD Polfiguren, d) COI und zugehörige CLUT gerechnet aus Euler RGB

16) EBSD



EBSD- Aufnahmen 192 ATH, a) Orientierungsbild eingefärbt entsprechend der IPF – CLUT, b) Euler RGB eingefärbt entsprechend Euler –CLUT, c) EBSD Polfiguren, d) COI und zugehörige CLUT gerechnet aus Euler RGB

196 ATH



2 mm

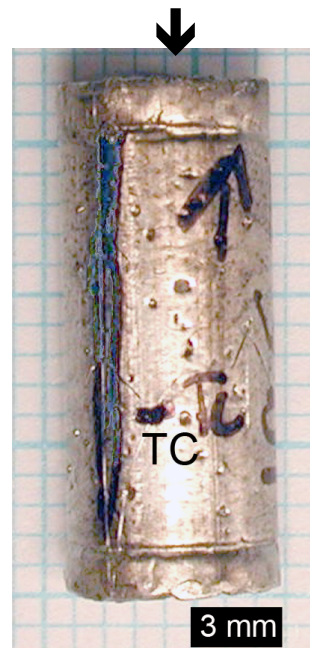
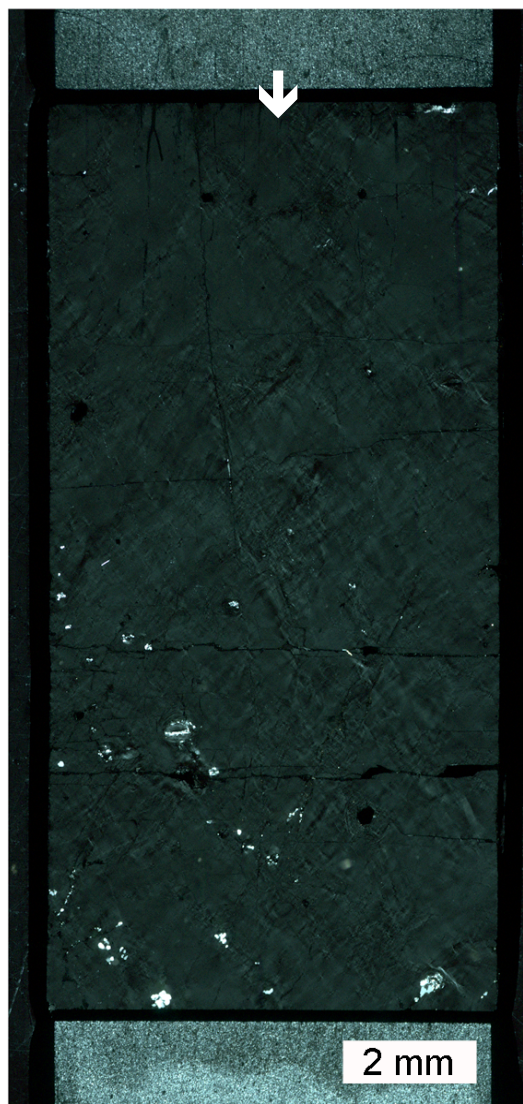
196 ATH

Orientierung: $\perp m$

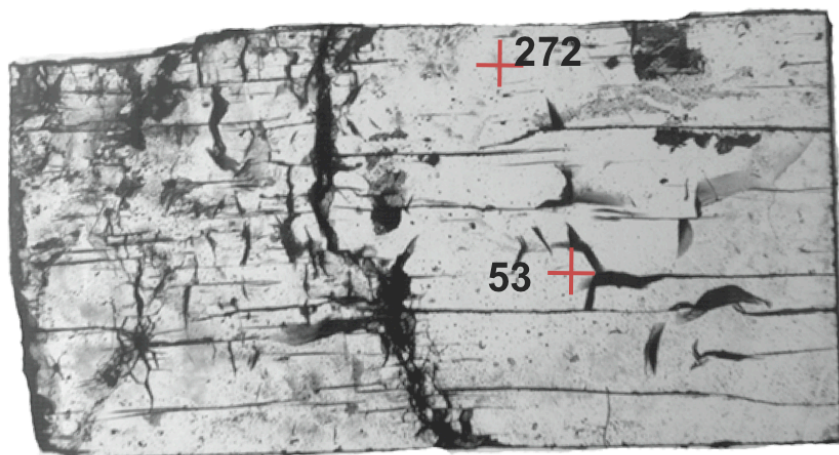
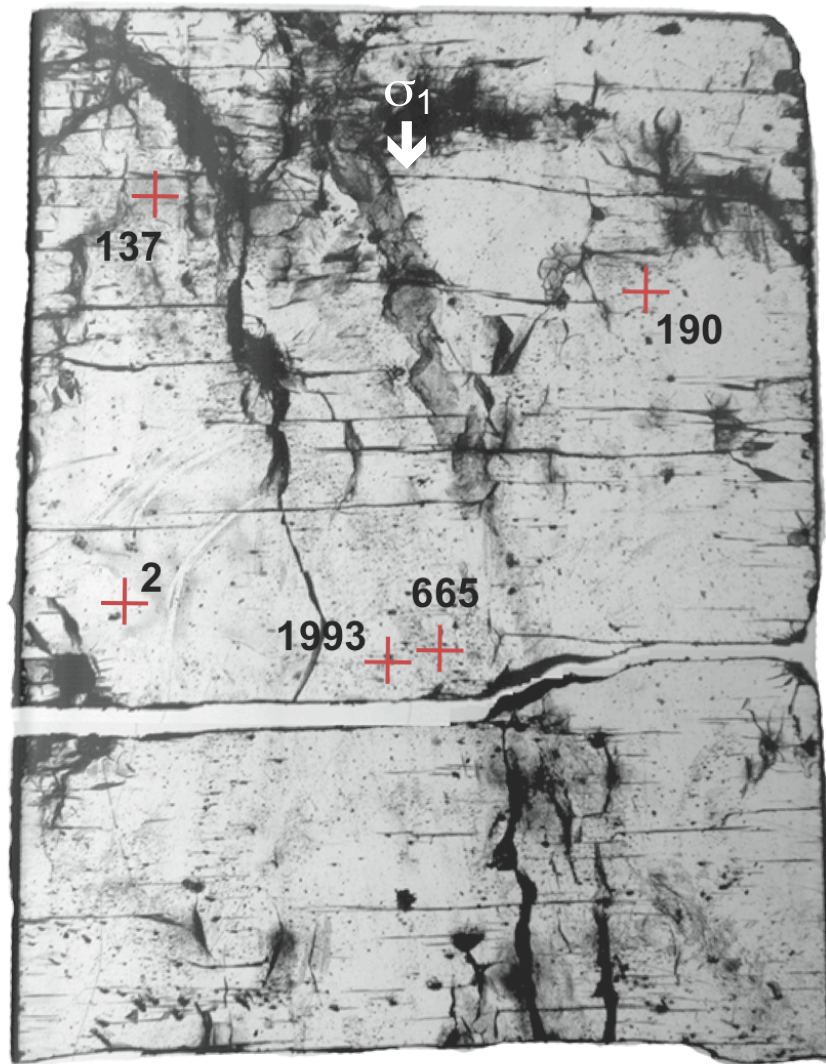
T = 900°C, P_c = 1480 MPa –hydrostatisch 14h

Bemerkung: kein schnelles Abschrecken

Angewandte Methoden: FTIR

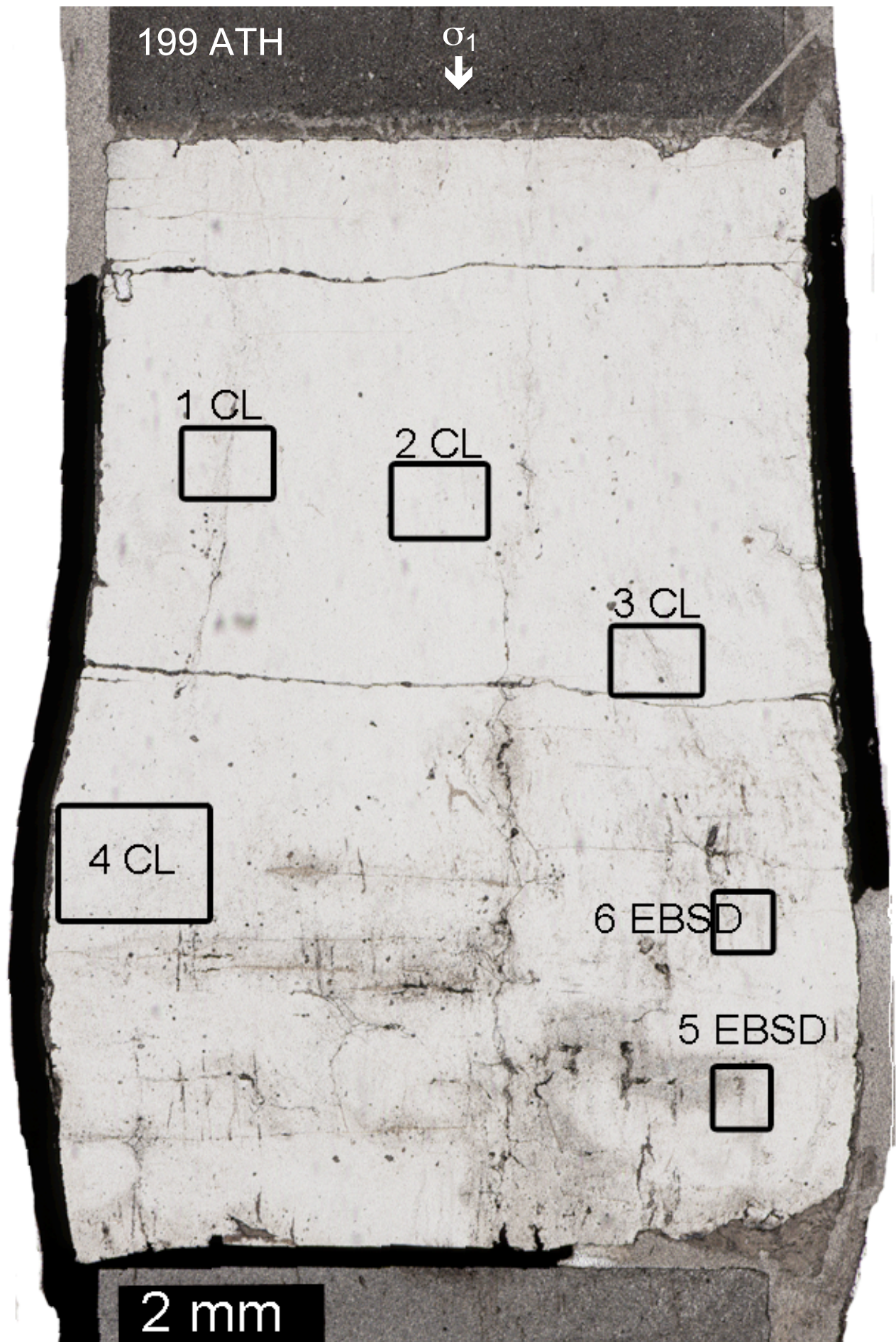


a) Dünnschliff 196 ATH (gekreuzte Polarisatoren). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel



2 mm

Dickschliff 196 ATH mit FTIR Messpunkten (rote Kreuze) und entsprechenden Werten der Wassergehaltberechnungen in $\text{H}/10^6\text{Si}$.



199 ATH

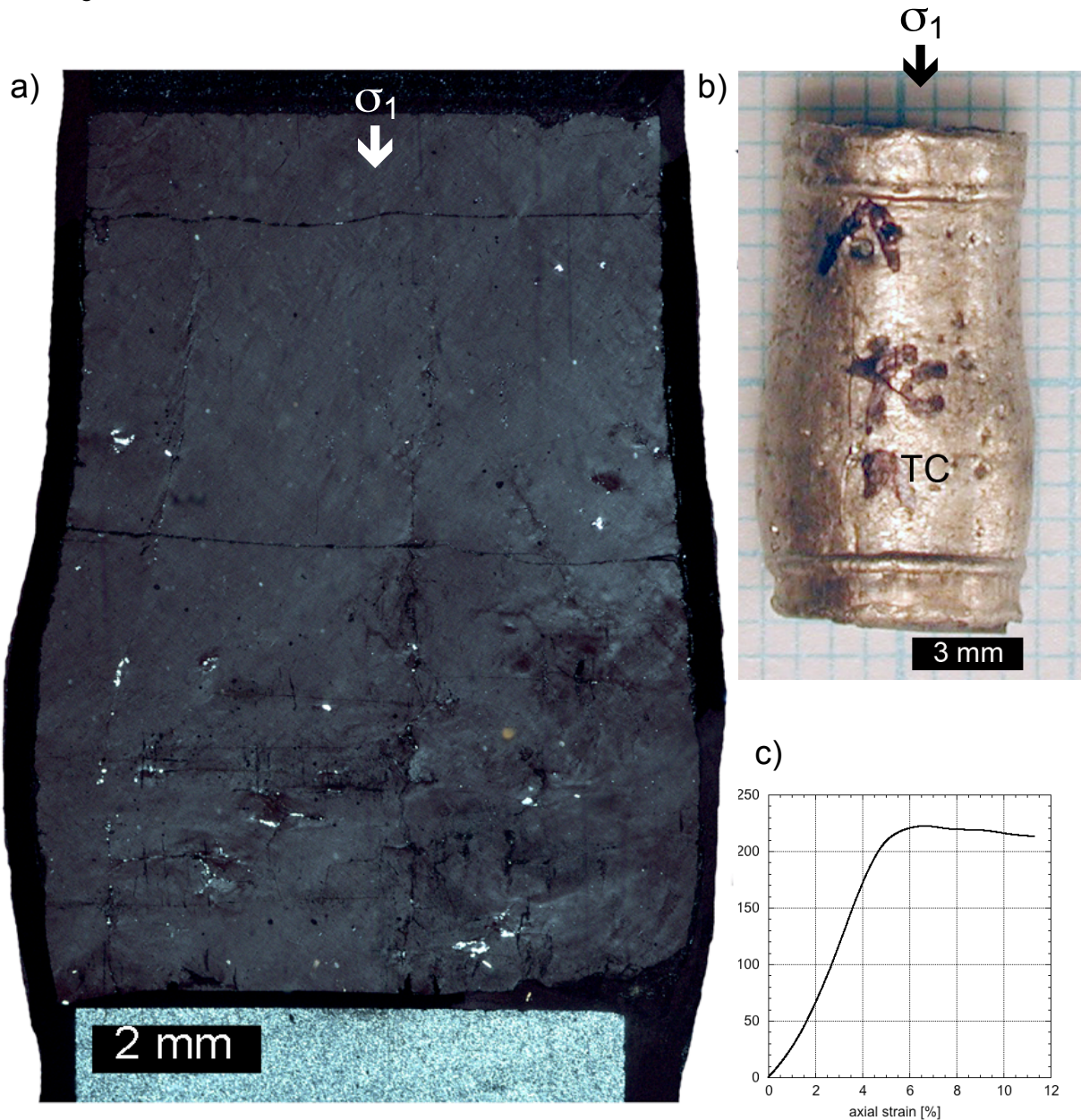
Orientierung: $\perp m$

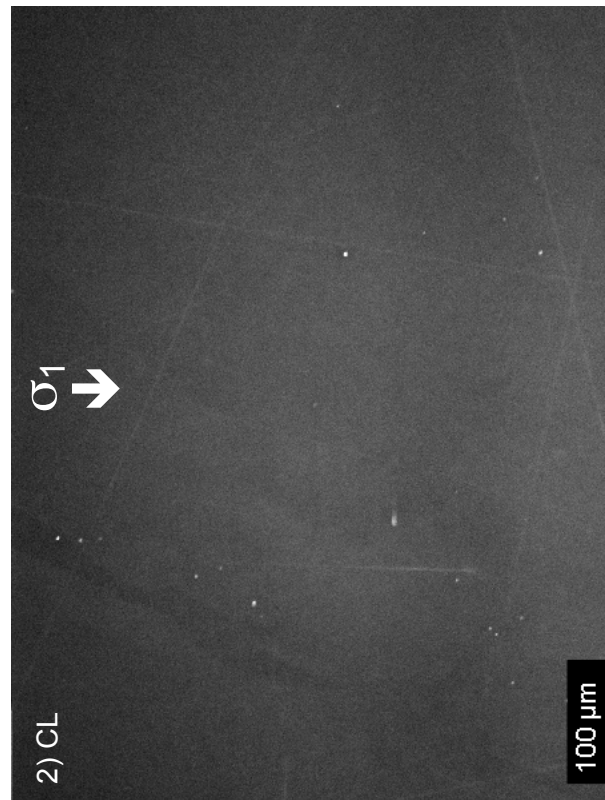
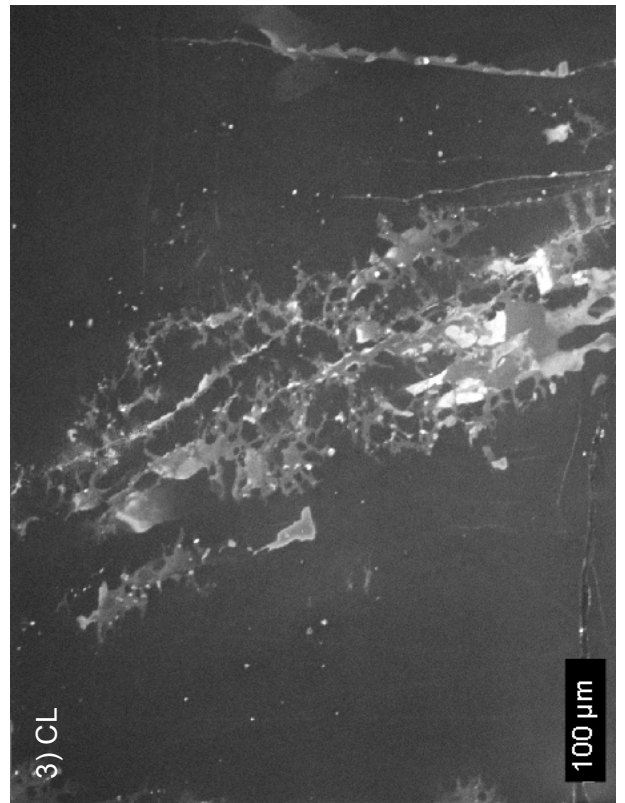
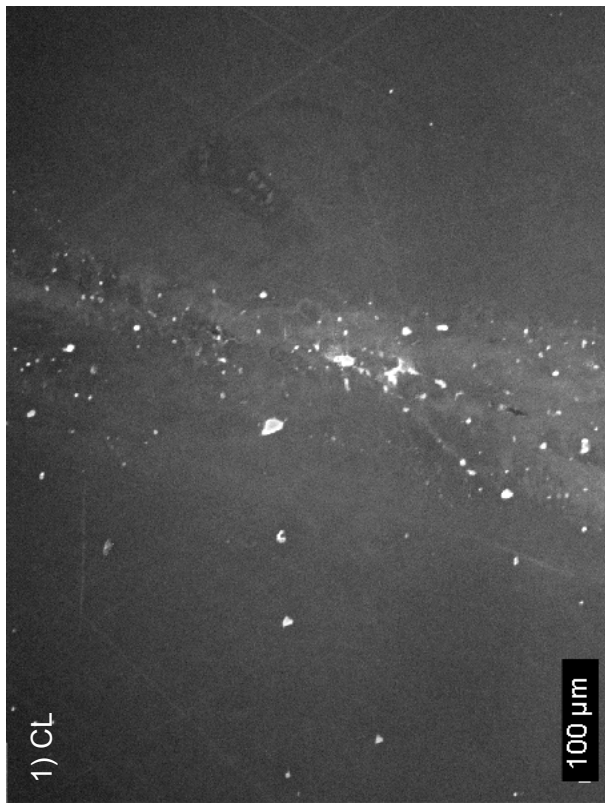
$T = 900^{\circ}\text{C}$, $P_c = 1000 \text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 1.81 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

Strain: 11.3%

Bemerkung: ausgeheilt für 47h bei 900°C

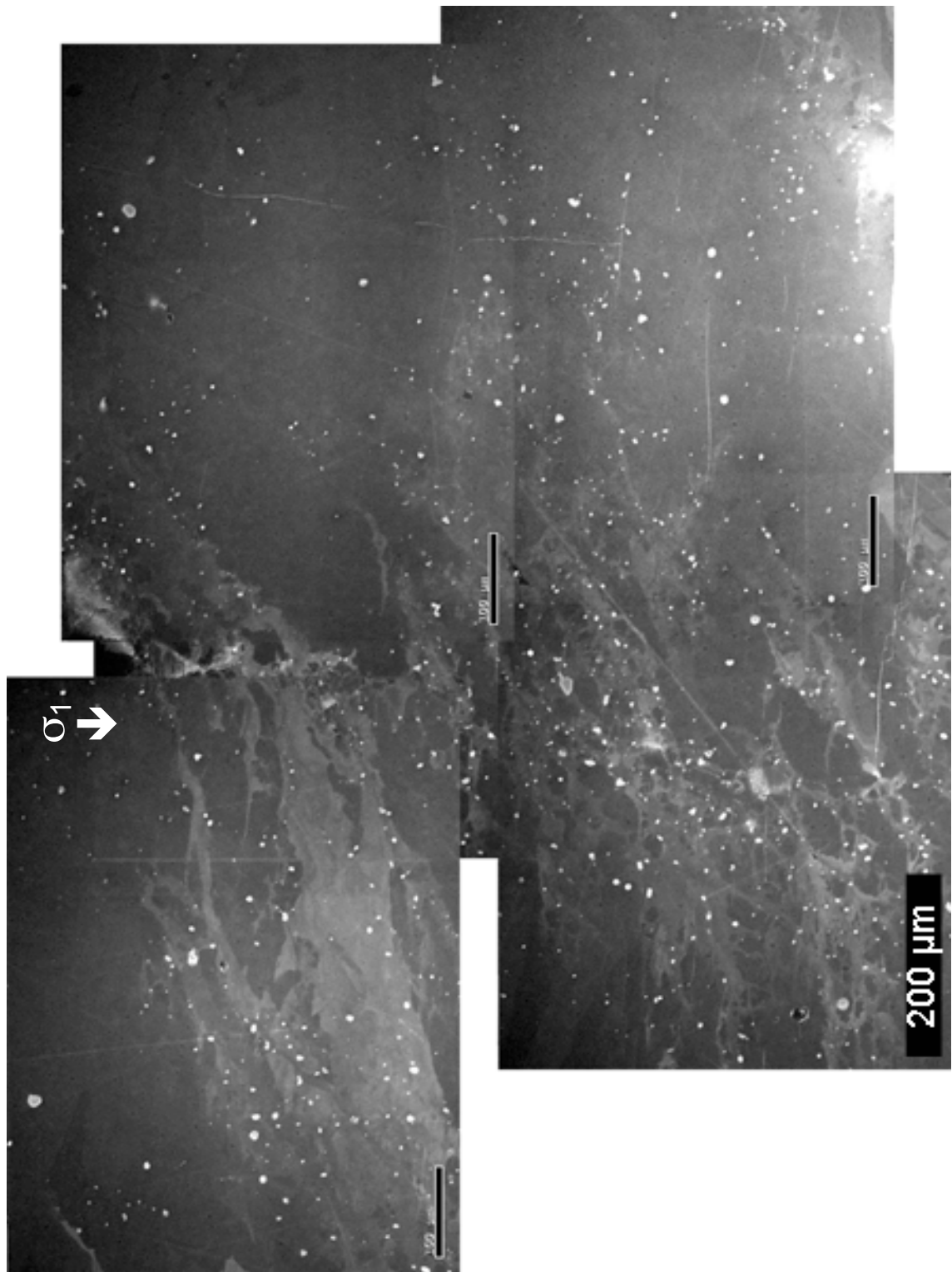
Angewandte Methoden: CL, EBSD, FTIR



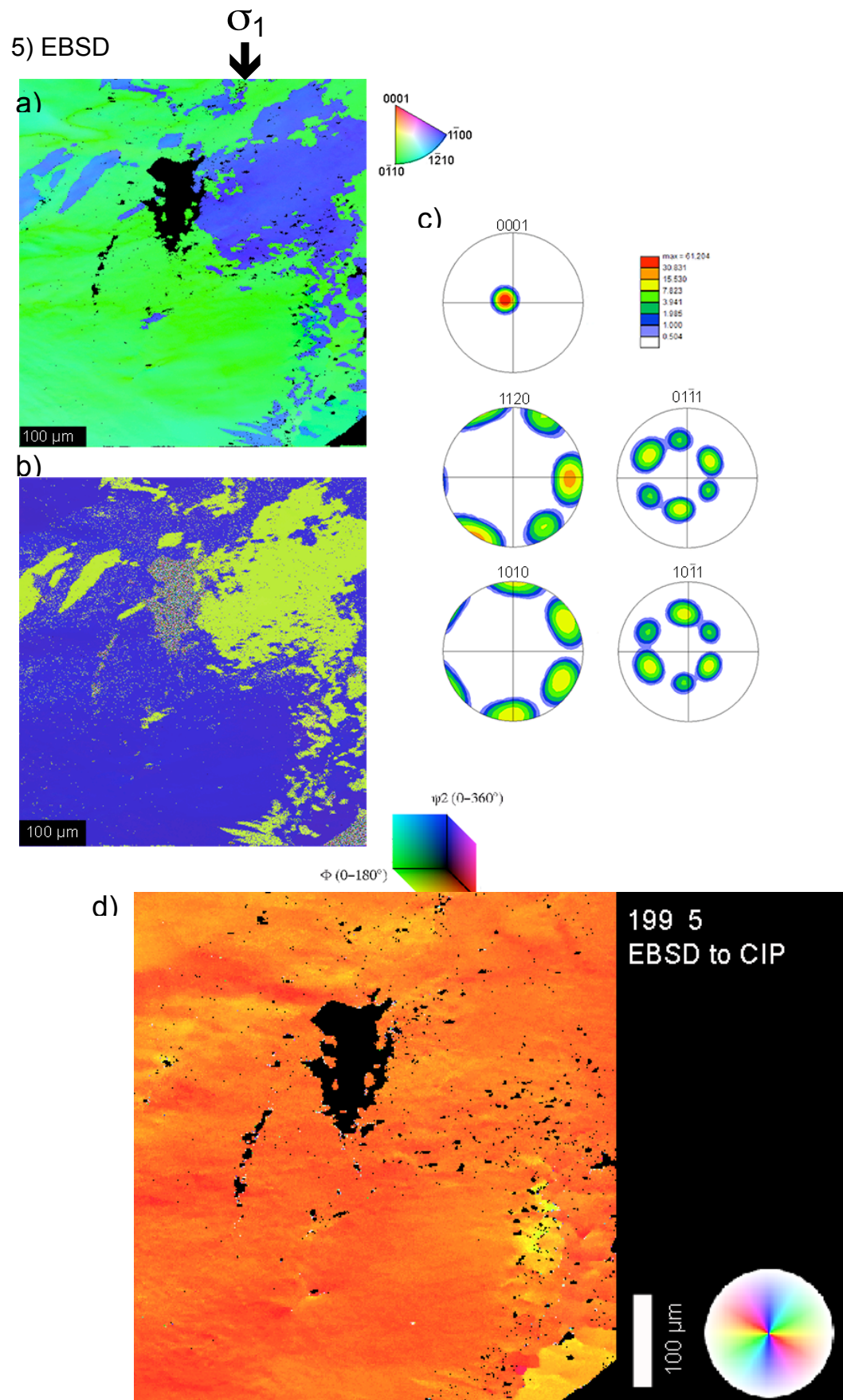


SEM-CL Aufnahmen 199 ATH.

4) CL

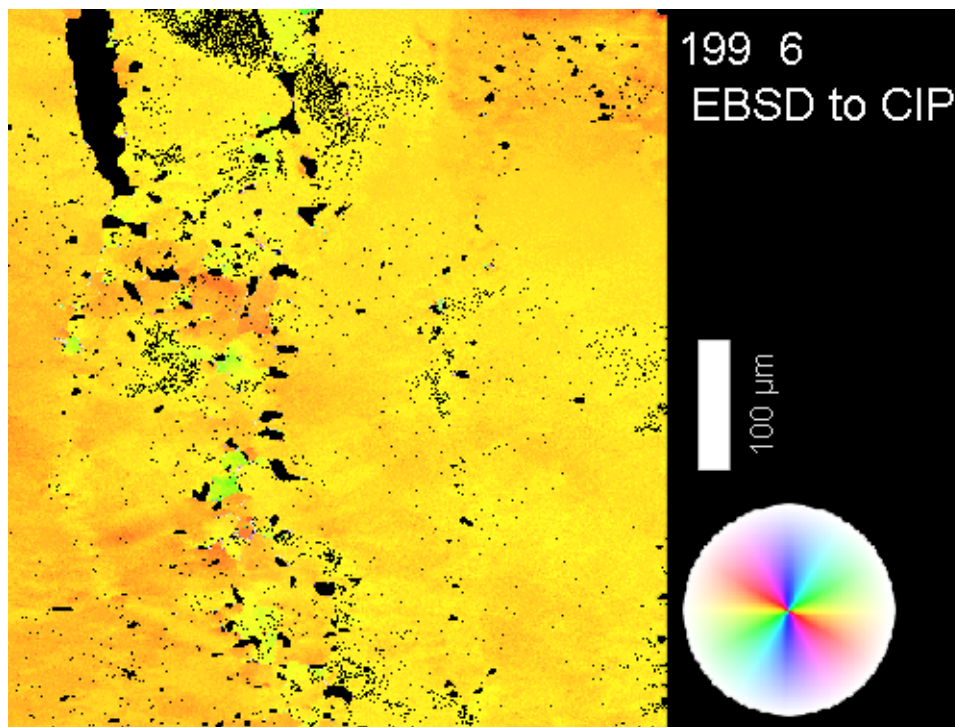
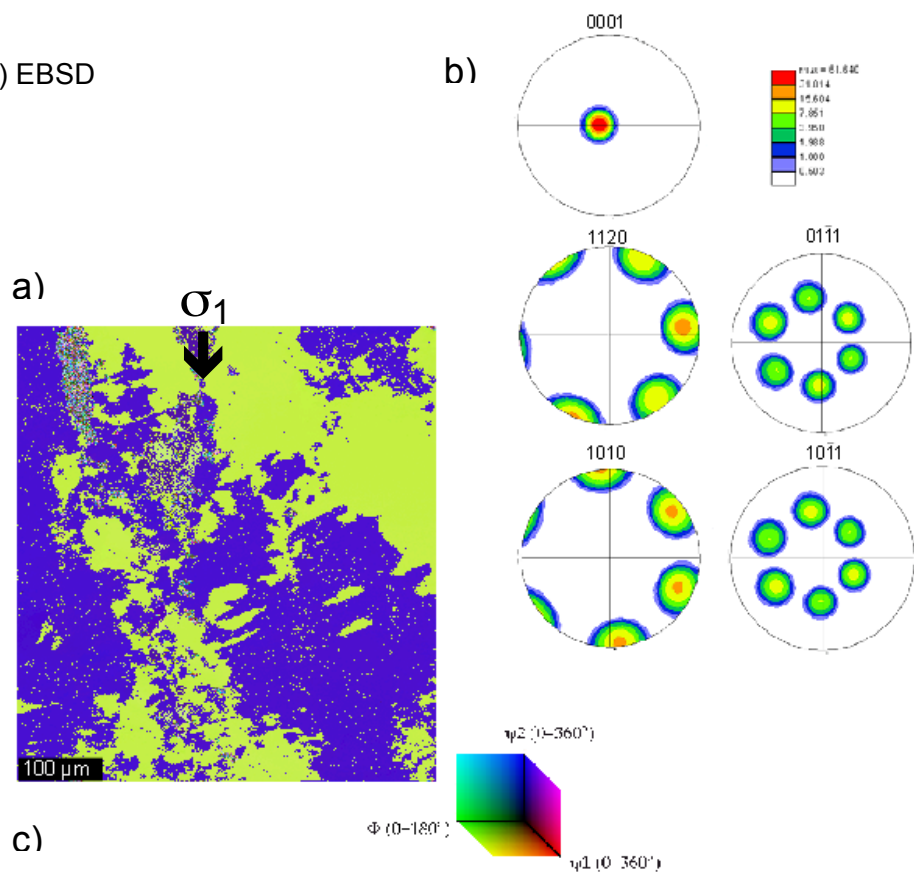


SEM-CL Aufnahmen 199 ATH.

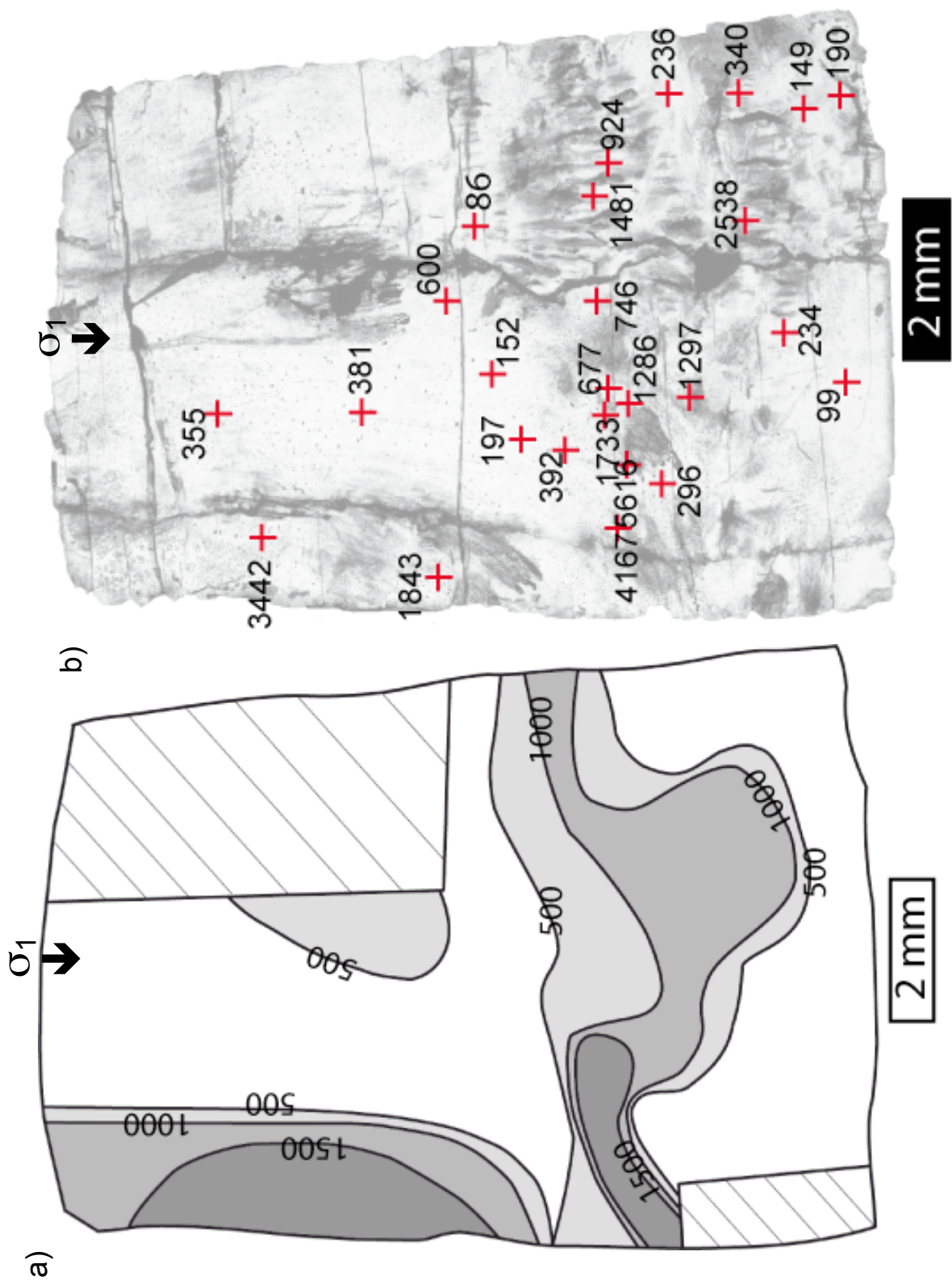


EBSD- Aufnahmen 199 ATH, a) Orientierungsbild eingefärbt entsprechend der IPF – CLUT, b) Euler RGB eingefärbt entsprechend Euler –CLUT, c) EBSD Polfiguren, d) COI und zugehörige CLUT gerechnet aus Euler RGB.

6) EBSD



EBSD- Aufnahmen 199 ATH, a) Euler RGB eingefärbt entsprechend Euler –CLUT, b) EBSD Polfiguren, c) COI und zugehörige CLUT gerechnet aus Euler RGB.



201 ATH

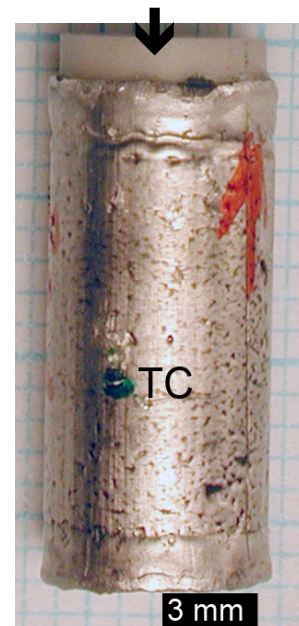


201 ATH

Orientierung: O^+

$T = 550^\circ\text{C}$, $P_c = 620 \text{ MPa}$

Bemerkung: TC gebrochen (failed)



a) Dünnschliff 201 ATH (gekreuzte Polarisatoren). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel.



203 ATH

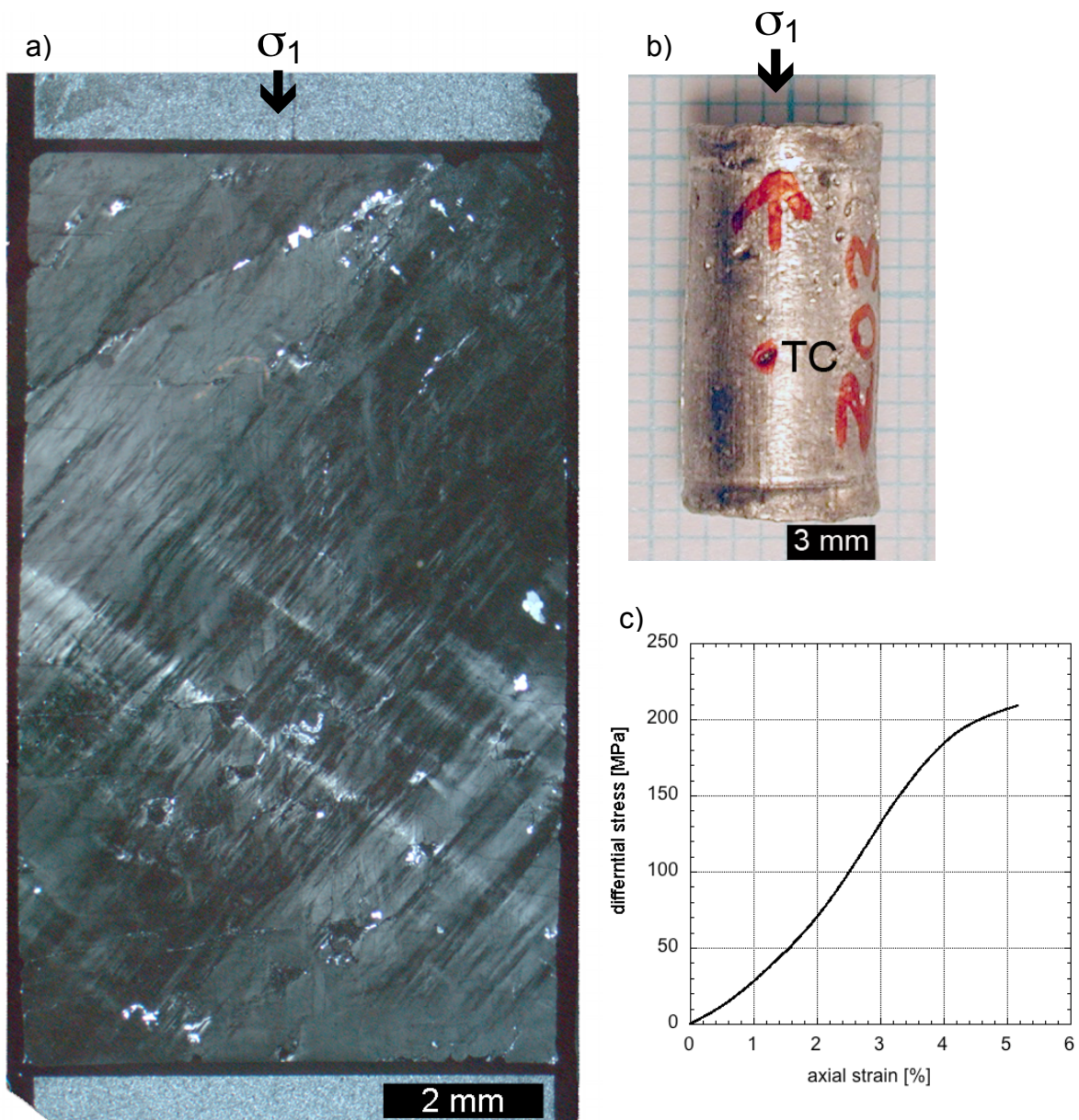
Orientierung: O^+

$T = 900^\circ\text{C}$, $P_c = 1000 \text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 1.57 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

Bei Bedingungen: 5.2%

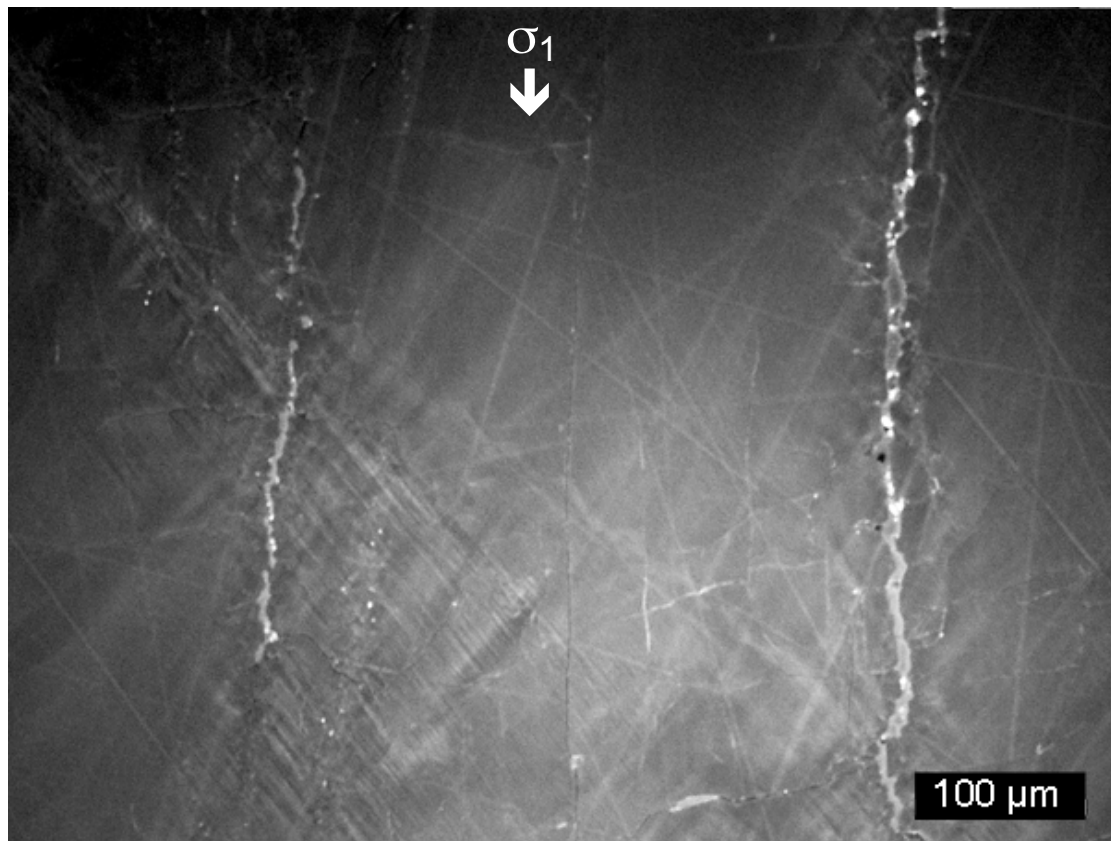
Bemerkung: Test mit Graphit anstelle von Pb

Angewandte Methoden: CL, FTIR



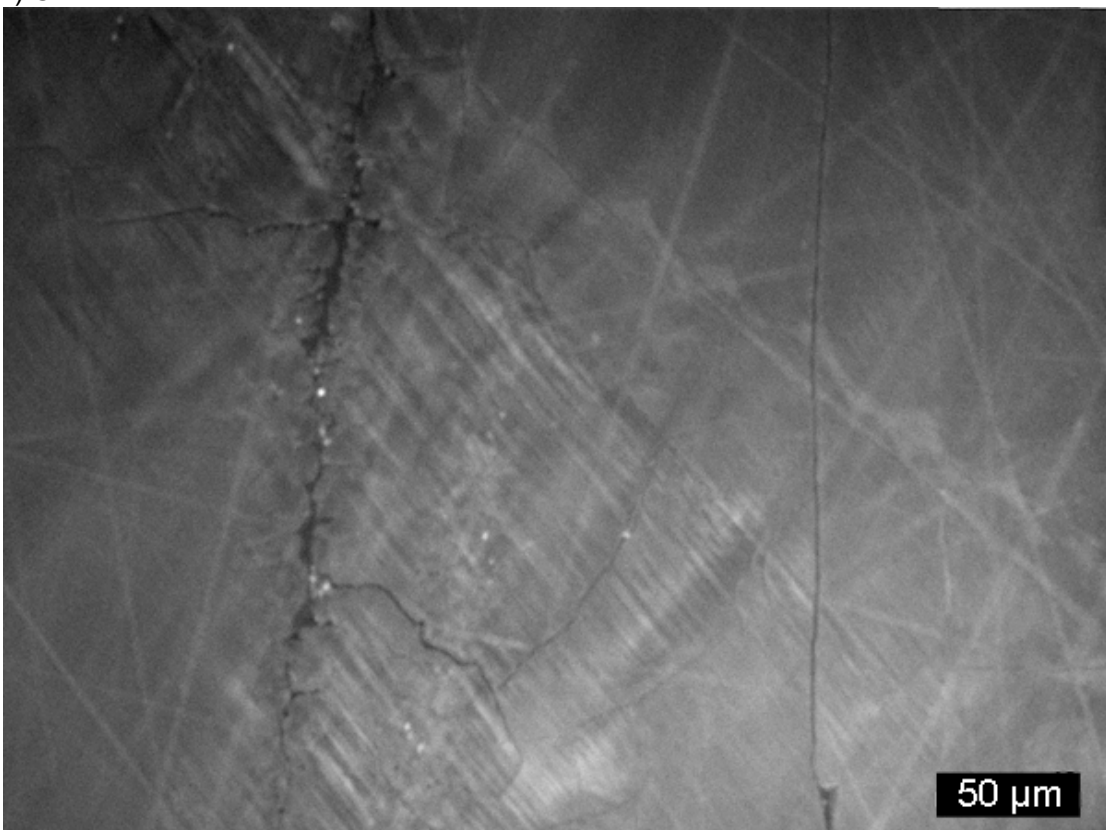
a) Dünnschliff 203 ATH (gekreuzte Polarisatoren, zur besseren Visualisierung wurden die Polarisatoren nahe zu parallel zur schrägen c-Achse gedreht). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel. c) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$))

1) CL



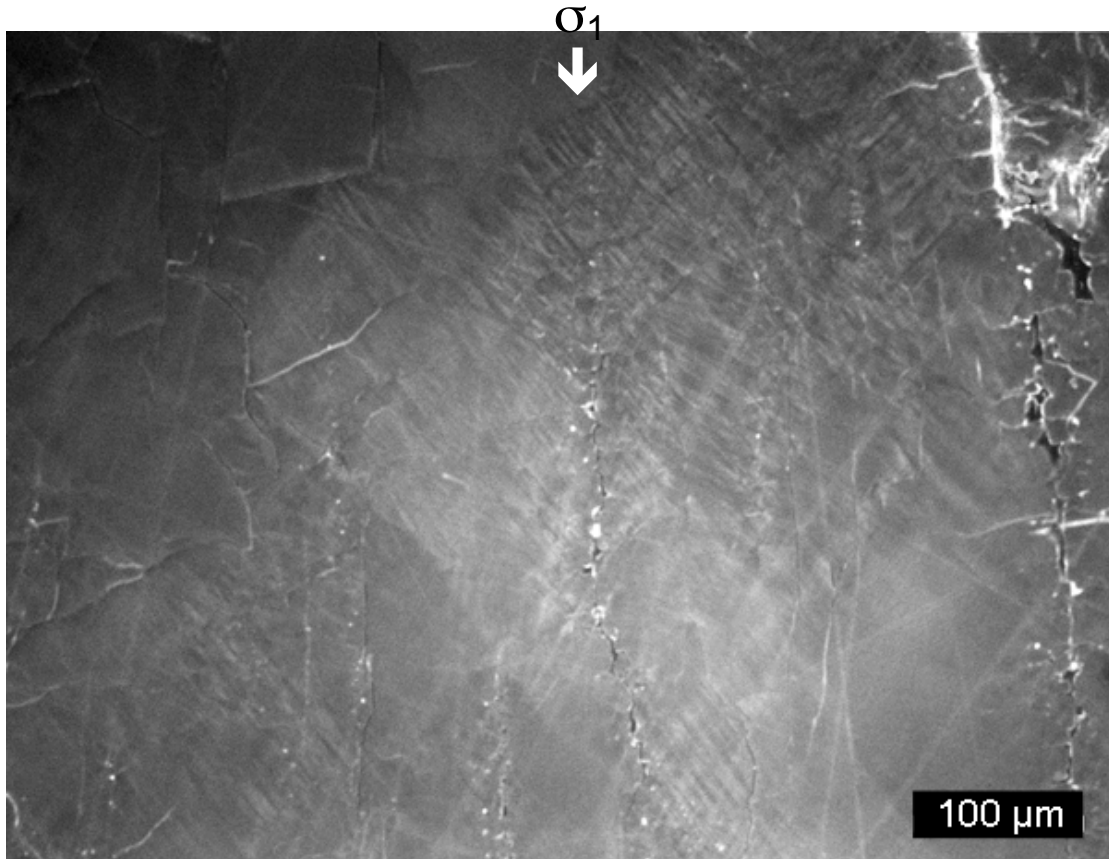
SEM-CL Aufnahme 203 ATH.

2) CL

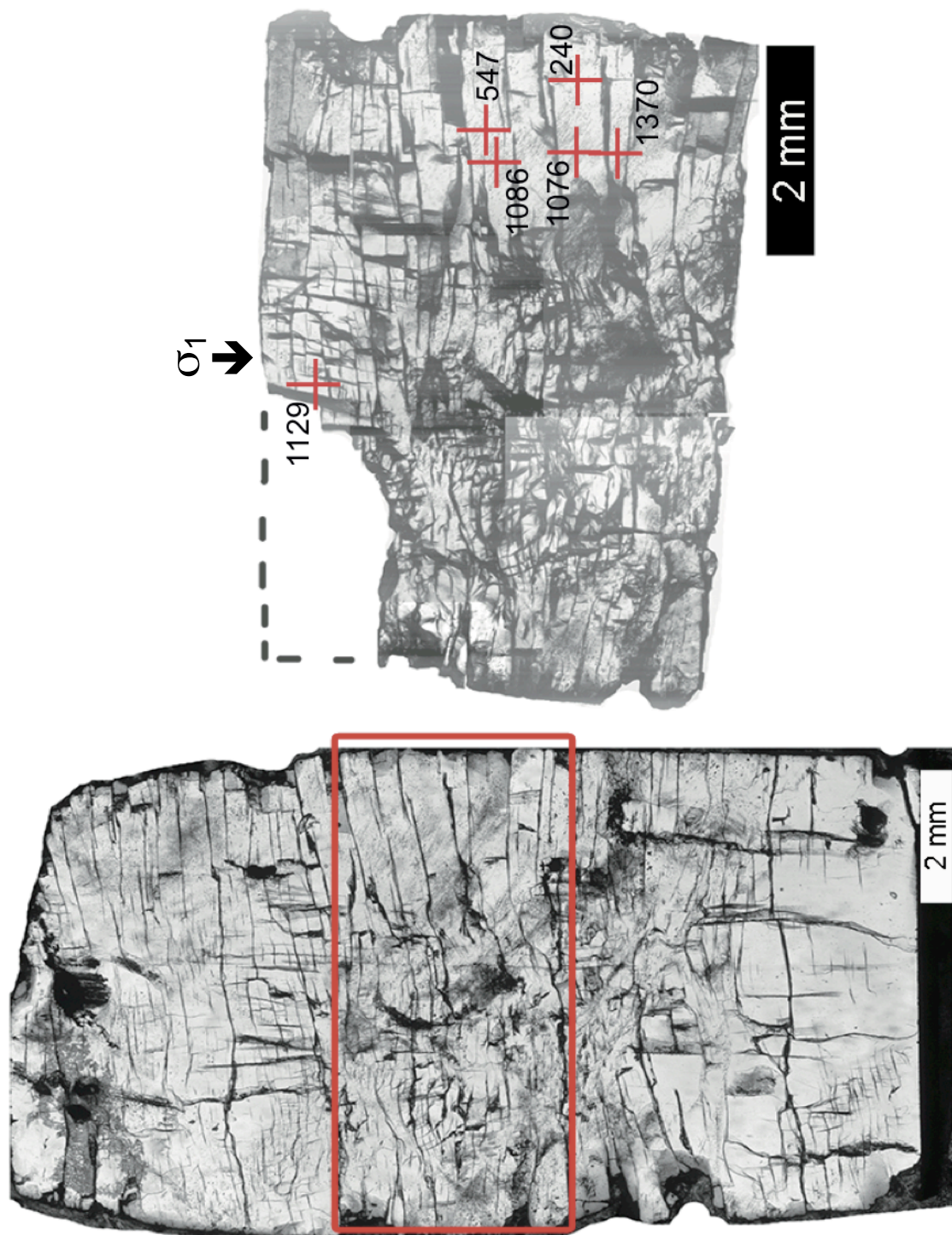


SEM-CL Aufnahme 203 ATH.

3) CL



SEM- CL Aufnahme 203 ATH.



Dickschliff 203 ATH mit FTIR - Messpunkten (rote Kreuze) und entsprechenden Werten der Wassergehaltberechnungen in $H/10^6 Si$.



205 ATH

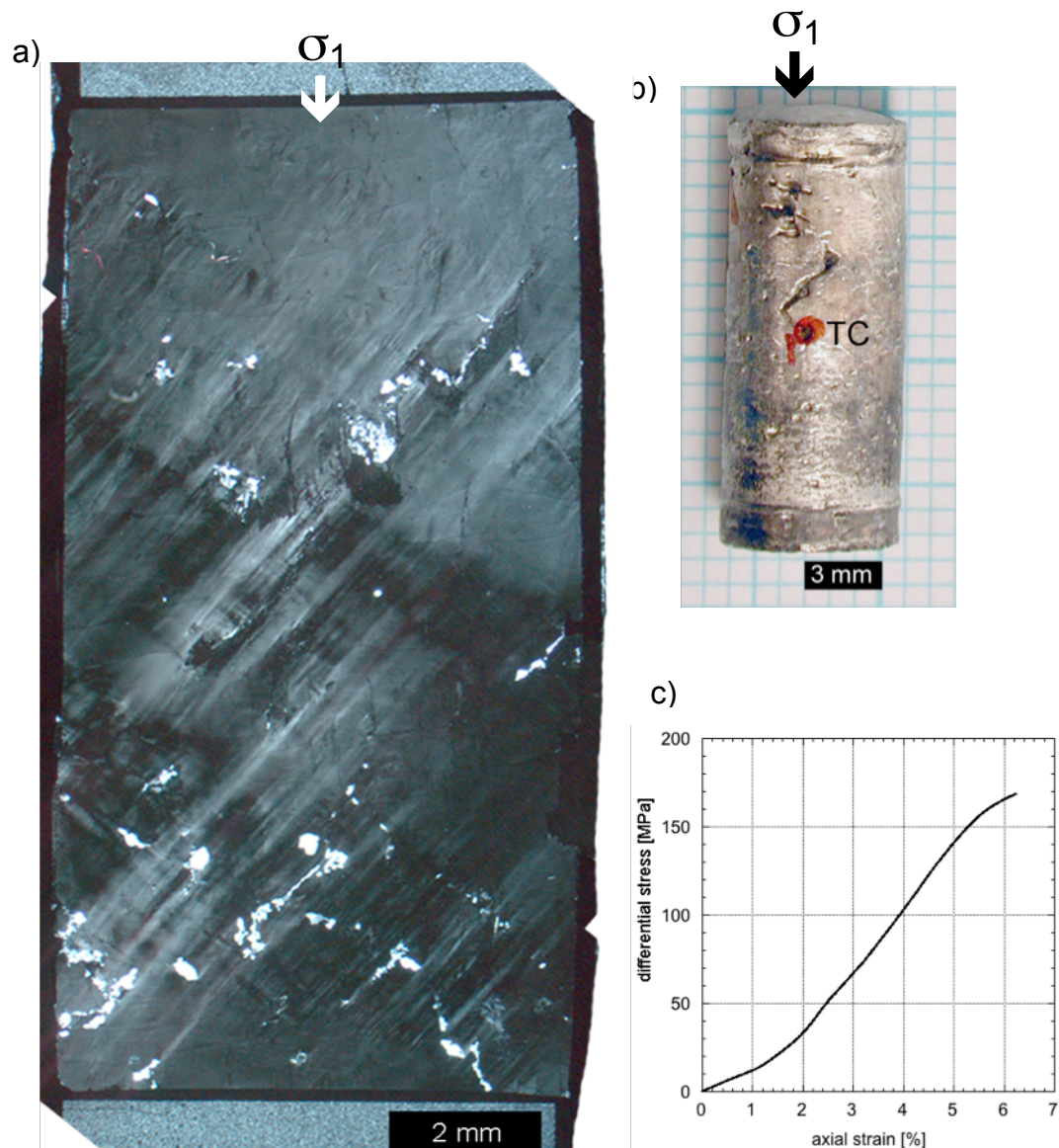
Orientierung: O^+

$T = 900^\circ\text{C}$, $P_c = 1000 \text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 1.19 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

Strain: 5.3%

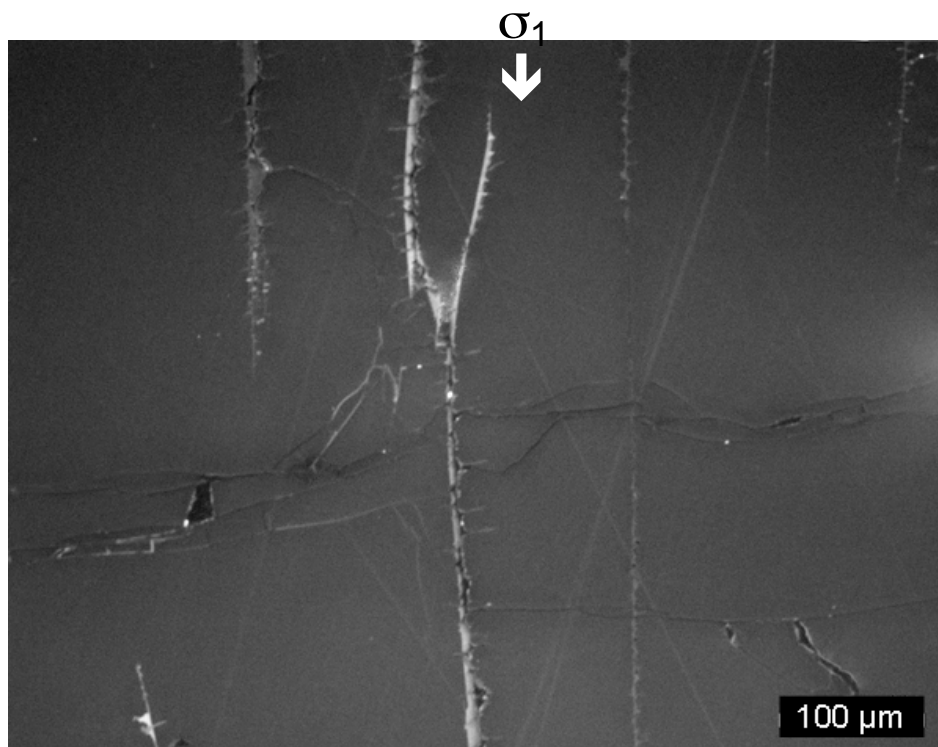
Bemerkung: erster Test mit zusätzlicher NaCl-Pille zwischen oberen und mittleren Al_2O_3 -Stempel

Angewandte Methoden: CL

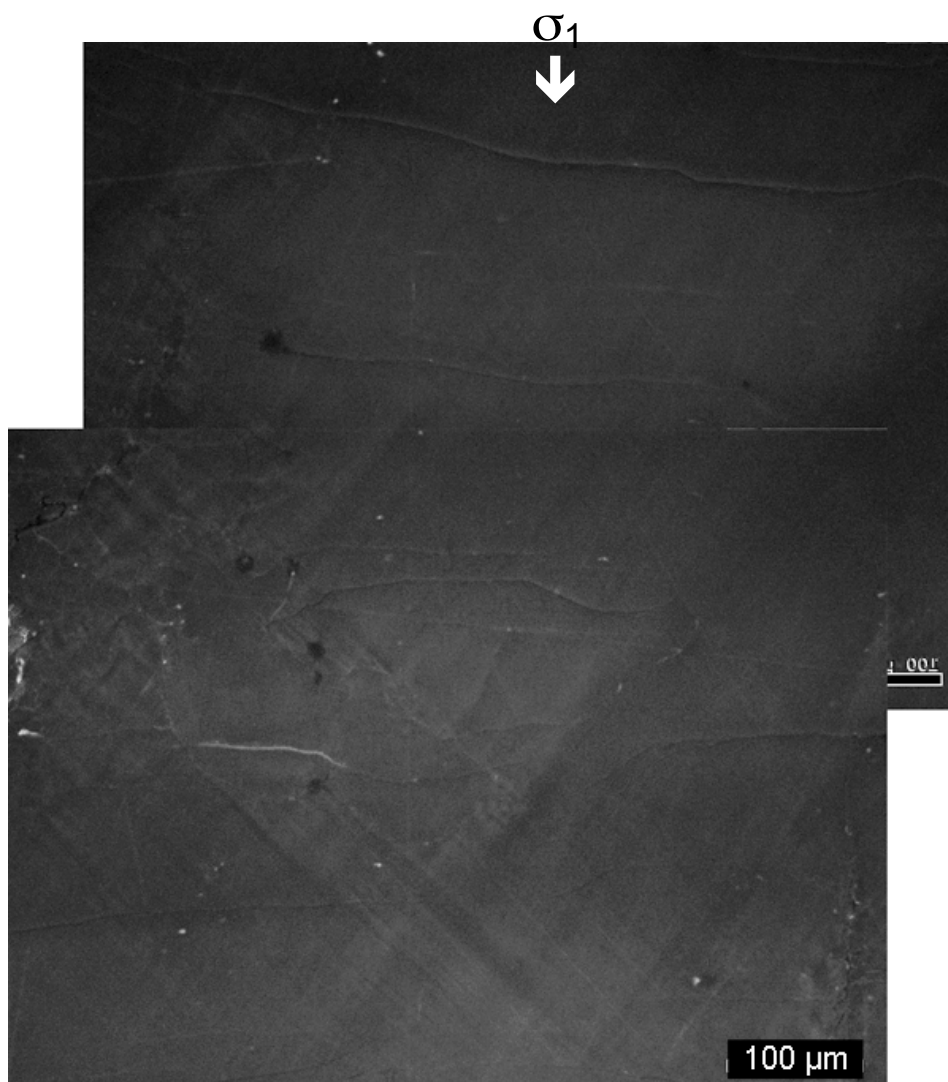


a) Dünnschliff 205 ATH (gekreuzte Polarisatoren, zur besseren Visualisierung wurden die Polarisatoren nahe zu parallel zur schrägen c-Achse gedreht). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel. c) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$))

1) CL



2) CL



SEM-CL Aufnahmen 205 ATH.

207 ATH



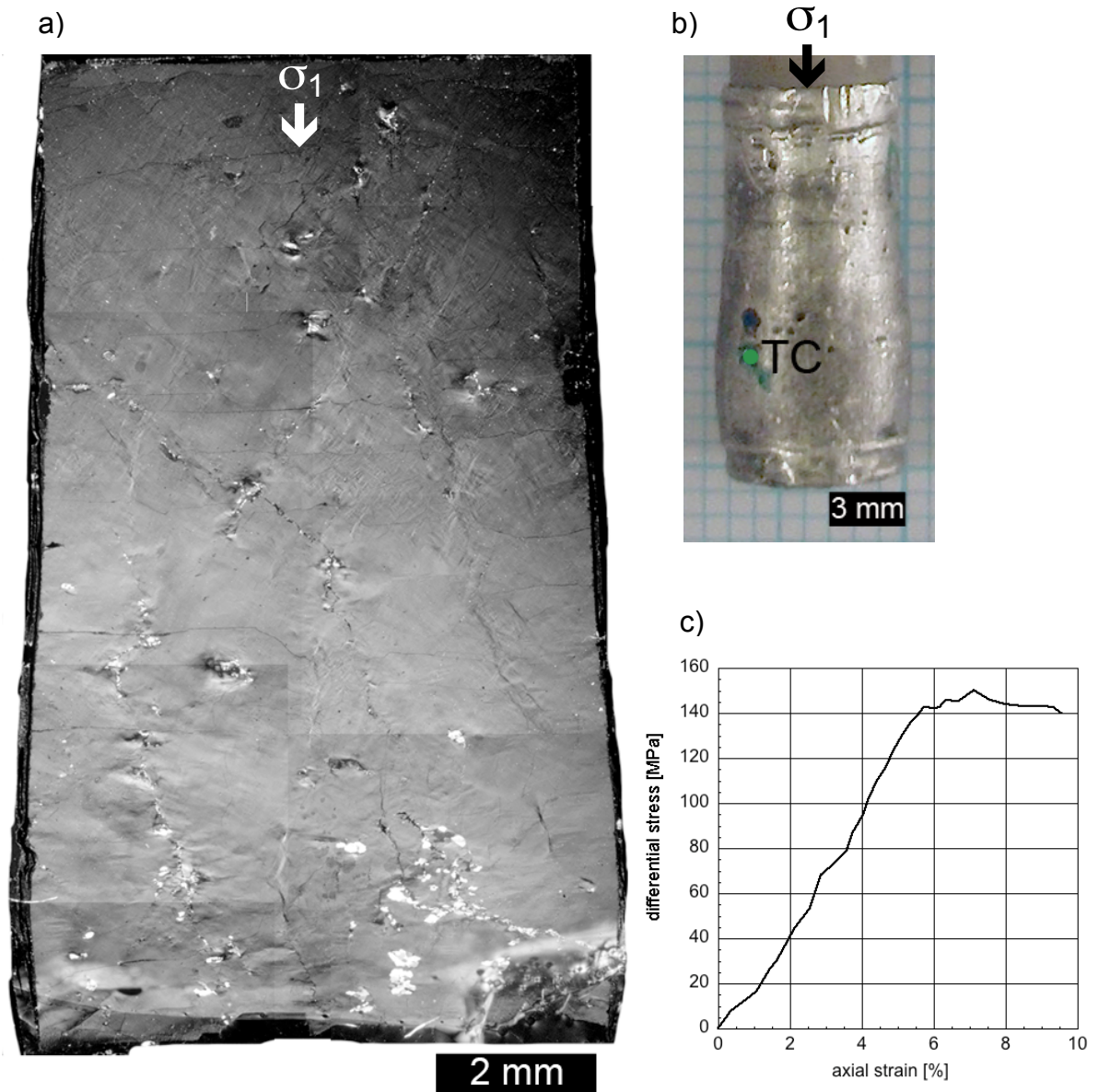
207 ATH

Orientierung: $\perp m$

$T = 900^\circ\text{C}$, $P_c = 1500 \text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 1.28 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

Strain: 9.6%

Angewandte Methoden: FTIR (nur Testmessungen, vgl. Appendix B)



228 ATH



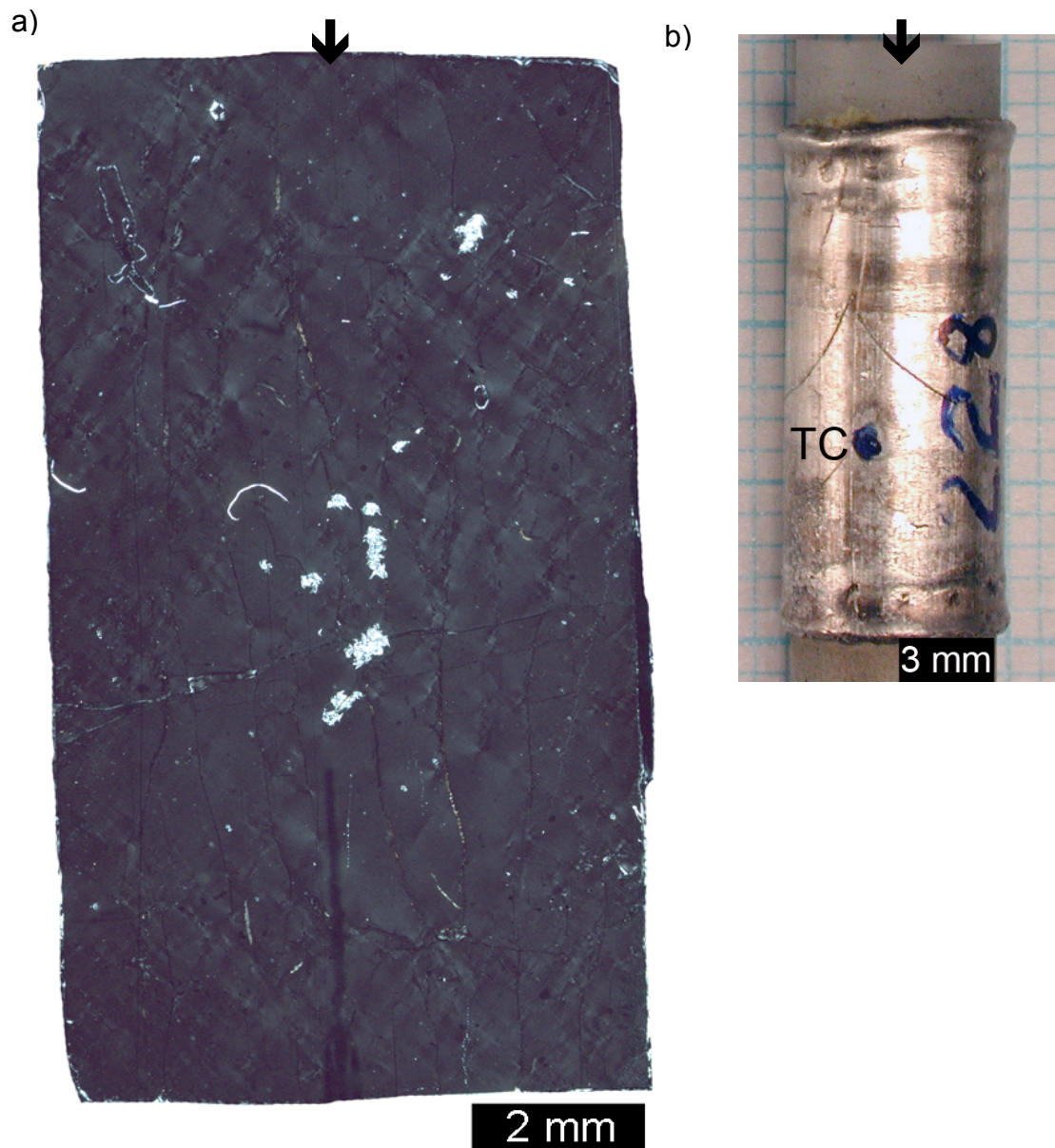
2 mm

228 ATH

Orientierung: $\perp m$

$T = 900^{\circ}\text{C} - 740^{\circ}\text{C}$, $P_c = 750 \text{ MPa}$

Bemerkungen: geschmolzenes inneres Salzteil (KCl) auf
Grund einer Verwechslung (failed)



a) Dünnschliff 228 ATH (gekreuzte Polarisatoren) b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel.

230 ATH



230 ATH

Orientierung: $\perp m$

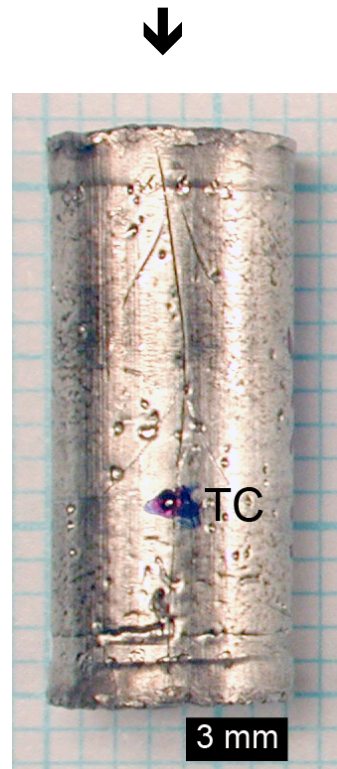
$T = 750^{\circ}\text{C}$, $P_c = 650 \text{ MPa}$

Bemerkungen: TC gebrochen (failed)

a)



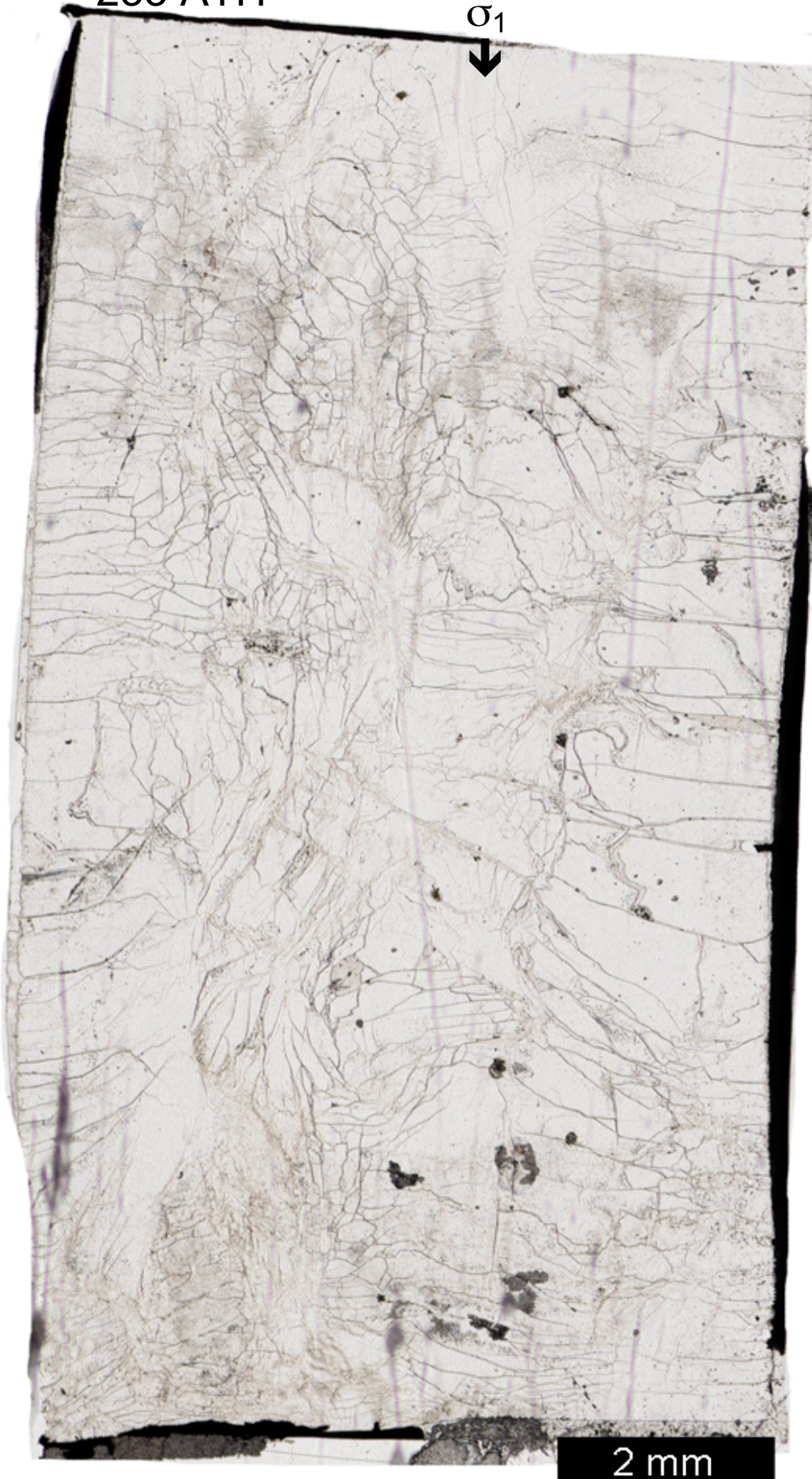
b)



a) Dünnschliff 230 ATH (gekreuzte Polarisatoren) b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel. c) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)).

233 ATH

σ_1
↓



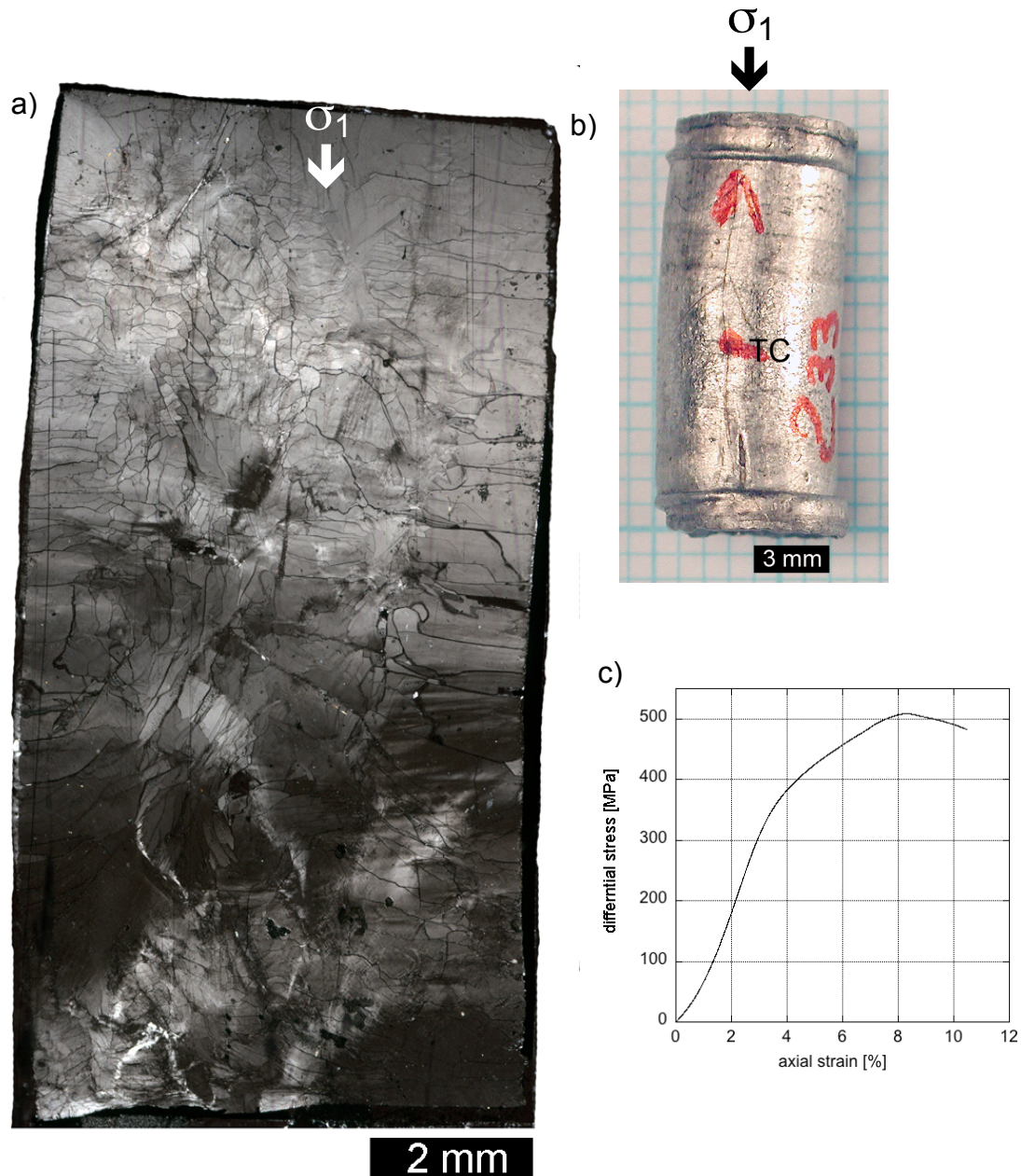
2 mm

233 ATH

Orientierung: $\perp m$

$T = 900^\circ\text{C}$, $PC = 700 \text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 1.29 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

Strain: 10.5%



a) Dünnschliff 233 ATH (gekreuzte Polarisatoren). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel. c) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)).

238 ATH

σ_1
↓



2 mm

238 ATH

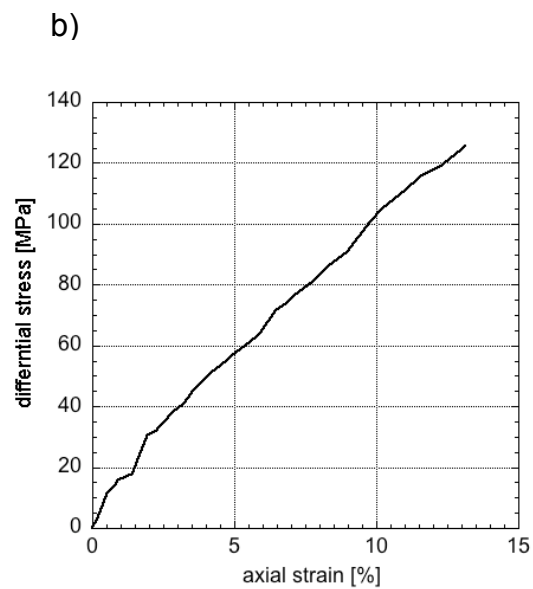
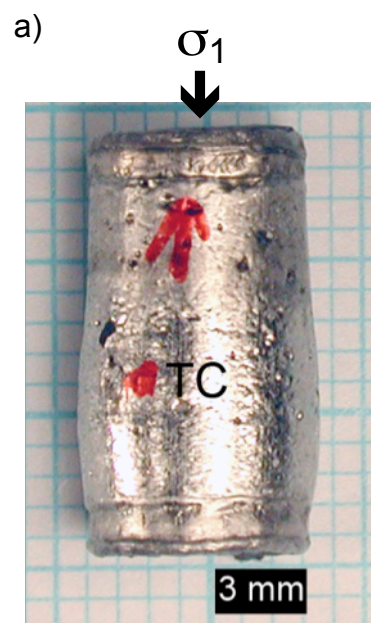
Orientierung: $\perp m$

$T = 1000^{\circ}\text{C}$, $P_c = 1450 \text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 1.93 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

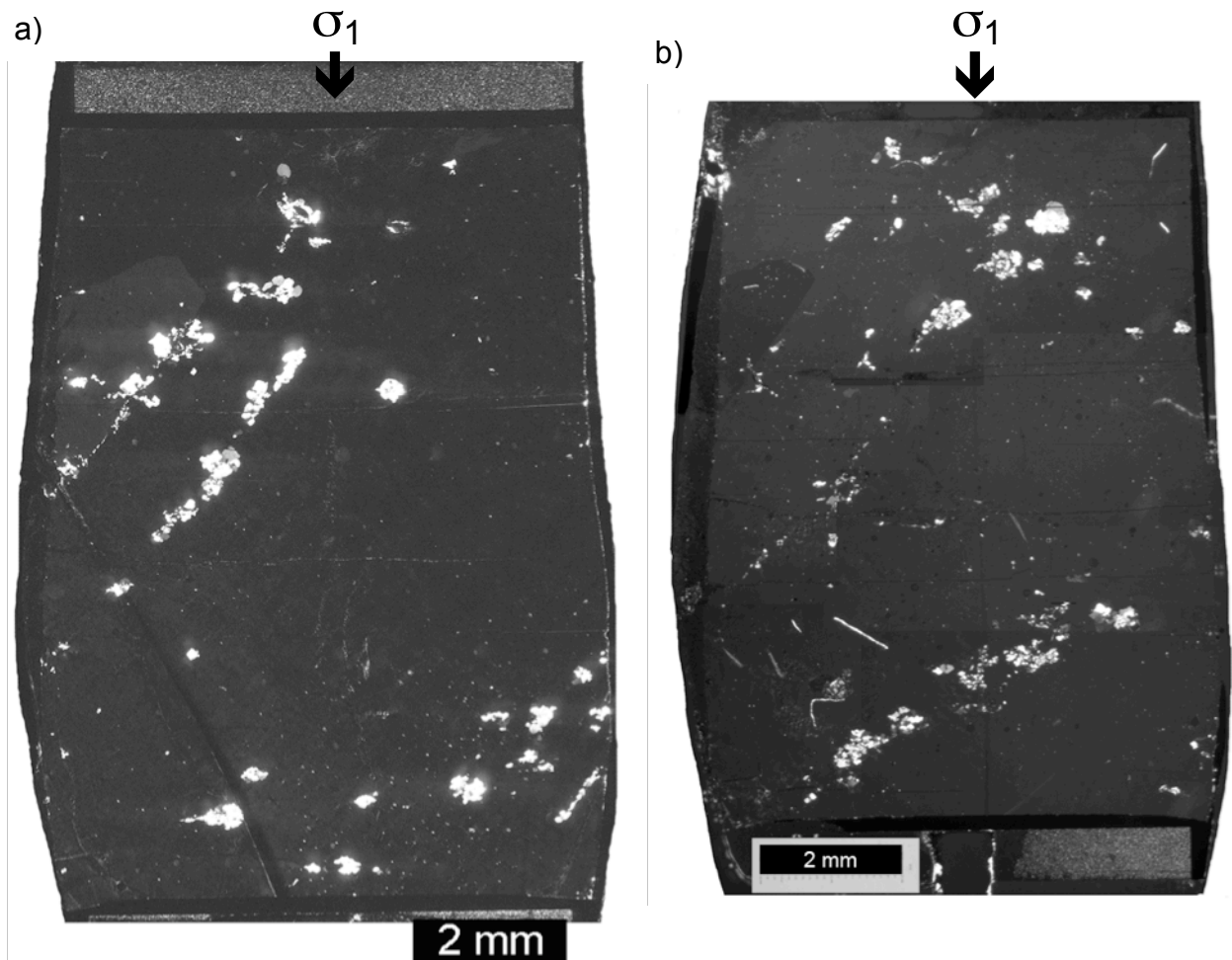
Strain: 15.3%

Bemerkung: zwei Dünnschliffe, Schliff 1 zu verschmutzt

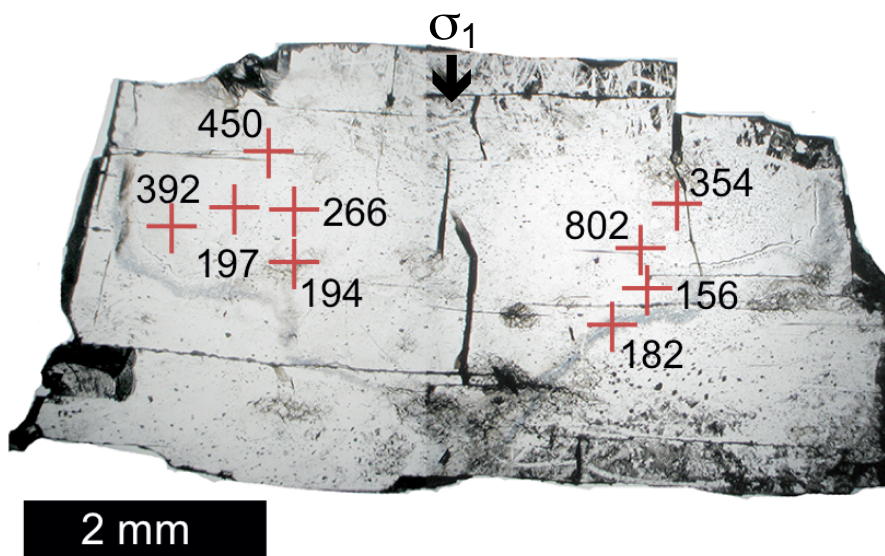
Angewandte Methoden: FTIR



a) Probe 238 ATH nach der Deformation im Pt-Mantel b) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)).



Dünnschliffe 238ATH (gekreuzte Polarisatoren) a) Schliff 2, b) Schliff 1.



Teil des Dickschliffs 238 ATH mit FTIR Messpunkten (rote Kreuze) und entsprechenden Werten der Wassergehaltberechnungen in $H/10^6Si$.

241 ATH

σ_1
↓

1 CIP 2.5x

2 mm

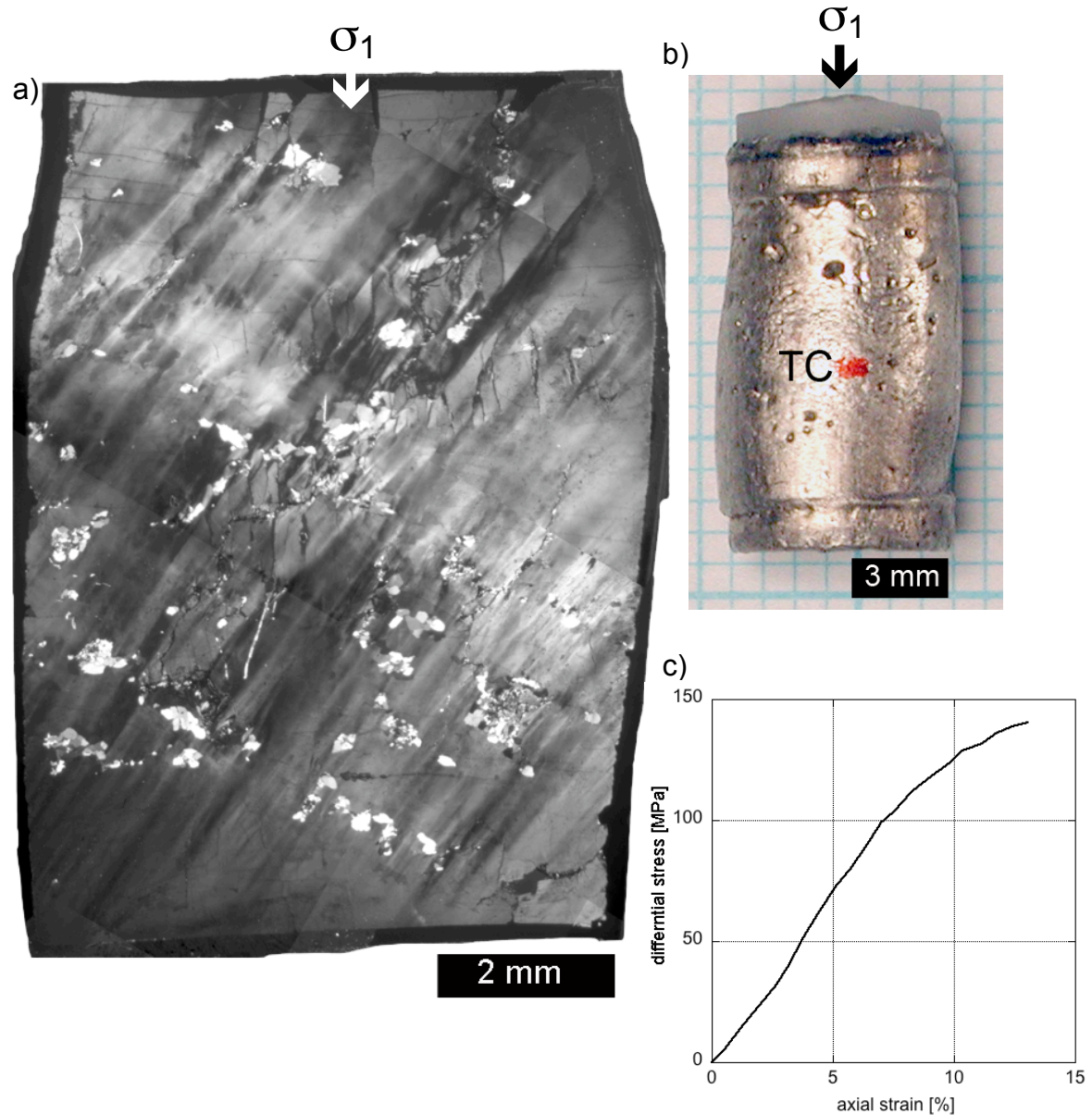
241 ATH

Orientierung: O^+

$T = 1000^\circ\text{C}$, $P_c = 1480 \text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 1.95 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

Strain: 12.5%

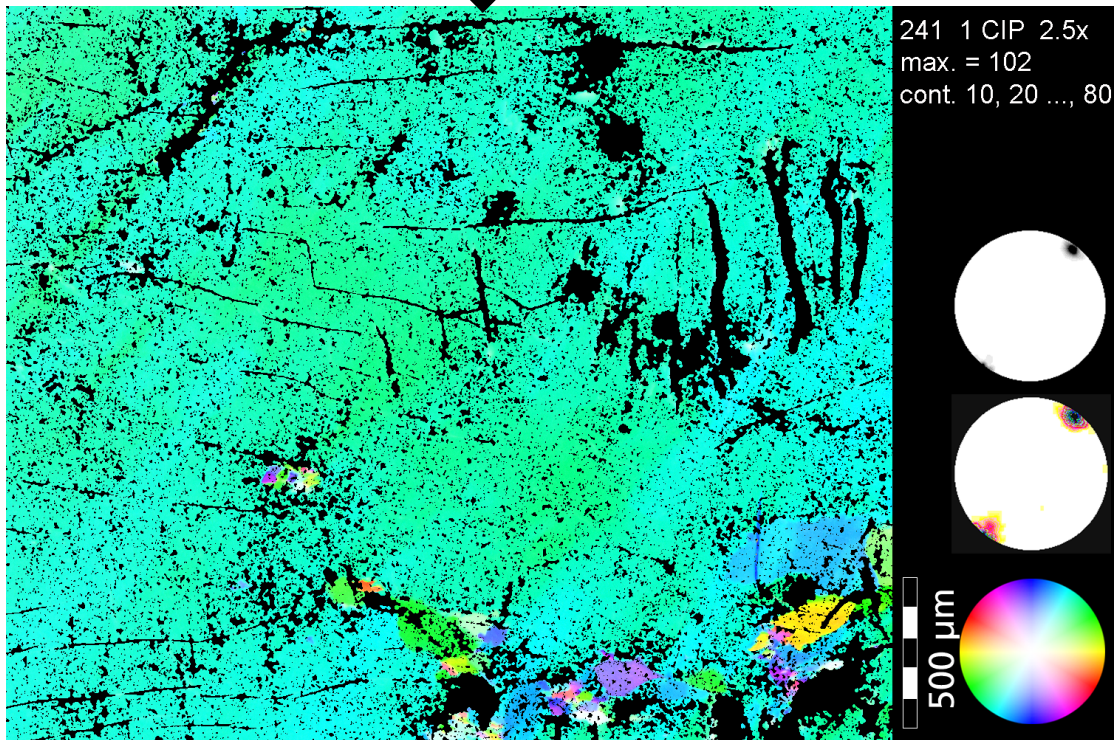
Angewandte Methoden: CIP, FTIR



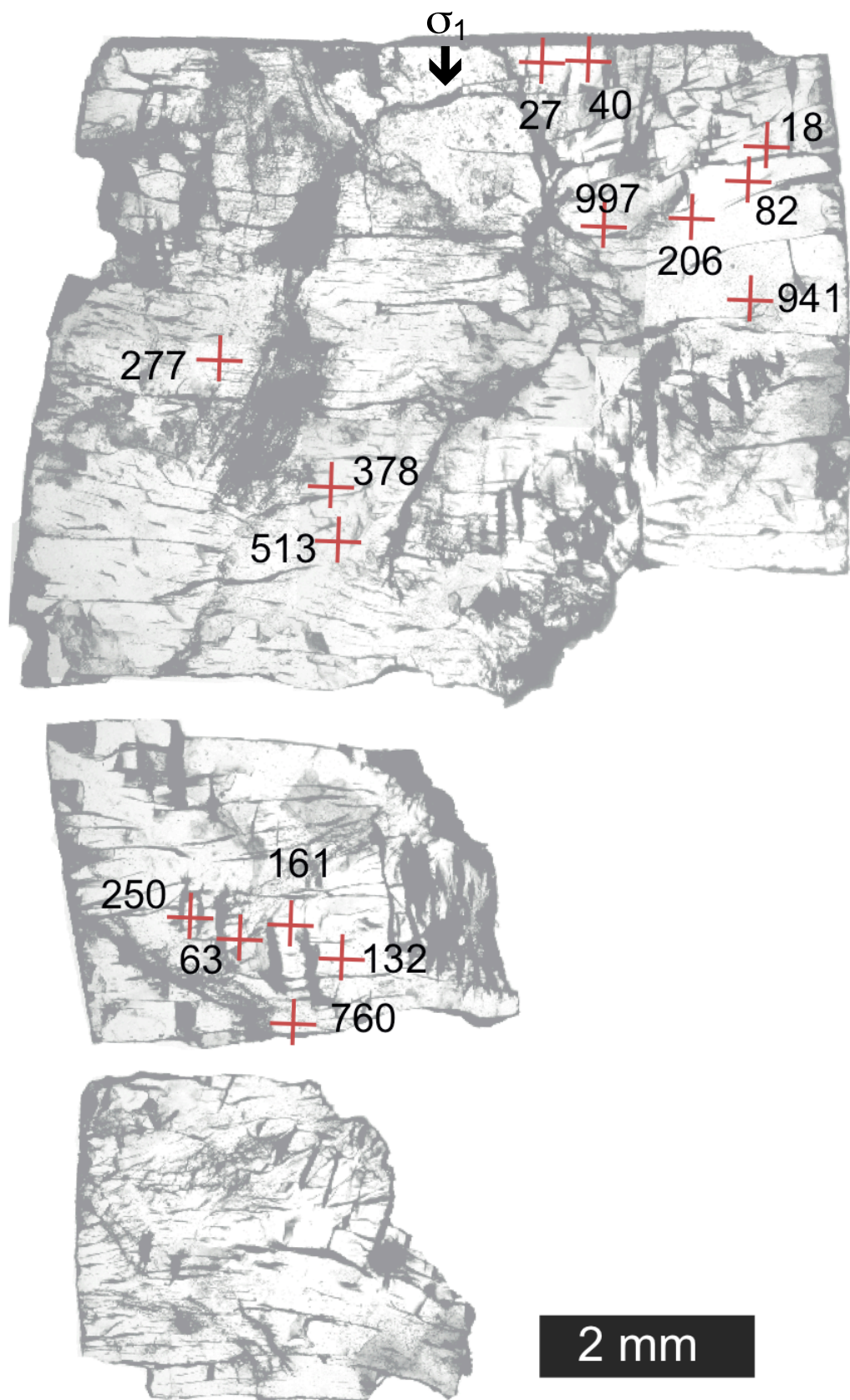
a) Dünnschliff 241 ATH (gekreuzte Polarisatoren, zur besseren Visualisierung wurden die Polarisatoren nahe zu parallel zur schrägen c-Achse gedreht). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel. c) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)).

1) CIP

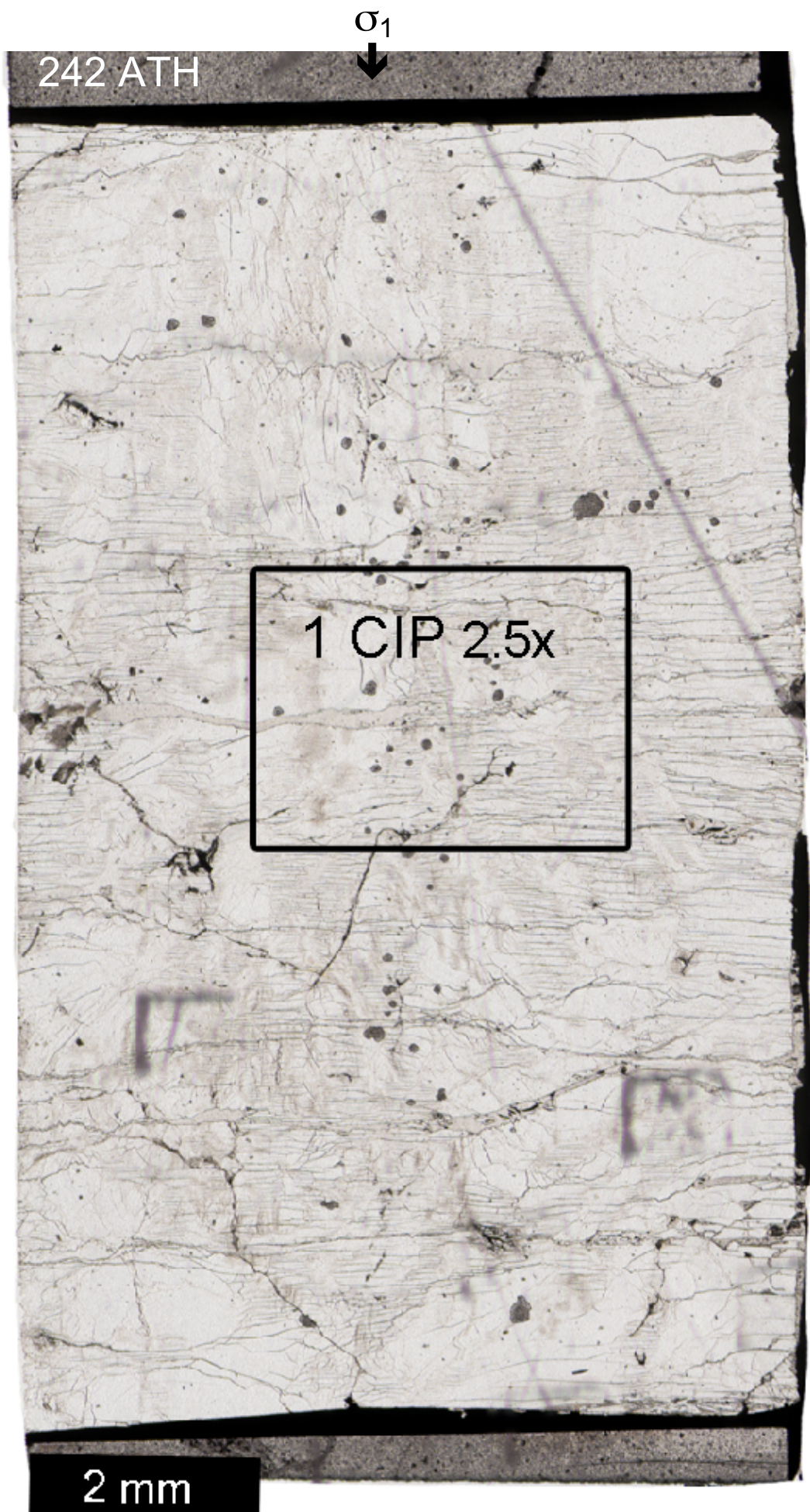
σ_1
↓



COI 241 ATH mit Polfiguren (oberen Grauwerten, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI).



Dickschliff 241 ATH mit FTIR-Messpunkten (rote Kreuze) und entsprechenden Werten der Wassergehaltberechnungen in H/10⁶Si.



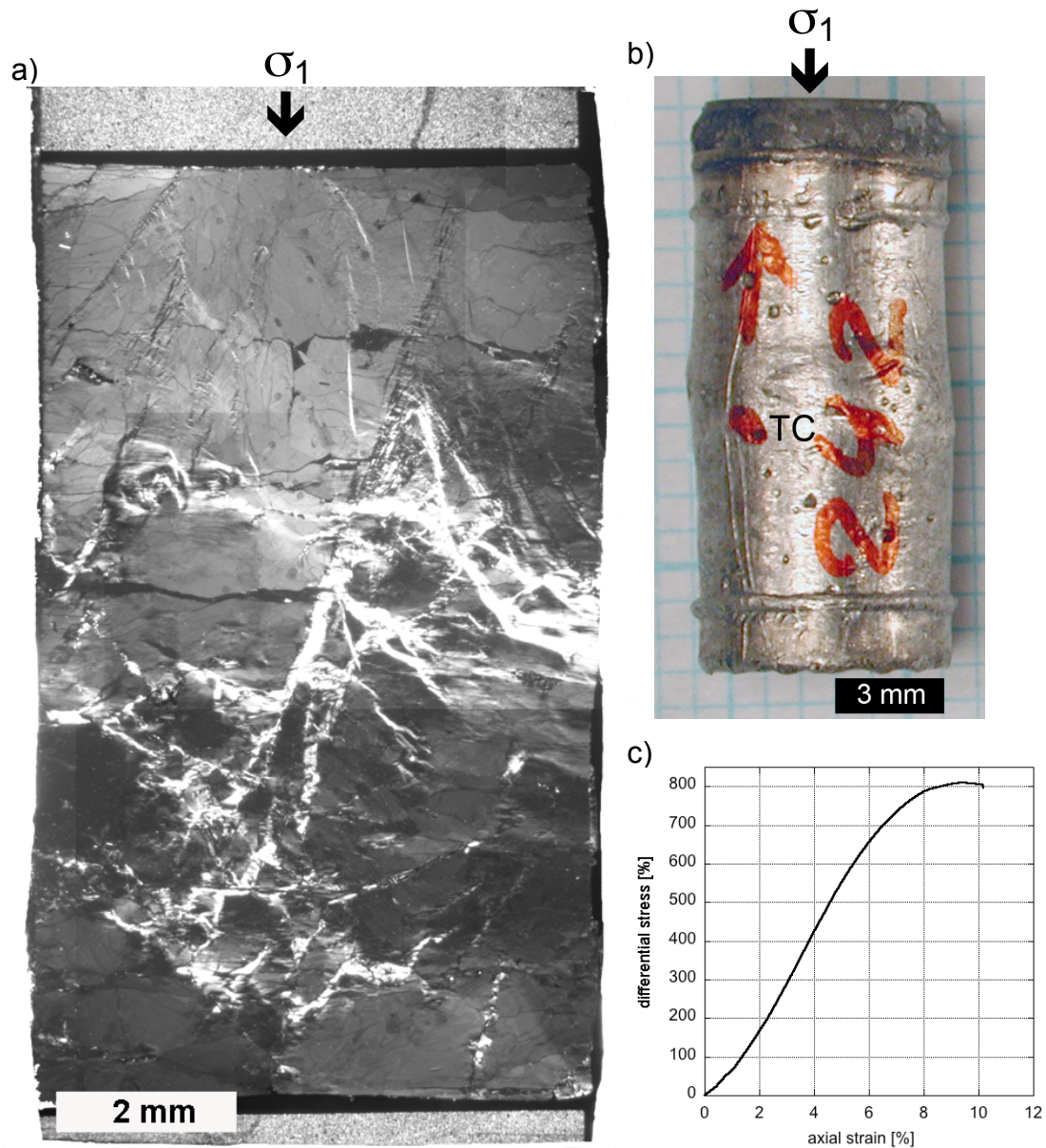
242 ATH

Orientierung: $\perp m$

$T = 800^\circ\text{C}$, $P_c = 1500 \text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 1.57 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

Strain: 10.2%

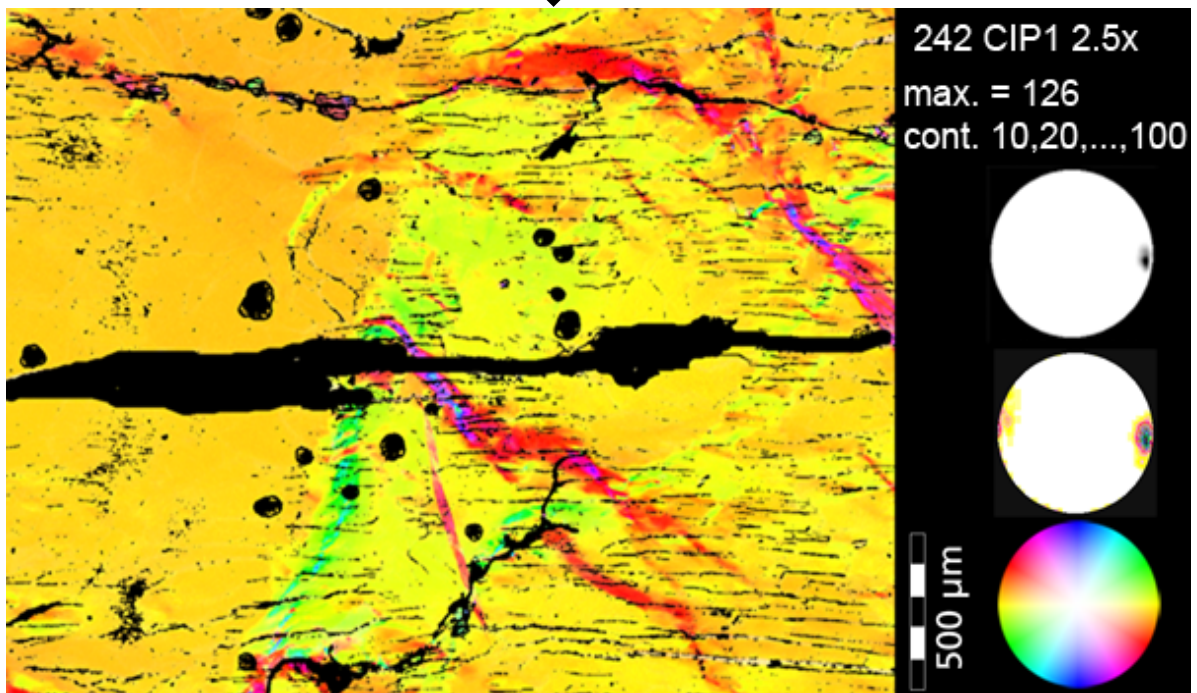
Angewandte Methoden: CIP



a) Dünnschliff 242 ATH (gekreuzte Polarisatoren). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel. c) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)).

1) CIP

σ_1
↓



COI 242 ATH mit Polfiguren (oberen Grauwerten, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI).

244 ATH



244 ATH

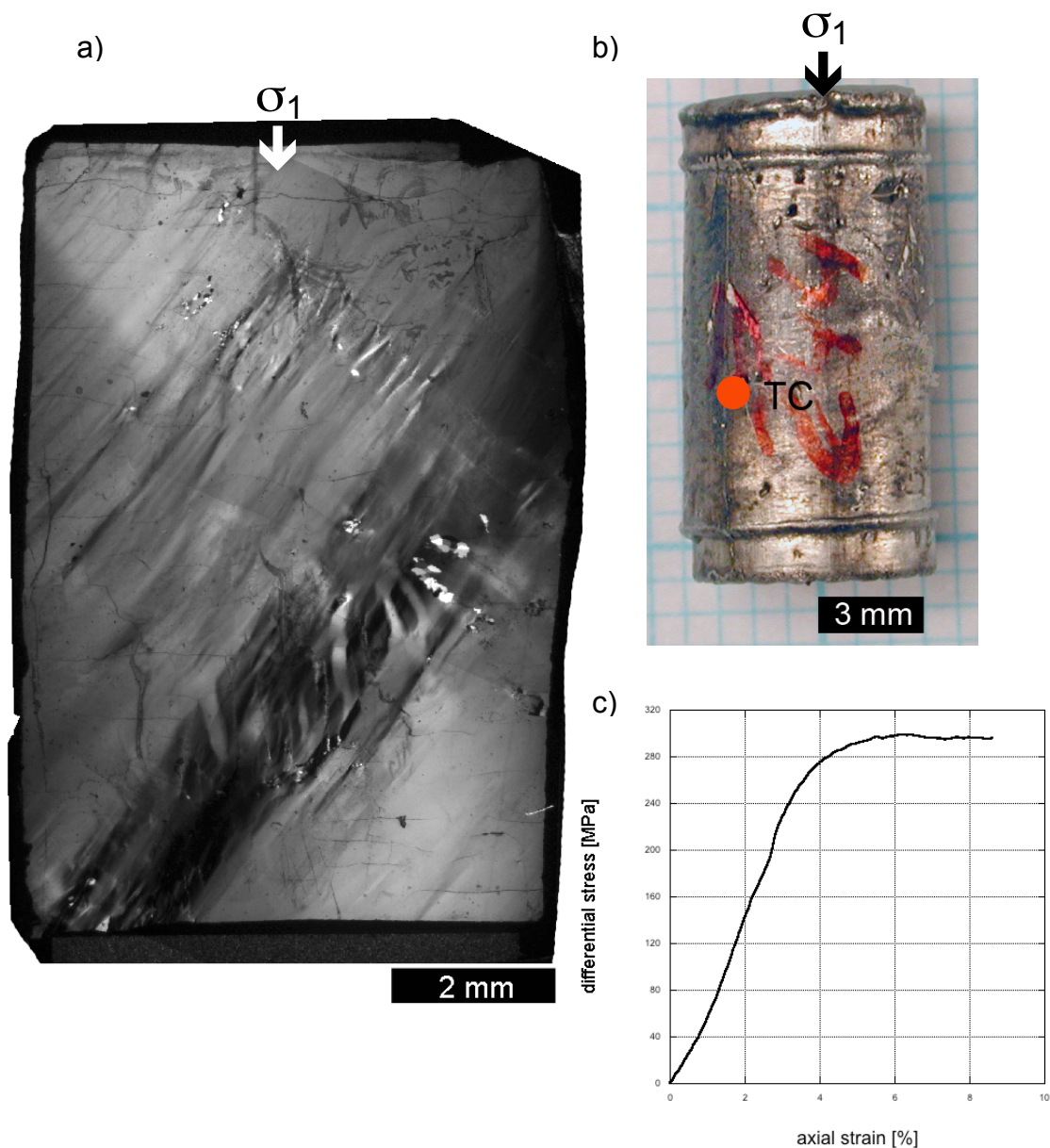
Orientierung: O^+

$T = 900^\circ\text{C}$ ($\pm 7^\circ\text{C}$), $P_c = 1000 \text{ MPa}$, $\dot{\varepsilon} = 1.78 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

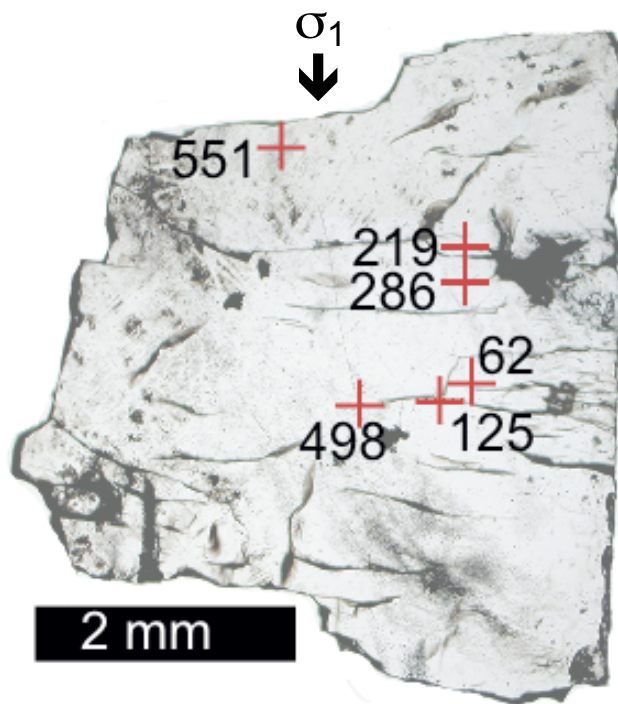
Strain: 8.6%

Bemerkung: ausgeheilt für 47h bei 900°C , nach Deformation Probleme mit TC, geringe Temperaturschwankungen

Angewandte Methoden: FTIR



a) Dünnschliff 244 ATH (gekreuzte Polarisatoren, zur besseren Visualisierung wurden die Polarisatoren nahe zu parallel zur schrägen c-Achse gedreht). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel. c) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ε) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)).



Dickschliff 244 ATH mit FTIR Messpunkten (rote Kreuze) und entsprechenden Werten der Wassergehaltberechnungen in $\text{H}/10^6\text{Si}$.

246 ATH

σ_1



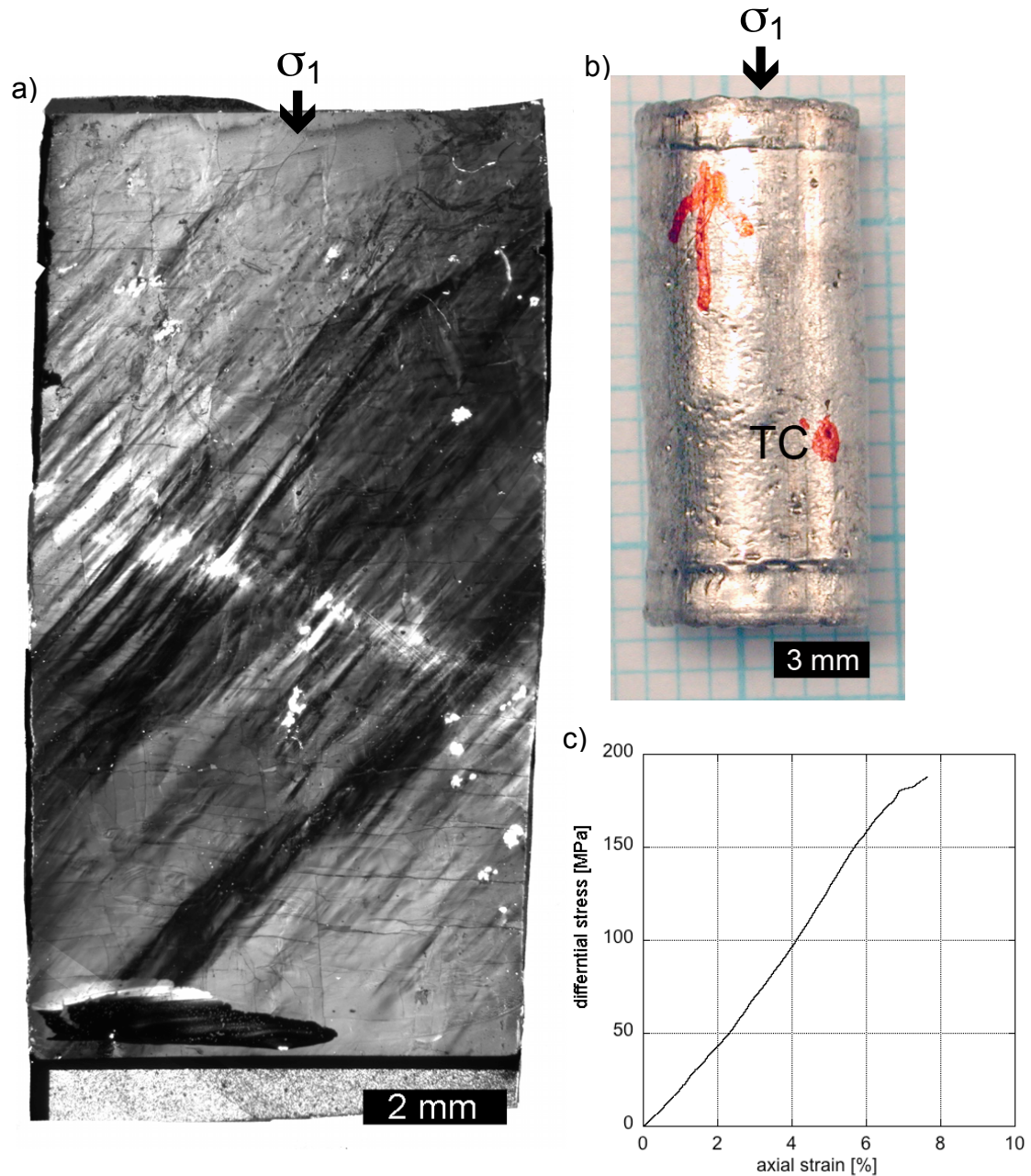
2 mm

246 ATH

Orientierung: O^+

$T = 900^\circ\text{C}$, $P_c = 1500 \text{ MPa}$, $\dot{\varepsilon} = 1.35 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

Strain: 7.6%



a) Dünnschliff 246 ATH (gekreuzte Polarisatoren, zur besseren Visualisierung wurden die Polarisatoren nahe zu parallel zur schrägen c-Achse gedreht). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel. c) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ε) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)).

248 ATH

σ_1
↓

1 CIP 2.5x

2 mm

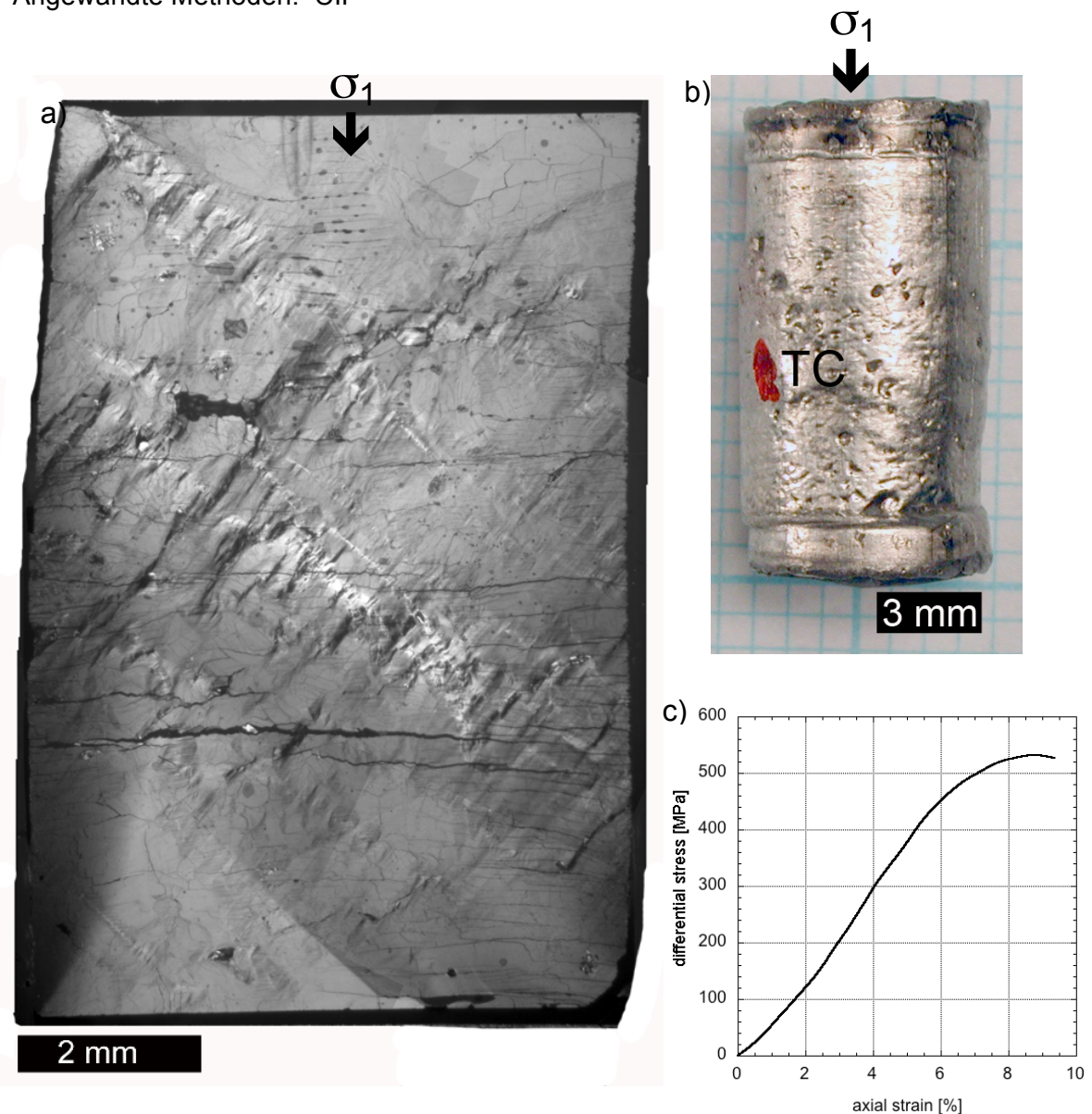
248 ATH

Orientierung: O^+

$T = 800^\circ\text{C}$, $P_c = 1477 \text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 1.72 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

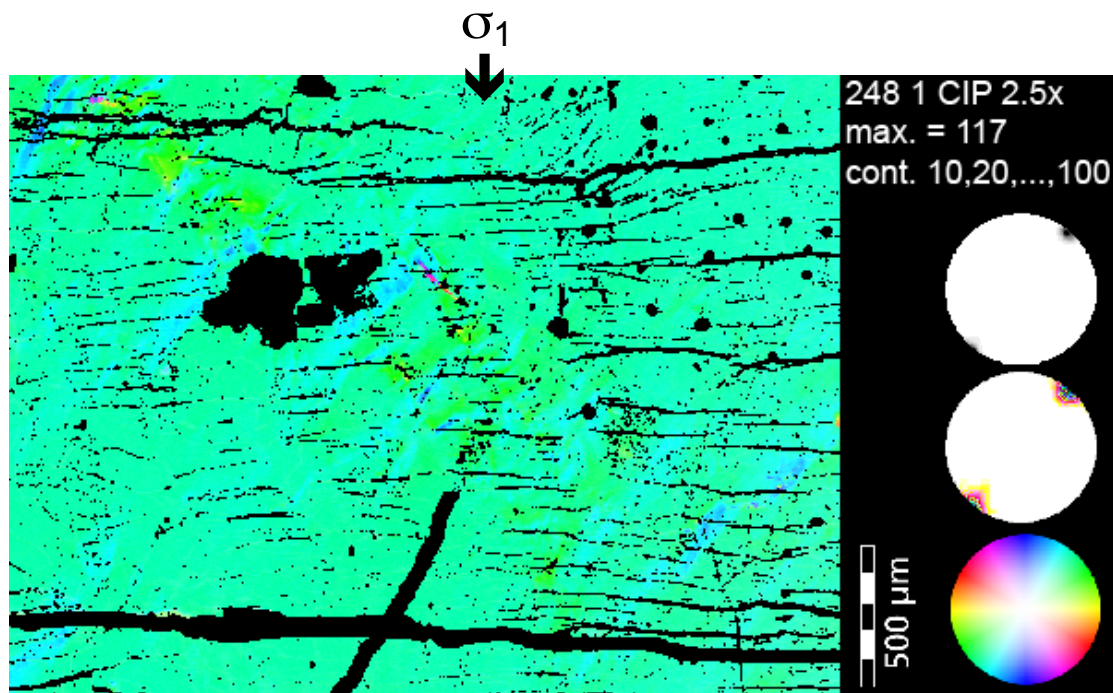
Strain: 9.4%

Angewandte Methoden: CIP



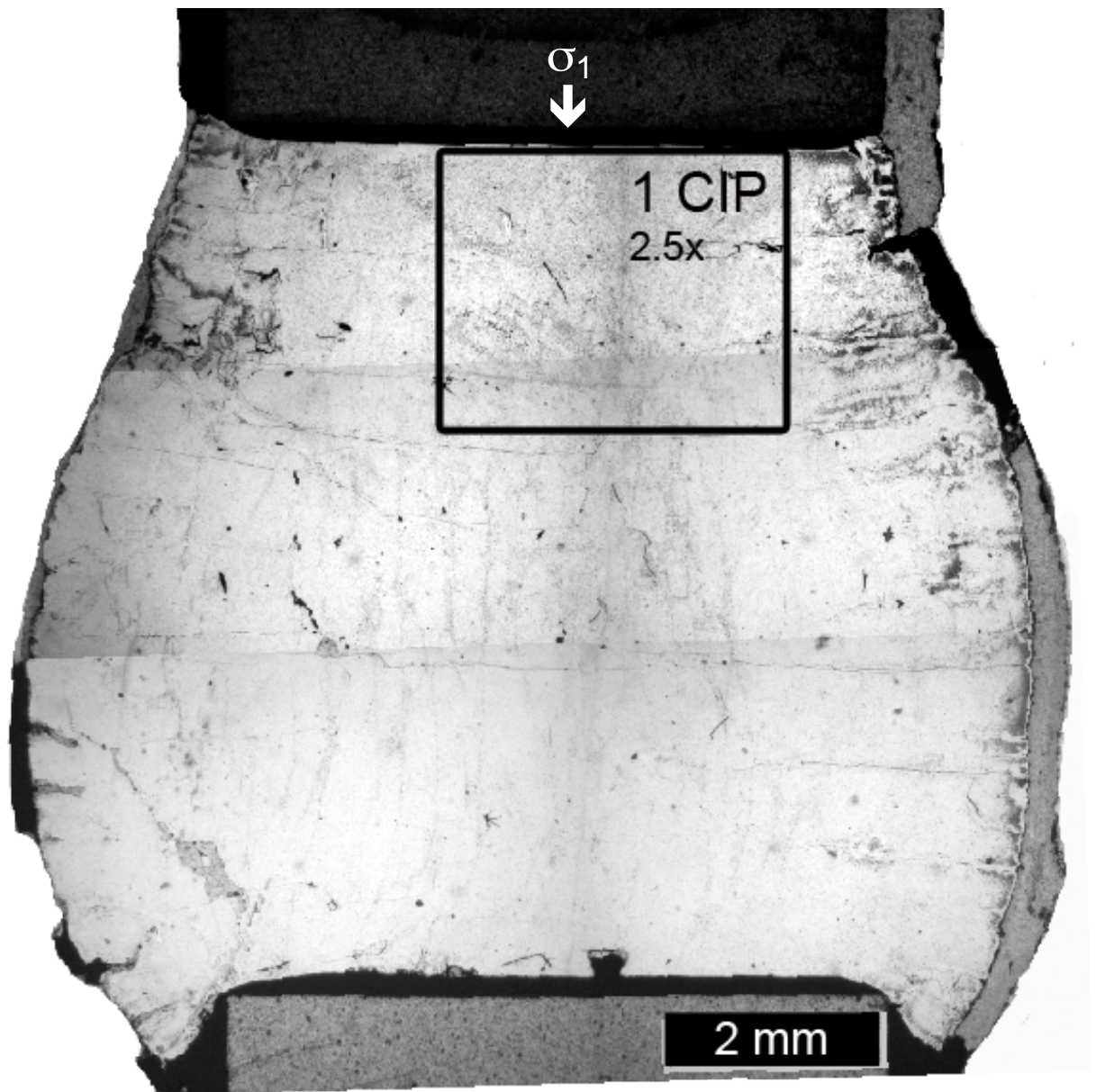
a) Dünnschliff 248 ATH (gekreuzte Polarisatoren, zur besseren Visualisierung wurden die Polarisatoren nahe zu parallel zur schrägen c-Achse gedreht). b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel. c) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)).

1) CIP



COI 248 ATH mit Polfiguren (oberen Grauwerten, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI).

252 ATH



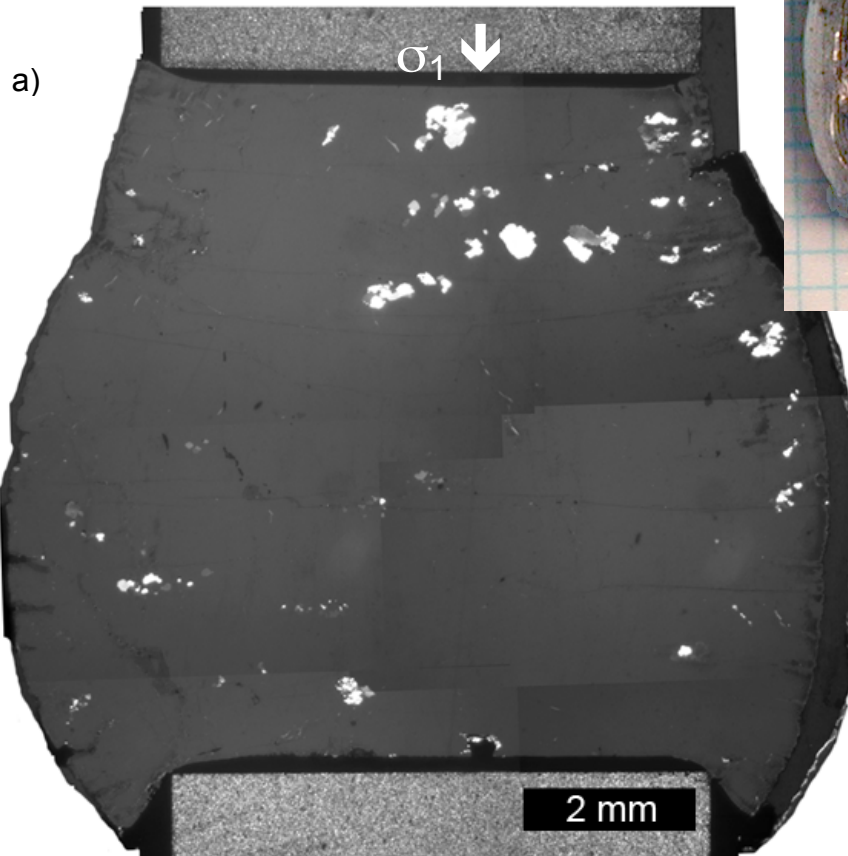
252 ATH

Orientierung: $\perp m$

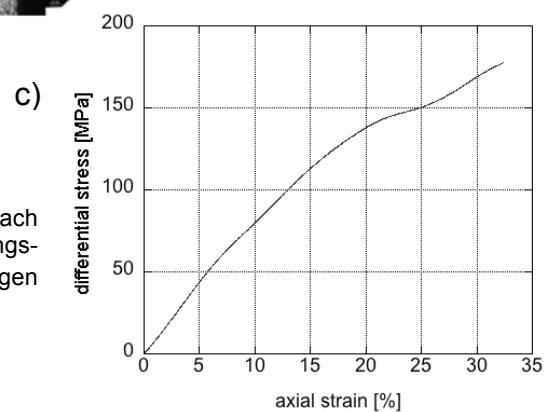
$T = 1500^{\circ}\text{C}$, $P_c = 1500 \text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 2.13 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

Strain: 32.4%

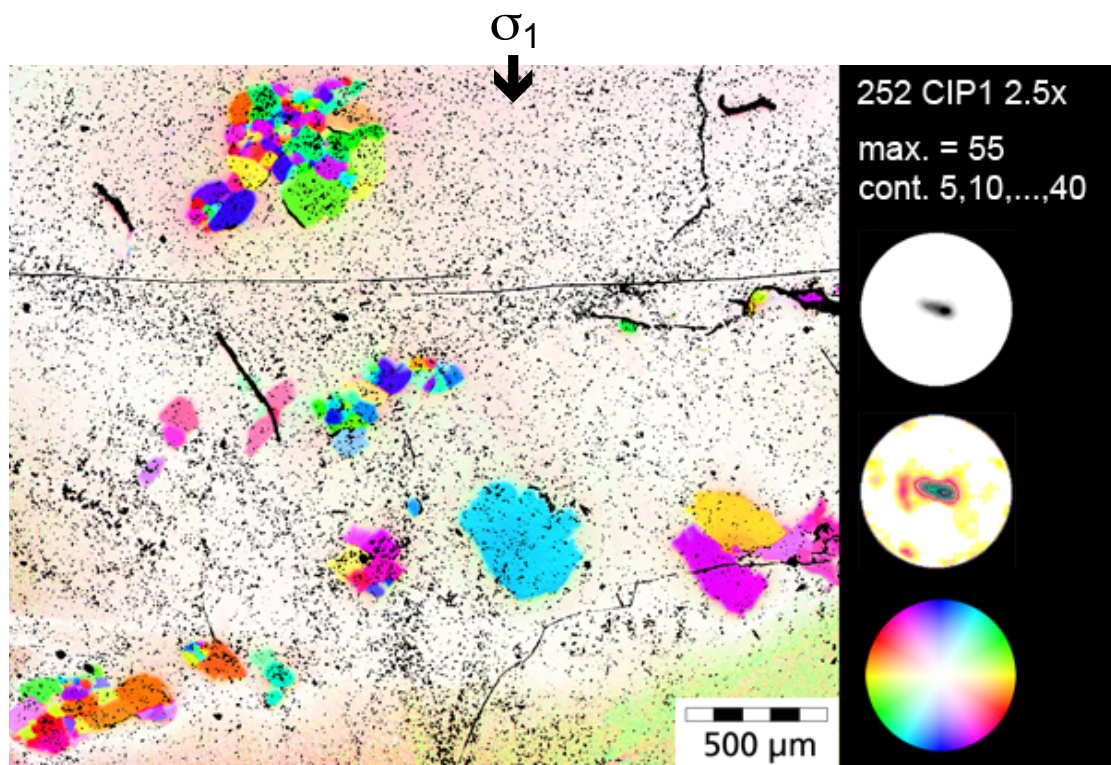
Angewandte Methoden: CIP



Dünnschliff 252ATH (gekreuzte Polarisatoren) b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel. c) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)).



1) CIP



COI 252 ATH mit Polfiguren (oberen Grauwerten, Mitte koloriert mit System LUT Image SXM, unten CLUT zu COI).

254 ATH

σ_1
↓

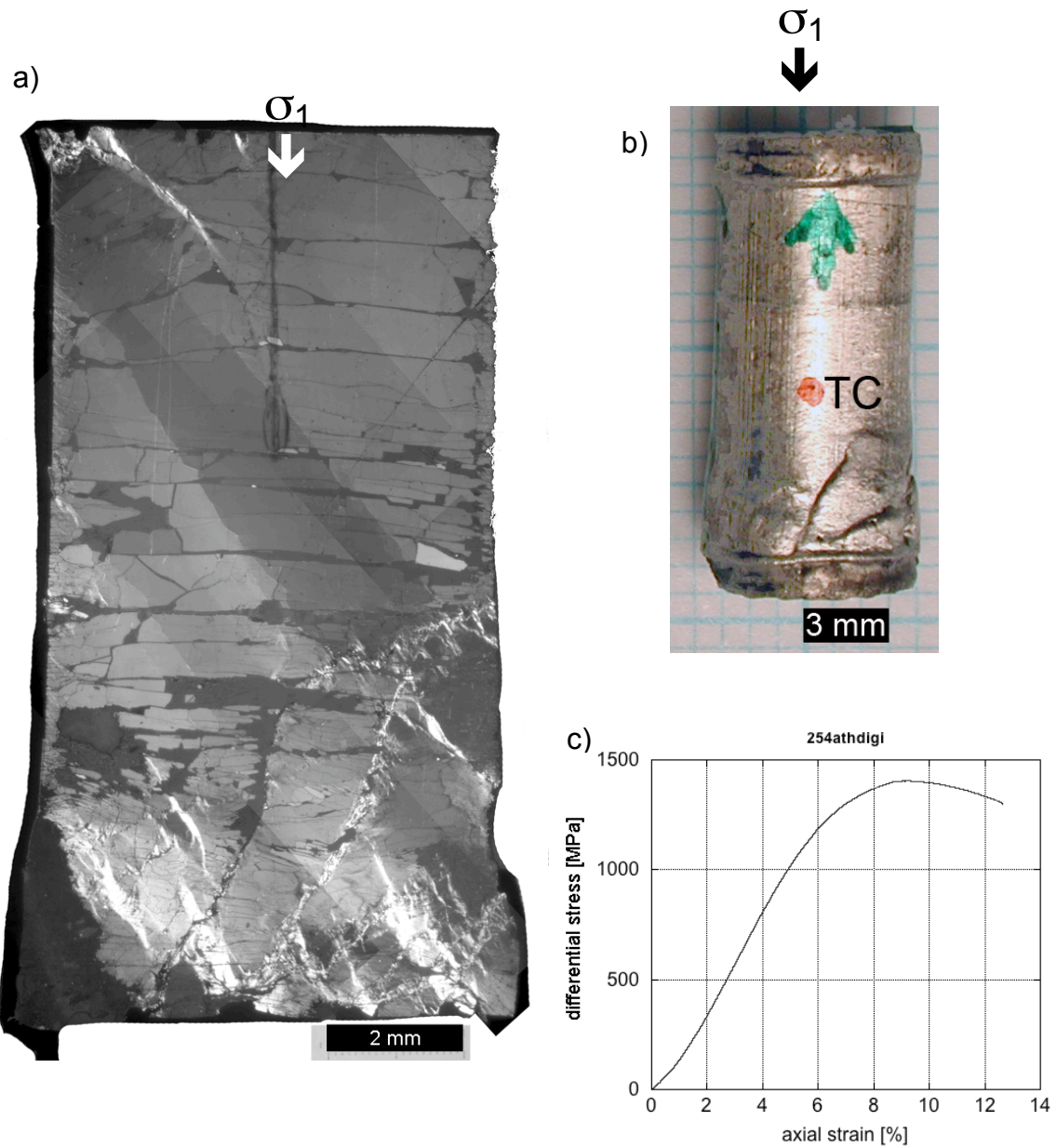


254 ATH

Orientierung: O^+

$T = 700^\circ\text{C}$, $P_c = 1500 \text{ MPa}$, $\dot{\epsilon} = 1.29 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$

Strain: 12.6%



a) Dünnschliff 254ATH (zirkular polarisiertes Licht) b) Probe nach der Deformation im Pt-Mantel. c) Spannungs-Verformungsdiagramm (axiale Verkürzung (ϵ) gegen Differential Spannung ($\Delta\sigma$)).

Appendix

- A Laborprotokolle – Lab-book
- B FTIR Daten
- C Ausgangskristall (starting material)
- D Literaturvergleiche mechanischer Daten (Tabelle)
- E Übersichtstabelle EBSD
- F Zusatzinformationen zur Arbeit im Labor (Lab)
- G Konferenzbeiträge
- H Tabelle der TEM Proben

Lab-book

Laboratory notes and information to each experiment

Experimental (Exp.) Quality is a self-made description how good the experimental data of each experiment are.

- 1) very good
- 2) good
- 3) moderate
- 4) bad
- 5) only for fluid inclusion and FTIR, no mechanical data

Date	14/8/07	No.	143 ATH
Exp. Quality	5	Operator	A.Thust/ H.Stünitz
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments	sample shows some small cracks		

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	15.710	6.465
Bottom piston	Alumina	9.715	6.330
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	11.193	6.329
Furnace	straight	35.15	
Jacket	Platinum	welded	in water
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	yes
TC	new wires	Cr-Al- TC	Cement tip
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments			

Run conditions	Rig1	hydrostatic	approx. 2h
Pressure	1500 MPa	Temperature	900°C
Experiment	failed		

Notes to Experiment

Experiment failed over night, failure pressure vessel

Output values and PT path

143 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)					
F (V)					
Dx (V)					
Furnace power		Pressure	Force	Temp.	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
85	1.902	0.069	-0.015	200	11.2
110	2.213	0.602	0.466	300	13.4
138	2.523	0.281	0.915	400	15.5
160	2.819	01.205	1.206	500	18.4
175	3.076	1.779	1.758	600	20.5
202	3.33	2.192	1.855	700	23.1
222	3.62	2.678	2.543	800	26.2
237	3.80	2.999	2.631	900	29.2

Date	27/8/07	No.	144 ATH
Exp. Quality	1	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments	FI macroscopically very different in size		

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	12.997	6.497
Bottom piston	Alumina	11.091	6.328
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	13.416	6.330
Furnace	straight	35.12	
Jacket	Platinum	welded	in water
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	yes
TC	new wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments			

Run conditions	Rig1	Deformation	
Pressure	1000 MPa	Temperature	895°C
Experiment	successful	Motor position	left
Gear	slow	Speed	200

Notes to Experiment

Additional TC wires at base plate. Change of TC wires short time after start, sigma1 slipped back by changing gear position

Output values and PT path

144 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.003				
F (V)	0.023				
Dx (V)	1.990				
Furnace power		Pressure	Force	Temp.	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
36	0.86	0.045	0.012	30	4.9
73	1.649	0.048	0.010	200	9.9
113	2.176	0.392	0.439	300	13.3
133	2.532	0.702	0.842	400	15.5
152	2.784	0.994	1.002	500	17.3
175	3.036	1.395	1.390	600	19.9
191	3.320	1.597	1.565	700	21.8
214	3.480	1.792	1.742	800	24.1
220	3.690	1.993	1.922	900	26.7

Date	12/9/07	No.	146 ATH
Exp. Quality	1	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments			

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	12.891	6.456
Bottom piston	Alumina	13.445	6.331
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	11.137	6.330
Furnace	straight	35.12	
Jacket	Platinum	welded	in water
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	yes
TC	new wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments			

Run conditions	Rig1	Deformation	
Pressure	1000 MPa	Temperature	900°C
Experiment	successful	Motor position	left
Gear	slow	Speed	200

Notes to Experiment

Additional TC wires at Top of vessel

Output values and PT path

146 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)					
F (V)					
Dx (V)					
Furnace power		Pressure	Force	Temp.	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
81	1.745	0.061	-0.003	200	10.5
115	2.229	0.391	0.449	300	13.5
138	2.551	0.704	0.755	400	15.6
156	2.836	1.002	1.030	500	18.3
182	3.060	1.394	1.408	600	20.5
202	3.34	1.602	1.568	700	23.0
220	3.54	1.796	1.735	800	25.6
241	3.74	1.989	1.905	900	28.4

Date	18/10/07	No.	151 ATH
Exp. Quality	5	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments			

Assembly			
	material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	12.855	6.501
Bottom piston	Alumina	16.13	6.338
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	14.085	6.345
Furnace	straight	35.58	
Jacket	Platinum	welded	in water
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	yes
TC	New wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip & elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments			

Run conditions	Rig1	hydrostatic	
Pressure	250 MPa	Temperature	280°C
Experiment	failed		

Notes to Experiment

failed over night

broken TC, in base plate and on top of basepyrophyllite

temperature about 285°C

Output values and PT path**151 ATH**

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.032			2	
F (V)	0.012			2	
Dx (V)	1.083			0.5	
Furnace power		Pressure	Force	Temp.	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
69	1.711	0.032	0.007	200	10.0

Date	23/10/07	No.	152 ATH
Exp. Quality	3	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments	constant load		

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	12.982	6.501
Bottom piston	Alumina	11.344	6.342
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	13.141	6.365
Furnace	straight	35.06	
Jacket	Platinum	welded	In water
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	yes
TC	New wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	Pretreatment with constant load		

Run conditions	Rig1	Deformation	
Pressure	1000 MPa	Temperature	900°C
Experiment	successful	Motor position	right
Gear	slow	const. load	

Notes to Experiment

Quenching was not complete exact

TC position not exact seen

Output values and PT path

152 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.013			2	2
F (V)	0.023			2	2
Dx (V)	1.289			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temp.	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
25	0.423	0.060		30	4.6
80	1.772	0.599	0.010	200	10.5
109	2.284	1.019	-0.678	300	13.8
13	2.616	1.191	-1.083	400	16.1
153	2.907	1.394	-1.230	500	18.0
170	3.19	1.581	-1.408	600	20.5
195	153	1.876	-1.568	700	22.5
212	3.43	1.981	-1.831	800	24.8
232	3.64	0.060	-1.911	900	27.3

Date	18/12/07	No.	157 ATH
Exp. Quality	3	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments	Second TC top of sample		

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	13.177	6.504
Bottom piston	Alumina	10.638	6.339
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	14.858	6.329
Furnace	straight	35.15	
Jacket	Platinum	welded	in water
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	yes
Thermocouple (TC)	New wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip & elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	2 nd TC top of the sample		

Run conditions	Rig1	hydrostatic	
Pressure	630MPa	Temperature	500°C
Experiment	failed		

Notes to Experiment

experiment failed over night, failure pressure vessel

temperature measurements good

Output values and PT path

157 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.038			2	
F (V)	0.066			2	
Dx (V)	1.019			0.5	
Furnace power		Pressure	Force	Temp.	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
19	0.018	0.037	0.057	20	0
24	0.502	0.037	0.057	32	4.6
85	1.806	0.038	0.037	200	10.6
110	2.336	0.603	0.697	300	14
140	2.673	1.103	1.006	400	16.3
156	2.948	1.261	1.188	500	18.3

Date 8/10/08	08/10/08	No.	168 ATH
Exp. Quality	5	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments	good sample surface		

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	13.058	6.524
Bottom piston	Alumina	11.94	6.328
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	13.438	6.329
Furnace	straight	35.51	
Jacket	Platinum	welded	In N ₂
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	Unfired (8.08mm)	Crushable Alumina	yes
TC	New wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	Pb = 8.14 mm (40.98g), basepyrophyllite = 8.14 mm		

Run conditions	Rig1	hydrostatic	
Pressure	1100 MPa	Temperature	750°C
Experiment	failed		

Notes to Experiment

First experiment in Tromsø , test run

Temperature instabilities , experiment failed due to band alarm

Output values and pT path

168 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.145			5	
F (V)	0.055			5	
Dx (V)	0.314			0.5	
Furnace power		Pressure	Force	Temp.	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
30	0.32	0.145	0.054	30	4.3
83	1.140	0.173	0.136	200	9.9
110	1.425	0.505	0.476	300	12.5
127	1.611	0.820	0.764	400	14.4
133	1.695	1.006	1.083	450	15.3
146	1.762	1.200	1.274	500	16.0
152	1.847	1.478	1.396	550	16.7
164	1.908	1.606	1.323	600	17.5
176	1.932	1.797	1.945	650	18.0
instable	2.0	1.746	2.004	700	
170	2.097	1.798	2.009	730	17.5 - 20

Date	10/10/08	No.	169.1 ATH
Exp. Quality		Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments	sample was used for a second run		

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	12.870	6.497
Bottom piston	Alumina	11.707	6.340
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	13.762	6.340
Furnace	straight	35.70	
Jacket	Platinum	welded	N ₂
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	yes
TC	New wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	Pb=7.68 mm, basepyrophyllite = 8.11 mm		

Run conditions	Rig1	hydrostatic	
Pressure	12.5 MPa	Temperature	50°C
Experiment	failed		

Notes to Experiment

Problem occurred during heating. It started with instability at around 50 °C so the aim was to save the sample. Stopped at ca. 50°C and 12.5 MPa

Sample was used again for a high deformation experiment (169 ATH2) – name of deformed sample only 169 ATH, endings 1 and 2 are only needed for lab book

Date	16/10/08	No.	169.2 ATH
Exp. Quality	4	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments	169.1 ATH used again		

Assembly

	material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	12.870	6.497
Bottom piston	Alumina	11.725	6.338
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	13.605	6.342
Furnace	straight	35.58	
Jacket	Platinum	welded	N ₂
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	Yes
TC	New wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip & elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	basepyrphyllite = 8.21 mm		

Run conditions	Rig1	Deformation	
Pressure	1500 MPa	Temperature	700°C
Experiment	successful	Motor position	Right
Gear	slow	Speed	30

Notes to Experiment

Transformer shut down at 884°C, but furnace and TC were still functional, got back to temperature of 700°C and run experiment at this conditions.

Lost sigma one during attaining Pc – so possible pre hit of sample

See chart, no hit point

Output values and PT path

169 ATH2

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.003			5V	5V
F (V)	-0.020			5V	5V
Dx (V)	0.706			0.5V	0.5V
Furnace power		Pressure	Force	Temp.	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
29	0.335	0.091	0.215	30	4.4
67	0.803	0.112	0.137	100	7.3
104	1.095	0.101	0.116	200	9.6
135	1.30	0.513	0.555	300	11.7
154	1.465	0.720	0.820	400	13.3
165	1.530	0.766	1.013	450	14.0
179	1.603	1.332	1.222	500	14.8
197	1.677	1.410	1.293	560	15.5
209	1.724	1.605	1.261	610	16.0
220	1.830	1.909	1.349	700	17.2
246	1.927	2.311	2.528	800	18.5
262	1.988	2.598	2.273	850	19.4
shut down		ca. 3.000	shut down at	884	17.6
235	1.846	1.985	2.012	700	4.4

Date	13/10/08	No.	170 ATH
Exp. Quality	5	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments			

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	12.839	6.481
Bottom piston	Alumina	8.377	6.342
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	13.553	6.365
Furnace	straight	32.12	
Jacket	Platinum	welded	N ₂
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	yes
TC	New wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	basepyrophyllite = 8.30 mm		

Run conditions	Rig2	hydrostatic	
Pressure	1000 MPa	Temperature	880°C
Experiment	failed		

Notes to Experiment

Instabilities during heating (100 °C and Pc at 100MPa)

There are problems with the heating device – electricity etc.

We start to do tuning, but there were problems too. First it stopped at 56 °C and also cooling water instabiliteies

We did a new try by using the adaptive tuning in background. Experiment finished 15/10/08 using 300 °C as a set point experiment. Experiment failed at around 888°C by giving a band alarm.

Output values and PT path

170 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.004				
F (V)	-0.022				
Dx (V)	2.378				
Furnace power		Pressure	Force	Temp.	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
27	0.41	0.375		30	3.7
	0-73		instable	100	5.7
New try 14/10					
50	0.43	0.610		51	4.1
75	0.69	0.626		100	5.7
95	0.83	0.628		151	6.7
112	0.96	0.626		200	7.7
130	1.05	0.627		259	8.6
145	1.11	0.628		300	9.2
149	1.093	0.606		300	9.1
pb 540	15 td1				
171	1.245	1.533		400	10.7
pb 960	ti 78 td off				
let sit over nighth	for 11h/20min	Pb 1728	Ti 78	td off	
185	1.290	2.025		450	11.2
191	1.345	1.420		500	11.8
209	1.405	2.816		550	12.4
218	1.450	3.212		600	13.0
243	1.522	3.606		659	13.9
quite adp	tuning nr.				
250	1.575	3.975		699	14.5
pb 1080	ti 60				
273	1.600	4.033		748	15.1
pb 1110	ti 20				
280	1.68	4.100		801	15.6
295	1.745	4.203		850	16.1

Date	22/10/08	No.	171 ATH
Exp. Quality	4	Operator	A.Thust
Type	hydrostatic	Orientation	O+
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments			

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	12.569	6.483
Bottom piston	Alumina	8.622	
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	13.032	
Furnace	straight	31.32	
Jacket	Platinum	welded	N ₂
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	yes
TC	New wires	Cr-Al- TC	Cement tip
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	new crushable alumina/magnesium, Pb=8.60		

Run conditions	Rig2	hydrostatic	
Pressure	1000 MPa	Temperature	800°C
Experiment	successful		

Notes to Experiment

experiment shut down 23.10. ca. 21.00 to 27°C Pc at 5.3 kb
 problem maybe an increase in cooling water temperature or a problem with the TC
 recognized 24.10. at 9:40

after experiment assembly stinks like sulfur

Output values and PT path

171 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)				5	
F (V)					
Dx (V)					
Furnace power		Pressure	Force	Temp.	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
25	0.290	0.318			
59	0.709	0.380			
100	0.972	0.356			
125	1.148	0.827			
139	1.226	1.215			
153	1.294	1.617			
158	1.352	2.021			
178	1.434	2.422			
194	1.500	2.825			
202	1.559	3.218			
220	1.626	2.825			
227	1.645	3.218			
236	1.699	3.626			
251	1.750	3.807			
244	1.755	0.318			

Date	23/10/08	No.	172 ATH
Exp. Quality	2	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	O+
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments	displacement rate 10^{-4}		

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	12.091	6.531
Bottom piston	Alumina	11.750	6.339
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	14.263	6.339
Furnace	straight	35.66	
Jacket	Platinum	welded	N ₂
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	Yes
TC	new wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	Pb= 7.92 mm, basepyrophyllite = 8.19		

Run conditions	Rig1	Deformation	
Pressure	1000 MPa	Temperature	800°C
Experiment	successful	Motor position	right
Gear	fast	Speed	30

Notes to Experiment

forgot to change FS for RUN,

Sample probably pre-cracked due to thin Pb

Output values and PT path

172 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	-0.000			5	5
F (V)	-0.019			5	5
Dx (V)	0.657			1	1
Furnace power		Pressure	Force	Temp.	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
25	0.4	0.203	0.187	30	4.5
72	0.783	-0.198	0.174	100	7.1
100	1.035	-0.192	0.159	200	9.1
129	1.244	-0.413	0.344	300	11.0
143	1.329	-0.596	0.697	350	11.9
157	1.423	-0.803	0.604	400	12.8
167	1.495	-1.006	0.854	450	13.5
178	1.586	-1.202	0.926	510	14.4
189	1.673	-1.405	1.244	570	15.3
202	1.740	-1.600	1.205	620	16.0
209	1.789	-1.800	1.351	660	16.6
221	1.850	-1.903	1.482	700	17.1
246	1.955	-2.011	1.611	800	18.3

Date		No.	175 ATH
Exp. Quality	3	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments			

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	12.953	6.510
Bottom piston	Alumina	11.835	6.342
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	12.737	6.338
Furnace	straight	35.04	
Jacket	Platinum	welded	N ₂
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired (8.21mm)	Crushable Alumina	yes
TC	new wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	Pb=8.34 mm, basepyrophyllite = 8.21 mm		

Run conditions	Rig1	Deformation	
Pressure	1500 MPa	Temperature	700°C
Experiment	successful	Motor position	right
Gear	slow	Speed	30

Output values and PT path

175 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	-0.000			5	5
F (V)	-0.019			5	5
Dx (V)	0.657			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temperature	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
25	0.4	0.203	0.187	30	4.5
72	0.783	-0.198	0.174	100	7.1
100	1.035	-0.192	0.159	200	9.1
129	1.244	-0.413	0.344	300	11.0
143	1.329	-0.596	0.697	350	11.9
157	1.423	-0.803	0.604	400	12.8
167	1.495	-1.006	0.854	450	13.5
178	1.586	-1.202	0.926	510	14.4
189	1.673	-1.405	1.244	570	15.3
202	1.740	-1.600	1.205	620	16.0
209	1.789	-1.800	1.351	660	16.6
221	1.850	-1.903	1.482	700	17.1
246	1.955	-2.011	1.611	800	18.3

Date	21/01/09	No.	181 ATH
Exp. Quality	2	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments	sample was used before up to 100 MPa Pc no temp		

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	12.943	6.512
Bottom piston	Alumina	11.759	6.342
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	13.46	6.338
Furnace	straight	35.605	
Jacket	Platinum	welded	N ₂
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired (8.20mm)	Crushable Alumina	yes
TC	New wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	basepyrophyllite = 8.20 mm		

Run conditions	Rig1	Deformation	
Pressure	1500 MPa	Temperature	900°C
Experiment	successful	Motor position	right
Gear	slow	Speed	30

Notes to Experiment

instabilities at temperature of 700°C

Output values and PT path

181 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	-0.000			5	2
F (V)	-0.019			5	1
Dx (V)	0.657			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temp	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
23	0.285	0.135	0.002	30	4.5
39	0.471	0.134	0.000	50	5.6
57	0.718	0.133	0.000	100	7.3
73	0.857	0.127	0.008	150	8.5
87	0.995	0.127	0.019	200	9.7
98	1.092	0.326	0.222	250	10.8
109	1.184	0.412	0.322	300	11.8
118	1.258	0.612	0.480	350	12.7
130	1.334	0.811	0.649	400	13.6
142	1.423	1.011	0.805	460	14.6
151	1.502	1.211	1.015	520	15.7
166	1.576	1.402	1.116	580	16.6
168	1.640	1.606	1.313	640	17.6
182	1.701	1.807	1.531	700	18.8/19.6
179	1.730	1.972	1.590	720	19.4
190	1.770	2.105	1.727	760	20.3
201	1.820	2.219	1.806	800	21.1
206	1.837	2.410	1.976	820	21.6
216	1.875	2.704	2.206	850	22.5
223	1.927	3.001	2.448	900	23.6
				End of exp.	24.0

digital record

Date	26/01/09	No.	182 ATH
Exp. Quality	1	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	O+
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments			

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	12.903	6.470
Bottom piston	Alumina	10.533	6.340
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	14.159	6.340
Furnace	straight	35.80	
Jacket	Platinum	welded	N ₂
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired (8.18mm)	Crushable Alumina	yes
TC	new wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	Pb=8.3 mm, basepyrophyllite = 8.18 mm		

Run conditions	Rig1	Deformation	
Pressure	1000 MPa	Temperature	900°C
Experiment	successful	Motor position	right
Gear	slow	Speed	30

Notes to Experiment

small Pb leak

Output values and PT path

182 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	-0.003			2	2
F (V)	-0.018			2	1
Dx (V)	0.035			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temp.	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
30	0.335	0.129	0.013	30	4.8
40	0.530	0.129	0.009	50	5.8
55	0.792	0.128	0.011	100	7.8
76	0.910	0.138	0.014	150	9.0
88	1.026	0.133	0.014	200	9.8
98	1.118	0.320	0.202	250	11.0
109	1.211	0.412	0.293	300	12.1
123	1.297	0.612	0.468	350	13.1
133	1.371	0.804	0.598	400	14.0
141	1.462	1.009	0.782	460	15.1
154	1.536	1.211	0.983	520	16.
165	1.615	1.408	1.199	580	17.2
180	1.691	1.603	1.278	640	18.3
176	1.705	1.698	1.327	660	18.6
191	1.766	1.804	1.509	720	20.1
201	1.841	1.852	1.548	780	21.4
211	1.881	1.907	1.569	820	22.2
221	1.958	2.008	1.654	900	23.8

digital record

Date	01/02/09	No.	184 ATH
Exp. Quality	2	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	O+
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments	on one side small FI crack		

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	12.968	6.526
Bottom piston	Alumina	10.122	6.327
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	14.702	6.331
Furnace	straight	35.66	
Jacket	Platinum	welded	N ₂
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired (8 mm)	Crushable Alumina	yes
TC	New wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	Pb = 8.00 mm, basepyrophyllite = 8.18 mm		

Run conditions	Rig1	Deformation	
Pressure	1500 MPa	Temperature	900°C
Experiment	successful	Motor position	right
Gear	slow	Speed	30

Notes to Experiment

sigma 3 piston some corroded parts and was not easy to remove, big packing ring
 some damage, no visible Pb leak
 small packing ring small Pb leak
 TC was right but could not see the exact point

Output values and PT path

184 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.004			5	2
F (V)	0.022			5	1
Dx (V)	0.159			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temp.	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
25	0.311	0.157	0.015	30	4.7
39	0.502	0.152	0.011	50	5.7
58	0.776	0.152	0.011	100	7.7
72	0.933	0.146	0.016	150	9.1
84	1.058	0.143	0.013	200	10.2
98	1.168	0.318	0.239	250	11.5
104	1.280	0.412	0.284	300	12.7
119	1.373	0.615	0.452	350	13.9
127	1.465	0.811	0.622	400	15.0
136	1.557	1.014	0.845	460	16.3
148	1.639	1.210	1.004	520	17.4
157	1.720	1.412	1.198	580	18.6
171	1.806	1.608	1.274	640	19.8
179	1.839	1.805	1.493	670	20.4
189	1.924	2.014		740	21.7
198	1.984	2.214	1.930	800	22.7
203	2.000	2.402	1.910	820	23.0
213	2.039	2.804	2.370	850	23.6
218	2.099	3.010	2.568	900	24.6

digital record

Date	21/03/09	No.	186 ATH
Exp. Quality	1	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments	good surfaces		

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	12.632	6.512
Bottom piston	Alumina	9.905	6.325
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	14.801	6.324
Furnace	straight	35.57	
Jacket	Platinum	welded	N ₂
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	yes
TC	new wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	basepyrophyllite = 8.21 mm		

Run conditions	Rig1	Deformation	
Pressure	700 MPa	Temperature	900°C
Experiment	successful	Motor position	right
Gear	slow	Speed	30

Output values and PT path

186 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	-0.002			2	2
F (V)	0.020			2	1
Dx (V)	0.148			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temp.	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
28	0.324	0.153	-0.008	30	4.8
38	0.527	0.153	-0.008	50	5.8
60	0.810	0.150	-0.007	100	8.2
73	0.987	0.141	-0.003	150	9.6
90	1.108	0.140	0.005	200	10.9
93	1.094	0.080	0.013	200	10.9
114	1.341	0.410	0.393	300	13.4
120	1.384	0.590	0.459	300	14.0
128	1.471	0.596	0.524	350	15.2
134	1.517	0.713	0.579	400	15.9
145	1.594	0.830	0.735	450	16.7
156	1.645	1.032	0.930	500	17.6
176	1.779	1.129	1.003	600	19.3
189	1.864	1.218	1.079	700	20.9
204	1.966	1.318	1.219	800	22.6
221	2.076	1.369	1.358	900	24.6

digital record

Date	25/03/09	No.	187 ATH
Exp. Quality	3	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments			

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	13.223	6.541
Bottom piston	Alumina	9.649	6.329
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	114.793	6.326
Furnace	straight	35.66	
Jacket	Platinum	welded	N ₂
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired (8 mm)	Crushable Alumina	yes
TC	new wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	Pb = 8.10 mm, basepyrophyllite = 8.20 mm		

Run conditions	Rig1	Deformation	
Pressure	1500 MPa	Temperature	900°C
Experiment	successful	Motor position	right
Gear	slow	Speed	30

Notes to Experiment

No well defined HP

Output values and PT path

187 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.002			5	2
F (V)	0.020			5	1
Dx (V)	0.087			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temp.	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
30	0.352	0.104	0.014	30	4.7
46	0.557	0.100	0.010	50	5.7
61	0.839	0.101	0.008	100	7.7
78	1.005	0.099	0.013	151	9.1
92	1.129	0.098	0.013	200	10.2
106	1.248	0.322	0.305	250	11.5
120	1.349	0.405	0.327	300	12.7
130	1.440	0.619	0.499	350	13.9
140	1.531	0.808	0.689	400	15.0
151	1.637	1.008	0.782	460	16.3
161	1.716	1.205	1.031	520	17.4
177	1.786	1.410	1.266	580	18.6
183	1.859	1.608	1.286	640	19.8
189	1.888	1.810	1.561	670	20.4
190	1.921	1.874	1.539	690	21.7
201	1.958	2.008	1.602	741	22.7
208	2.022	2.205	1.840	800	23.0
219	2.033	2.419	2.127	820	23.6
225	2.075	2.827	2.367	850	24.6
235	2.141	2.998	2.412	900	26

digital record

Date	30/03/09	No.	189 ATH
Exp. Quality	1	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	O+
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments	very good surfaces		

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	11.822	6.536
Bottom piston	Alumina	10.468	6.323
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	15.063	6.323
Furnace	straight	35.08	
Jacket	Platinum	welded	N ₂
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	yes
TC	new wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	Basepyrophyllite = 8,19 mm, Pb = 8.70 mm		

Run conditions	Rig1	Deformation	
Pressure	700 MPa	Temperature	900°C
Experiment	successful	Motor position	right
Gear	slow	Speed	30

Output values and PT path

189 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.002			2	2
F (V)	0.019			2	1
Dx (V)	0.093			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temp.	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
29	0.299	0.128	0.014	30	4.5
42	0.482	0.124	0.013	30	5.7
63	0.778	0.121	0.014	100	7.6
75	0.960	0.115	0.013	150	9.2
91	1.088	0.113	0.014	200	10.3
120	1.330	0.408	0.345	300	12.9
131	1.439	0.606	0.470	350	14.1
142	1.518	0.710	0.540	400	15.3
154	1.591	0.829	0.701	450	16.3
158	1.659	1.012	0.789	500	17.4
176	1.794	1.119	0.985	600	19.3
193	1.904	1.222	1.024	700	21.0
213	1.996	1.317	1.100	800	22.8
228	2.114	1.395	1.223	900	25.0

digital record

Date	02/04/09	No.	190 ATH
Exp. Quality	1	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments	Small inclusion wholes		

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	13.035	6.545
Bottom piston	Alumina	11.993	6.323
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	12.351	6.324
Furnace	straight	35.12	
Jacket	Platinum	welded	N ₂
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	yes
TC	new wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	Basepyrophyllite = 8.34 mm		

Run conditions	Rig1	Deformation	
Pressure	1500 MPa	Temperature	900°C
Experiment	successful	Motor position	right
Gear	slow	Speed	30

Output values and PT path

190 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.019			5	1
F (V)	0.003			5	2
Dx (V)	0.104			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temp.	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
27	0.266	0.124	0.009	30	4.5
46	0.450	0.122	0.006	30	5.5
61	0.745	0.119	0.009	100	7.5
81	0.953	0.114	0.015	150	9.1
92	1.083	0.108	0.015	200	10.3
108	1.213	0.296	0.229	250	11.7
113	1.333	0.403	0.326	300	12.8
131	1.429	0.608	0.522	350	14.2
138	1.509	0.806	0.618	400	15.3
152	1.656	1.013	0.899	500	17.8
167	1.710	1.208	0.960	550	18.7
175	1.779	1.407	1.207	600	19.6
188	1.840	1.605	1.274	640	20.4
190	1.905	1.812	1.577	700	21.6
203	1.957	2.011	1.636	752	22.4
214	2.006	2.209	1.942	800	23.2
225	2.051	2.607	2.311	850	24.7
233	2.100	2.995	2.604	900	26.0

digital record

Date	05/04/09	No.	192 ATH
Exp. Quality	1	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	O+
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments	good surfaces		

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	12.791	6.532
Bottom piston	Alumina	12.067	6.324
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	12.759	6.323
Furnace	straight	35.08	
Jacket	Platinum	welded	N ₂
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	yes
TC	used wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	Basepyrophyllite = 8.20 mm, Pb = 8.25 mm		

Run conditions	Rig1	Deformation	
Pressure	1500 MPa	Temperature	900°C
Experiment	successfully	Motor position	right
Gear	slow	Speed	30

Notes to Experiment

Chart lost

Output values and PT path

192 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.004			5	2
F (V)	0.017			5	1
Dx (V)	0.63			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temp.	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
29	0.320	0.144	0.009	30	4.7
49	0.527	0.143	0.006	50	5.7
60	0.825	0.138	0.006	100	7.7
75	0.997	0.130	0.006	150	9.1
98	1.132	0.127	0.006	200	10.2
104	1.245	0.300	0.228	250	11.5
122	1.340	0.407	0.343	300	12.7
128	1.442	0.605	0.424	350	13.9
141	1.541	0.805	0.672	400	15.0
160	1.689	1.011	0.799	500	16.3
167	1.753	1.205	0.913	550	17.4
175	1.827	1.406	1.192	600	18.6
180	1.870	1.605	1.247	640	19.8
199	1.942	1.809	1.535	700	20.4
202	1.992	2.005	1.586	750	21.7
213	2.028	2.205	1.743	800	22.7
217	2.078	2.601	2.080	850	24.5
230	2.136	3.001	2.414	900	25.6

digital record

Date	30/06/09	No.	196 ATH
Exp. Quality	3	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments			

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	12.939	6.503
Bottom piston	Alumina	11.873	6.324
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	12.621	6.323
Furnace	straight	35.12	
Jacket	Platinum	welded	N ₂
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	soft fired	Crushable Alumina	yes
TC	new wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	basepyrophyllite = 8.17 mm		

Run conditions	Rig1	hydrostatic	
Pressure	1500 MPa	Temperature	900°C
Experiment	successfully		

Output values and PT path

196 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	during exp
P (V)				5	2
F (V)	.			5	1
Dx (V)				0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Pressure	Temp.	Output
A to exp	V to exp	mV to exp	mV back	T°C	% to exp
27	0.369	0.140		30	4.9
43	0.541	0.138	0.057	50	6.0
62	0.818	0.136	0.123	100	8.0
76	0.979	0.131		150	9.6
93	1.105	0.128	0.207	200	10.8
108	1.206	0.308	0.300	250	12.1
124	1.319	0.407	0.396	300	13.2
133	1.402	0.608	0.605	350	14.4
146	1.495	0.811	0.705	400	15.6
156	1.570	1.011	0.802	450	16.7
163	1.640	1.019	0.999	500	17.7
173	1.708	1.210	1.196	550	18.6
190	1.779	1.409	1.412	600	19.9
188	1.805	1.426		625	20.4
190	1.818	1.610	1.606	640	20.6
210	1.898	1.810	1.902	700	22.2
217	1.943	2.006	2.120	750	23.7
			2.302	770	
233	1.998	2.205	2.603	800	25.0
244	2.062	2.613	2.947	850	26.7
251	2.117	3.005		900	28.4

to exp = to experimental conditions

Date	07/07/09	No.	199 ATH
Exp. Quality	1	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments	annelling		

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	11.359	6.523
Bottom piston	Alumina	12.243	6.323
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	12.981	6.324
Furnace	straight	35.15	
Jacket	Platinum	welded	N ₂
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	yes
TC	used wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	Basepyrophyllite = mm, Pb = 8.3 mm		

Run conditions	Rig1	Deformation	
Pressure	1000 MPa	Temperature	900°C
Experiment	successful	Motor position	right
Gear	slow	Speed	30

Output values and PT path

199 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.022			2	1
F (V)	0.002			2	2
Dx (V)	0.027			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temp.	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
31	0.354	0.093	0.016	30	4.9
44	0.544	0.093	0.013	50	5.9
61	0.804	0.091	0.013	100	8.0
79	0.940	0.088	00.17	150	9.1
93	1.067	0.086	0.016	200	10.1
111	1.201	0.300	0.215	250	11.7
122	1.312	0.404	0.336	300	12.7
135	1.409	0.604	0.489	350	13.8
147	1.419	0.815	0.677	400	15.0
162	1.628	1.019	0.867	500	17.0
174	1.695	1.208	1.024	550	18.1
184	1.759	1.408	1.161	600	19.0
194	1.812	1.608	1.364	650	19.8
201	1.885	1.798	1.521	720	21.7
215	1.967	1.903	1.669	800	23.4
237	2.060	2.007	1.749	900	25.7

digital record

Date	13/07/09	No.	201 ATH
Exp. Quality	5	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	O+
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments	1 st test replace Pb with graphite piece		

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	11.227	6.554
Bottom piston	Alumina	10.944	6.323
Middle piston	Alumina	3.403	
Salt disc	NaCl	4.640	
Top piston	Alumina	7.719	6.323
Furnace	straight	34.72	
Jacket	Platinum	welded	N ₂
Top disc	Copper	Top garphite	7.54
Basepyrophyllite	soft fired	Crushable Alumina	yes
TC	new wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Outer cell		
Comments	Graphite = 8.00 mm, basepyrophyllite = 8.20		

Run conditions	Rig1	hydrostatic	
Pressure	620 MPa	Temperature	550°C
Experiment	failed		

Notes to Experiment

basepyrophollite extruded a bit more after 650 MPa = 7.86 mm

upper big NaCL big vertical cracks

Output values and PT path

201 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)				5	
F (V)				5	
Dx (V)				0.5	
Furnace power		Pressure	Force	Temp	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
27	0.338	0.166	0.019	30	4.9
43	0.550	0.166	0.014	50	6.1
65	0.832	0.165	0.018	100	8.3
82	1.016	0.158	0.019	151	10.0
90	1.147	0.157	0.017	200	11.2
108	1.215	0.312	0.010	250	12.2
126	1.299	0.403	0.061	300	13.1
129	1.383	0.604	0.194	350	14.2
145	1.462	0.806	0.322	400	15.3
155	1.592	1.002	0.508	480	16.9
164	1.688	1.202	0.686	550	18.4

Date	17/07/09	No.	203 ATH
Exp. Quality	1	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	O+
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments			

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	10.061	6.584
Bottom piston	Alumina	11.302	6.324
Middle piston	Alumina	4.056	6.325
NaCl disc	NaCl	4.26	
Top piston	Alumina	9.037	6.325
Furnace	straight	35.46	
Jacket	Platinum	welded	N ₂
Top disc	Copper	Top graphite	7.93 used
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	yes
TC	New wires	Pt-Pt-Rh	
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Outer cell		
Comments	basepyrophyllite = 8.20		

Run conditions	Rig1	Deformation	
Pressure	1000 MPa	Temperature	900°C
Experiment	successful	Motor position	right
Gear	slow	Speed	30

Output values and PT path

203 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.008			5	2
F (V)	0.022			5	1
Dx (V)	0.541			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temp	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
29	0.366	0.134	0.010	30	5.1
36	0.597	0.134	0.006	50	6.3
64	0.858	0.135	0.006	100	8.5
74	1.028	0.134	0.006	150	9.9
87	1.151	0.133	0.013	200	11.3
97	1.252	0.287	0.009	250	12.4
107	1.354	0.402	0.009	300	13.6
127	1.425	0.603	0.174	350	14.6
136	1.503	0.801	0.328	400	15.6
151	1.637	1.002	0.558	500	17.6
162	1.666	1.203	0.673	550	18.2
182	1.734	1.403	0.833	600	19.0
188	1.810	1.602	1.055	650	20.0
202	1.879	1.802	1.201	720	21.9
212	1.960	1.907	1.705	800	23.7
235	2.067	2.013	1.629	900	26.1

digital record

Date	21/07/09	No.	205 ATH
Exp. Quality	1	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	O+
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments			

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	13.56	6.533
Bottom piston	Alumina		
Middle piston			
Top piston	Alumina		
Furnace	straight		
Jacket	Platinum	welded	N ₂
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	yes
TC	New wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments			

Run conditions	Rig1	Deformation	
Pressure	1000 MPa	Temperature	900°C
Experiment	successful	Motor position	right
Gear	slow	Speed	30

Notes to Experiment

Temperature instabilities at 660°C

Output values and PT path

205 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.005			2	2
F (V)	-0.023			2	1
Dx (V)	0.238			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temp	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
31	0.316	0.117	-0.016	30	4.7
47	0.529	0.115	-0.016	50	5.8
64	0.840	0.112	-0.016	100	8.1
81	1.021	0.110	-0.016	150	9.7
100	1.144	0.105	-0.017	200	11.1
109	1.242	0.303	0.153	250	12.2
128	1.337	0.405	0.248	300	13.4
136	1.440	0.606	0.428	350	14.5
153	1.496	0.805	0.598	400	15.5
168	1.650	1.014	0.844	500	17.6
180	1.714	1.204	0.956	550	18.5
185	1.775	1.404	1.145	600	19.4
193	1.844	1.604	1.321	660	20.8
216	1.907	1.799	1.498	720	22.4
220	1.983	1.906	1.780	800	24.5
243	2.067	2.007	1.779	900	27.1

digital record

Date	25/07/09	No.	207 ATH
Exp. Quality	2	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments			

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	12.678	6.547
Bottom piston	Alumina	11.939	6.328
Middle piston	non	non	
Top piston	Alumina	12.544	6.326
Furnace	straight	35.20	
Jacket	Platinum	welded	N ₂
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	yes
TC	new wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	Pb = 8.18 mm, basepyrophyllite = 8.20 mm		

Run conditions	Rig1	Deformation	
Pressure	1500 MPa	Temperature	900°C
Experiment	successful	Motor position	right
Gear	slow	Speed	30

Output values and PT path

207 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.006			5	2
F (V)	-0.022			5	1
Dx (V)	0.163			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temp	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
27	0.323	0.103	-0.016	30	4.8
33	0.482	0.102	-0.014	50	5.7
60	0.761	0.101	-0.014	100	7.8
82	0.959	0.098	-0.017	150	9.4
92	1.091	0.096	-0.017	200	10.8
100	1.192	0.289	0.249	250	12.0
116	1.303	0.402	0.354	300	13.1
131	1.391	0.605	0.559	350	14.3
144	1.464	0.805	0.649	400	15.4
169	1.614	1.009	0.890	500	17.4
175	1.681	1.209	0.987	550	18.5
179	1.747	1.409	1.198	600	19.7
194	1.820	1.604	1.336	654	21.3
216	1.884	1.804	1.592	720	22.9
225	1.946	2.009	1.691	780	24.3
224	1.972	2.201	1.842	800	24.2

Date	15/02/10	No.	228 ATH
Exp. Quality	5	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments			

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	11.982	6.523
Bottom piston	Alumina	11.331	
Middle piston	Alumina	4.052	
NaCl disc	NaCl	3.77	
Top piston	Alumina	5.750	
Furnace	straight	35.15	
Jacket	Platinum	welded	H ₂ O new
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	yes
TC	used wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	basepyrophyllite = 8.19 mm, Pb = 7.78 mm		

Run conditions	Rig1	hydrostatic	
Pressure	750 MPa	Temperature	900°C-740°C
Experiment	failed		

Output values and PT path

228 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.005			2	
F (V)	0.016			2	
Dx (V)	1.342			0.5	
Furnace power		Pressure	Force	Temp	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
32	0.289	0.092	-0.018	30	4.6
45	0.460	0.104	-0.017	50	5.7
65	0.742	0.096	-0.017	100	7.5
86	0.926	0.089	-0.017	150	9.0
94	1.052	0.083	-0.018	200	10.2
130	1.255	0.431	0.353	300	12.3
149	1.366	0.613	0.453	350	13.5
153	1.433	0.714	0.609	400	14.6
166	1.532	0.812	0.657	450	15.6
178	1.613	1.014	0.836	500	16.8
194	1.750	1.114	1.115	600	19.0
208	1.822	1.243	1.079	700	21.1
224	1.930	1.332	1.121	800	23.2
228	1.994	1.417	1.184	850	23.6
239	2.079	1.447	1.277	899	24.9

Date	19/02/10	No.	230 ATH
Exp. Quality	5	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments			

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	12.469	6.526
Bottom piston	Alumina	11.286	
Middle piston	Alumina	3.867	
NaCl disc	NaCl	3.42	
Top piston	Alumina	5.916	
Furnace	straight	35.32	
Jacket	Platinum	welded	N ₂
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	yes
TC	used wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	basepyrophyllite = 8.22 mm, Pb = 7.94 mm		

Run conditions	Rig2	hydrostatic	
Pressure	650 MPa	Temperature	750°C
Experiment	failed		

Output values and PT path

230 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)				2	
F (V)				1	
Dx (V)				0.5	
Furnace power		Pressure	Force	Temp	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
33	0.373	0.212	0.010	30	4.0
45	0.535	0.251	0.010	50	4.9
69	0.792	0.245	0.008	100	6.7
90	0.945	0.224	0.008	150	8.0
105	1.056	0.218	0.008	200	9.1
137	1.233	0.808	0.270	300	11.2
142	1.305	1.206	0.378	350	12.0
152	1.381	1.400	0.437	400	13.0
163	1.450	1.606	0.506	450	13.9
175	1.508	2.008	0.645	500	14.8
195	1.611	2.229	0.772	600	16.4
215	1.724	2.441	0.849	700	17.9

Date	24/02/10	No.	233 ATH
Exp. Quality	1	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments			

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	13.462	6.543
Bottom piston	Alumina	9.391	
Middle piston	Alumina	3.845	
NaCl disc	NaCl	3.60	
Top piston	Alumina	6.440	
Furnace	straight		
Jacket	Platinum	welded	H ₂ O new
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	yes
TC	used wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	basepyrophyllite = 8.16 mm, Pb = 8 mm		

Run conditions	Rig1	Deformation	
Pressure	700 MPa	Temperature	9000°C
Experiment	successful	Motor position	right
Gear	slow	Speed	30

Output values and PT path

233 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	-0.018			2	2
F (V)	0.002			2	1
Dx (V)	1.050			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temp	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
25	0.293	0.075	0.015	30	4.5
38	0.470	0.074	0.013	50	5.6
62	0.718	0.073	0.015	100	7.3
70	0.878	0.072	0.015	150	8.6
85	1.009	0.071	0.015	200	9.7
95	1.033	0.319	0.221	200	10.1
116	1.273	0.400	0.300	300	12.3
124	1.378	0.598	0.442	350	13.5
135	1.474	0.702	0.561	400	14.8
146	1.552	0.805	0.639	450	15.8
159	1.662	1.005	0.818	500	17.3
174	1.805	1.120	0.973	600	19.4
188	1.914	1.222	1.150	700	21.3
207	2.020	1.322	1.190	800	23.0
220	2.136	1.424	1.286	900	24.7

digital record

Date	24/02/10	No.	236 ATH
Exp. Quality	5	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	O+
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments	Temp. instabilities, no deformation		

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	11.367	6.559
Bottom piston	Alumina	11.447	
Middle piston	Alumina	3.474	
NaCl disc	NaCl	3.34	
Top piston	Alumina	7.319	
Furnace	straight	35.10	
Jacket	Platinum	welded	H ₂ O new
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	yes
TC	used wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	weight qtz = 0.961 g, Pb = 7.7 mm basepyrophyllite = 8.18		

Run conditions	Rig1	hydrostatic	
Pressure	800 MPa	Temperature	
Experiment	failed		

Output values and PT path

236 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.015			2	2
F (V)	0.002			2	1
Dx (V)	1.249			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temp	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
33	0.304	0.097	0.017	30	4.5
43	0.485	0.096	0.016	50	5.6
66	0.746	0.094	0.009	100	7.3
88	0.919	0.093	0.002	153	8.6
103	1.039	0.091	0.000	200	9.7
133	1.227	0.403	0.280	300	10.1
143	1.318	0.600	0.428	350	12.3
155	1.402	0.700	0.563	400	13.5
159	1.489	0.800	0.670	450	14.8
170	1.558	1.001	0.805	500	15.8
195	1.720	1.122	1.094	600	17.3
211	1.822	1.217	1.132	700	19.4
228	1.935	1.322	1.197	800	21.3
248	2.033	1.422	1.311	900	23.0

digital record

Date	04/03/10	No.	238 ATH
Exp. Quality	3	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation		
Comments	no marked axis		

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	10.494	6.532
Bottom piston	Alumina	11.347	
Middle piston	Alumina	3.499	
NaCl disc	NaCl	2.11	
Top piston	Alumina	9.822	
Furnace	straight	35.48	
Jacket	Platinum	welded	H ₂ O new
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	yes
TC	New wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	weight qtz = 0.961 g, Pb = 8.12 mm basepyrophyllite = 8.18		

Run conditions	Rig1	Deformation	hercules
Pressure	1500 MPa	Temperature	1000°C
Experiment		Motor position	right
Gear	slow	Speed	30

Notes to Experiment

Chart = 2 parts

Output values and PT path

238 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.018			5	1
F (V)	0.003			5	2
Dx (V)	0.827			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temp.	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
29	0.259	0.137	0.014	30	4.4
44	0.431	0.135	0.013	50	5.4
62	0.695	0.130	0.015	100	7.1
85	0.845	0.122	0.015	150	8.5
94	0.965	0.188	0.014	200	9.6
116	0.998	0.397	0.275	300	12
121	1.294	0.596	0.414	350	13.1
133	1.368	0.796	0.579	400	14.1
148	1.480	1.000	0.777	460	15.3
160	1.581	1.198	0.937	520	16.6
176	1.689	1.403	1.146	600	18.4
187	1.751	1.600	1.280	650	18.9
196	1.789	1.797	1.461	700	19.9
202	1.847	1.997	1.642	750	21.1
211	1.889	2.196	1.805	800	22.2
220	1.928	2.395	1.905	850	23.4
233	1.989	2.595	2.149	900	24.6
237	2.039	2.796	2.319	950	25.8
2??	2.???	????	????	1000	???

digital record

Date	09/03/10	No.	241 ATH
Exp. Quality	3	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	O+
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments			

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	10.205	6.502
Bottom piston	Alumina	11.314	
Middle piston	Alumina	3.048	
Salt disc	NaCl	2.10	
Top piston	Alumina	10.768	
Furnace	straight	35.02	
Jacket	Platinum	welded	H ₂ O new
Top disc	Copper	Top lead	Salt insert
Basepyrophyllite	unfired	Crushable Alumina	yes
TC	new wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Top lead	Outer cell	
Comments	Pb= 8.28 mm		

Run conditions	Rig1	Deformation	hercules
Pressure	1500 MPa	Temperature	1000°C
Experiment	successful	Motor position	right
Gear	slow	Speed	30

Output values and PT path

241 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.021			5	1
F (V)	0.004			5	2
Dx (V)	0.998			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temp.	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
30	0.304	0.114	-0.003	30	4.6
39	0.499	0.113	0.000	50	5.7
63	0.747	0.112	0.006	100	7.4
78	0.898	0.109	0.004	150	8.7
94	1.009	0.107	0.004	200	9.8
116	1.228	0.402	0.265	300	12.1
125	1.318	0.597	0.409	350	13.2
138	1.408	0.799	0.627	400	14.2
155	1.496	0.999	0.766	460	15.4
163	1.604	1.202	0.962	530	16.4
179	1.677	1.403	1.131	600	17.7
188	1.731	1.598	1.320	650	18.6
196	1.784	1.800	1.462	700	19.2
207	1.834	2.002	1.727	750	20.8
217	1.902	2.195	1.826	800	21.9
224	1.958	2.395	1.994	850	23.1
240	2.011	2.596	2.172	900	24.5
246	2.058	2.793	2.336	950	25.9
256	2.115	3.001	2.501	1000	27.3

digital record

Date	15/03/10	No.	242 ATH
Exp. Quality	1	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments			

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	10.569	6.490
Bottom piston	Alumina	11.809	
Middle piston	Alumina	3.085	
NaCl disc	NaCl	1.88	
Top piston	Alumina	10.096	
Furnace	straight	35.66	
Jacket	Platinum	welded	H ₂ O new
Top disc	Copper	Top garphite	
Basepyrophyllite	soft fired	Crushable Alumina	yes
TC	new wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Outer cell		
Comments	Pb = 8.04 mm, weight qtz = 0.907g, bsaepyrophyllite = 8.32 mm		

Run conditions	Rig1	Deformation	hercules
Pressure	1500 MPa	Temperature	800°C
Experiment	successful	Motor position	right
Gear	slow	Speed	30

Output values and PT path

242 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.013			5	2
F (V)	0.004			5	
Dx (V)	1.337			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temp.	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
27	0.275	0.128	0.003	30	4.5
42	0.456	0.127	0.000	50	5.6
62	0.734	0.126	0.000	100	7.4
76	0.918	0.122	0.002	150	8.8
89	1.043	0.121	0.003	200	10.1
101	1.137	0.193	0.029	250	11.0
115	1.261	0.404	0.273	300	12.1
126	1.364	0.607	0.372	250	13.3
136	1.450	0.804	0.585	400	14.3
145	1.554	1.008	0.740	460	15.6
150	1.627	1.202	0.935	520	16.8
171	1.737	1.404	1.105	600	18.3
185	1.789	1.703	1.375	650	19.0
194	1.859	1.905	1.537	720	20.2
200	1.895	2.207	1.757	750	20.7
212	1.965	3.009	2.457	800	21.8

digital record

Date	15/03/10	No.	244 ATH
Exp. Quality	2	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	O+
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments			

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	10.605	6.549
Bottom piston	Alumina	11.433	
Middle piston	non		
Top piston	Alumina	15.332	
Furnace	straight	35.47	
Jacket	Platinum	welded	H ₂ O new
Top disc	Copper	Top garphite	
Basepyrophyllite	soft fired	Crushable Alumina	yes
TC	new wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Outer cell		
Comments	Pb = 7.5 mm, weight qtz = 0.936 g,		

Run conditions	Rig1	Deformation	hercules
Pressure	1000 MPa	Temperature	900°C
Experiment	successful	Motor position	right
Gear	slow	Speed	30

Notes to Experiment

Problems with TC plug – solved before deformation

Corrosion upper part of pressure vessel

NaCl very big crystals

Jacket blackisch

Output values and PT path

244 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.006			2	2
F (V)	0.016			2	1/0.5
Dx, (V)	1.215			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temp	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
33	0.265	0.118	0.004	30	4.5
38	0.424	0.116	0.000	50	5.4
59	0.703	0.114	0.012	100	7.2
81	0.894	0.112	0.025	150	8.8
95	1.020	0.108	0.036	200	9.9
109	1.143	0.292	0.247	250	11.1
126	1.254	0.404	0.285	300	12.1
136	1.344	0.603	0.426	350	13.1
148	1.436	0.805	0.613	400	14.1
167	1.587	1.012	0.811	500	16.2
177	1.641	1.206	1.016	550	17.0
180	1.657	1.405	1.089	600	18.0
191	1.722	1.603	1.381	650	19.4
204	1.798	1.805	1.442	720	21.0
217	1.876	1.910	1.713	800	22.7
240	1.964	2.053	1.809	900	25.1

digital record

Date	23/03/10	No.	246 ATH
Exp. Quality	1	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	O+
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments			

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	12.809	6.537
Bottom piston	Alumina	10.476	6.323
Middle piston	Alumina	3.785	
Salt disc	NaCl	2.20	
Top piston	Alumina	8.209	6.323
Furnace	straight	35.29	
Jacket	Platinum	welded	H ₂ O new
Top disc	Copper	Top garphite	
Basepyrophyllite	soft fired	Crushable Alumina	yes
TC	new wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Outer cell		
Comments	basepyrophyllite = 8.22 mm, weight qtz = 1.127 g, Pb = 7.76 mm		

Run conditions	Rig1	Deformation	hercules
Pressure	1500 MPa	Temperature	900°C
Experiment	successful	Motor position	right
Gear	slow	Speed	30

Notes to Experiment

still a small NaCl film between two top pistons

Output values and PT path

246 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.017			5	1
F (V)	0.006			5	2
Dx (V)	1.313			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temp	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
35	0.304	0.121	0.013	30	4.6
44	0.511	0.120	0.010	50	5.8
61	0.793	0.117	0.009	100	7.9
79	0.945	0.112	0.011	150	9.4
94	1.071	0.109	0.013	200	10.5
105	1.165	0.298	0.172	250	11.6
116	1.270	0.404	0.243	300	12.8
129	1.388	0.604	0.420	350	14.1
134	1.485	0.808	0.621	400	15.2
152	1.639	1.017	0.846	500	17.4
166	1.703	1.205	0.976	550	18.3
178	1.750	1.412	1.136	600	19.9
187	1.808	1.601	1.330	650	20.0
195	1.895	1.803	1.493	720	21.1
208	1.954	1.998	1.651	780	22.1
214	1.968	2.202	1.803	800	22.4

digital record

Date	29/03/10	No.	248 ATH
Exp. Quality	1	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	O+
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments			

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	10.13	6.532
Bottom piston	Alumina	12.162	6.323
Middle piston	Alumina	4.056	
Salt disc	NaCl	1.80	
Top piston	Alumina	9.546	
Furnace	straight	35.69	
Jacket	Platinum	welded	H ₂ O new
Top disc	Copper	Top garphite	
Basepyrophyllite	soft fired	Crushable Alumina	yes
TC	new wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Outer cell		
Comments	basepyrophyllite = 8.22 mm, weight qtz = 0.872 g, Pb = 7.76 mm		

Run conditions	Rig1	Deformation	hercules
Pressure	1500 MPa	Temperature	800°C
Experiment	successful	Motor position	right
Gear	slow	Speed	30

Output values and PT path

248 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.003			5	2
F (V)	0.011			5	2
Dx (V)	1.220			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temp	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
30	0.308	0.134	0.015	30	4.7
43	0.519	0.134	0.011	52	5.8
61	0.773	0.131	0.014	100	7.8
79	0.934	0.126	0.017	150	9.1
90	1.053	0.122	0.017	200	10.3
106	1.157	0.182	0.020	252	11.4
120	1.259	0.400	0.231	300	12.7
131	1.365	0.603	0.408	350	13.9
141	1.450	0.805	0.604	400	15.0
150	1.555	1.004	0.748	460	16.2
162	1.631	1.204	0.948	520	17.4
172	1.733	1.405	1.094	600	18.7
184	1.792	1.705	1.328	650	19.5
197	1.865	1.903	1.502	720	20.8
212	1.893	2.220	1.707	750	21.9
		3.007	2.392	800	23.5

digital record

Date	17/06/10	No.	252 ATH
Exp. Quality	3	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	⊥m
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments			

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	10.721	6.517
Bottom piston	Alumina	12.233	6.323
Middle piston	Alumina	3.065	
Salt disc	NaCl	2.11	
Top piston	Alumina	8.18	6.323
Furnace	straight	35.29	
Jacket	Platinum	welded	H ₂ O new
Top disc	Copper	Top garphite	
Basepyrophyllite	soft fired	Crushable Alumina	yes
TC	new wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Outer cell		
Comments	basepyrophyllite = 8.18 mm,		

Run conditions	Rig1	Deformation	hercules
Pressure	1500 MPa	Temperature	1000°C
Experiment	successful	Motor position	right
Gear	slow	Speed	30

Output values and PT path

252 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.024			5	2
F (V)	0.008			5	2
Dx (V)	1.238			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temp	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
32	0.261	0.117	0.018	30	4.5
40	0.430	0.117	0.017	50	5.5
56	0.682	0.114	0.019	100	7.2
75	0.855	0.109	0.019	150	8.6
90	0.979	0.105	0.019	200	9.7
115	1.244	0.400	0.248	300	12.4
123	1.329	0.599	0.417	350	13.5
132	1.416	0.800	0.590	400	14.5
141	1.507	1.002	0.782	460	15.7
158	1.593	1.202	0.943	520	17.0
162	1.688	1.396	1.109	600	18.4
175	1.747	1.600	1.265	650	19.1
190	1.793	1.802	1.416	700	19.9
194	1.843	2.000	1.602	750	20.8
208	1.890	2.207	1.870	800	21.6
sbr		new			22.4
211	1.993	2.403	1.956	850	23.1
220	2.014	2.599	2.111	900	24.5
230	2.059	2.802	2.316	950	25.2
236	2.106	3.001	2.452	100	26.3

digital record

Date	25/06/10	No.	254 ATH
Exp. Quality	1	Operator	A.Thust
Type	coaxial	Orientation	O+
Aim	Quartz single crystal deformation / defined c-axis		
Comments			

Assembly

	Material	Length (mm)	Diameter (mm)
Sample	Quartz	13.0.97	6.536
Bottom piston	Alumina	10.536	
Middle piston	Alumina	3.101	
Salt disc	NaCl	2.08	
Top piston	Alumina	8.647	
Furnace	straight	35.48	
Jacket	Platinum	welded	H ₂ O new
Top disc	Copper	Top garphite	
Basepyrophyllite	soft fired	Crushable Alumina	yes
TC	new wires	Pt-Pt-Rh	Cement tip and elbow
Outer cell	Salt		
Teflon tape wrap	Outer cell		
Comments			

Run conditions	Rig1	Deformation	herkules
Pressure	1500 MPa	Temperature	700°C
Experiment	successful	Motor position	right
Gear	slow	Speed	30

Output values and PT path

254 ATH

	Zero start values		Scale values (FS)	Pump	Run
P (V)	0.024			5	2
F (V)	0.008			5	2
Dx (V)	1.238			0.5	0.5
Furnace power		Pressure	Force	Temp.	Output
A	V	mV	mV	T°C	%
29	0.229	0.115	0.011	30	4.3
39	0.378	0.114	0.014	50	5.2
57	0.615	0.112	0.010	100	6.5
61	0.779	0.107	0.000	150	7.8
82	0.883	0.105	0.001	200	8.8
108	1.111	0.410	0.345	300	10.8
115	1.193	0.604	0.479	350	11.7
125	1.277	0.806	0.611	400	12.4
131	1.332	1.005	0.789	450	13.2
148	1.426	1.209	0.976	510	14.2
155	1.519	1.408	1.142	570	15.4
170	1.582	1.605	1.368	620	16.3
176	1.616	1.805	1.435	650	16.8
180	1.688	2.998	2.445	700	18.2

digital record

FTIR measurement @ University Hannover

First, thick sections (18-1, 144 ATH, 151 ATH, 152 ATH) were prepared with cementit; cementit, if not totally dissolved in acetone, shows FTIR peaks in the same region as “water”. The same happens when using epoxy for preparation, but in some cases epoxy had to be used for stabilisation during preparation because of cracking of the sample (169 ATH, 172 ATH, 175 ATH). This epoxy was coloured blue so it was easier to avoid it by FTIR. Red dental wax was used for all other thick sections. There was almost no signal in the region between 3000 cm^{-1} and 3600 cm^{-1} (Fig .B1) even if it was not totally dissolved from the sections. Spectra that show only small wax peaks could still be used for water calculations. Spectra were not used for calculations if the wax peak was extremely strong.

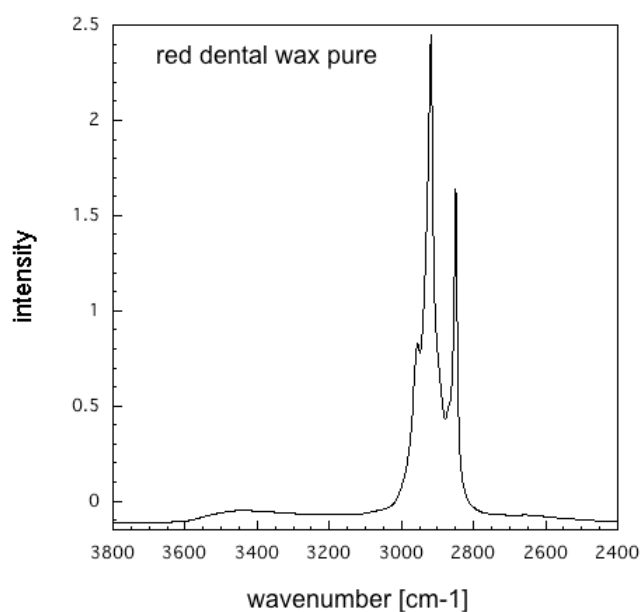
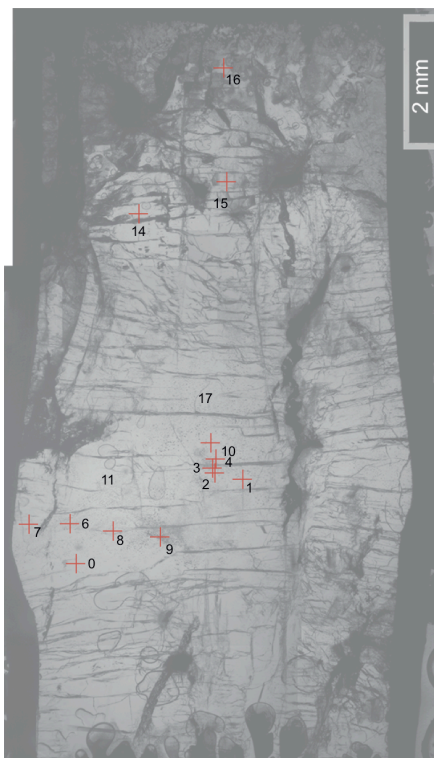
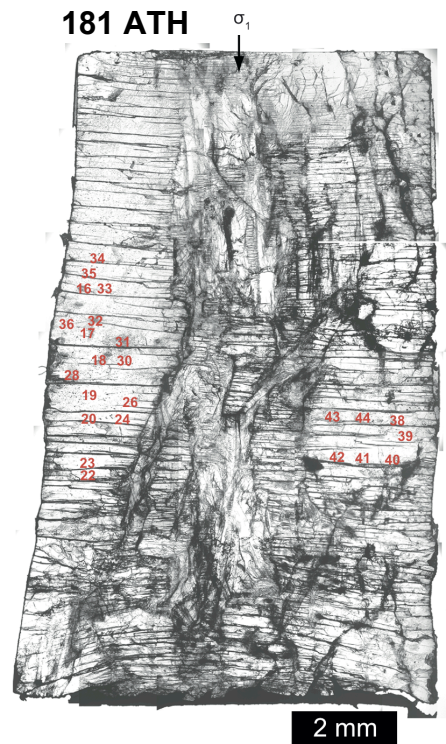


Figure B. 1: FTIR spectra red dental wax.

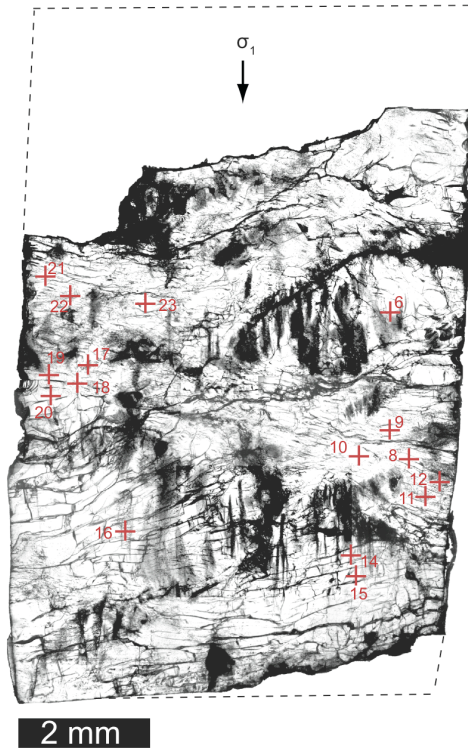
144 ATH**144ATH**

100x100 μ m point	Integrated area	Thickness [cm]	wt% H ₂ O	ppm(wt) H ₂ O	H/10 ⁶ Si ⁵
144-0	9.072	0.0486	0.002	16	109
144-1	18.185	0.0486	0.003	33	218
144-2	67.24	0.0486	0.012	121	805
144-3	55.771	0.0486	0.010	100	667
144-4	54.102	0.0486	0.010	97	647
144-6	46.862	0.0486	0.008	84	561
144-7	32.204	0.0486	0.006	58	385
144-8	68.957	0.0486	0.012	124	825
144-9	97.554	0.0486	0.017	175	1167
144-10	30.028	0.0486	0.005	54	359
144-14	3.943	0.0486	0.001	7	47
144-15	46.276	0.0486	0.008	83	554
144-16	10.741	0.0486	0.002	19	129
144-0	20.185	0.0173	0.010	102	678

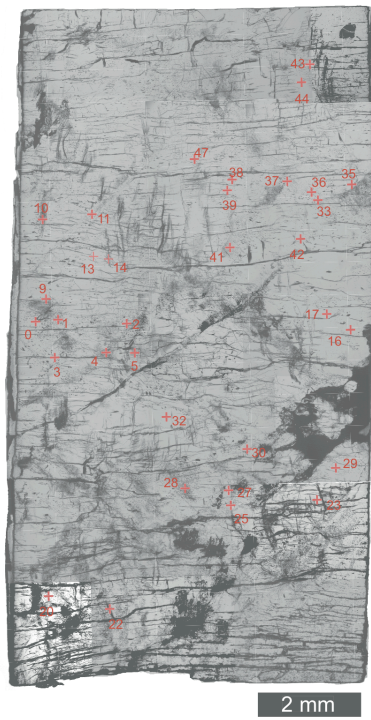
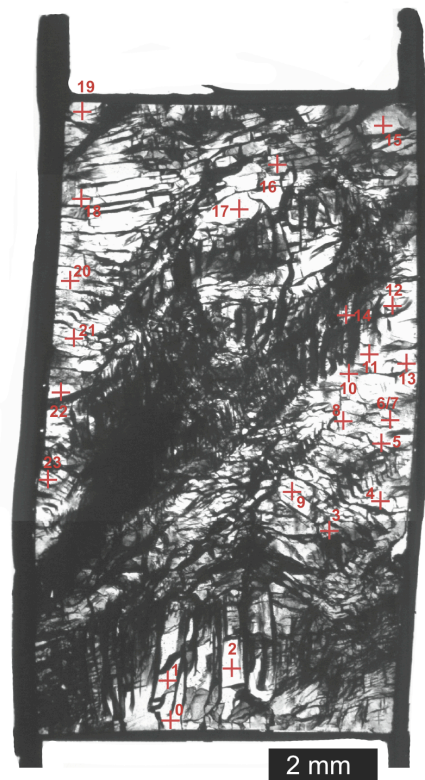


181 ATH

100x100 μ m point	Integrated area	Thickness [cm]	wt% H ₂ O	ppm(wt) H ₂ O	H/10 ⁶ Si ⁵
181-16	30.457	0.0156	0.017	170	1135
181-17	28.6588	0.01616	0.015	155	1031
181-18	23.406	0.01616	0.013	126	842
181-19	16.066	0.01616	0.009	87	578
181-23	2.29	0.01616	0.001	12	82
181-28	15.313	0.01616	0.008	83	551
181-31	87.844	0.01616	0.047	474	3161
181-32	52.64	0.01616	0.028	284	1894
181-34	6.211	0.01616	0.003	34	223
181-35	21.65	0.01616	0.012	117	779
181-36	7.565	0.01616	0.004	41	272
181-38	4.48	0.0173	0.002	23	151
181-39	5.17	0.0173	0.003	26	174
181-40	20.185	0.0173	0.010	102	678
181-41	33.596	0.0173	0.017	169	1129
181-42	19.555	0.0173	0.010	99	657
181-43	24.158	0.0173	0.012	122	812
181-44	13.706	0.0173	0.007	69	461

182 ATH**182 ATH**

100x100μm point	Integrated area	Thickness [cm]	wt% H ₂ O	ppm(wt) H ₂ O	H/10 ⁶ Si ⁵
182-6	24.18	0.0145	0.015	145	970
182-8	11.189	0.0145	0.007	67	449
182-9	7.916	0.0145	0.005	48	317
182-10	4.439	0.0145	0.003	27	178
182-11	81.035	0.0145	0.049	487	3250
182-12	37.352	0.0145	0.022	225	1498
182-14	35.992	0.0145	0.022	216	1443
182-15	5.313	0.0144	0.003	32	215
182-16	12.056	0.0132	0.008	80	531
182-17	42.262	0.014	0.026	263	1755
182-18	8.348	0.014	0.005	52	347
182-19	0.514	0.014	0.000	3	21
182-20	5.234	0.0144	0.003	32	211
182-21	6.406	0.0144	0.004	39	259
182-22	43.703	0.0144	0.026	265	1765
182-23	0.873	0.0144	0.001	5	35

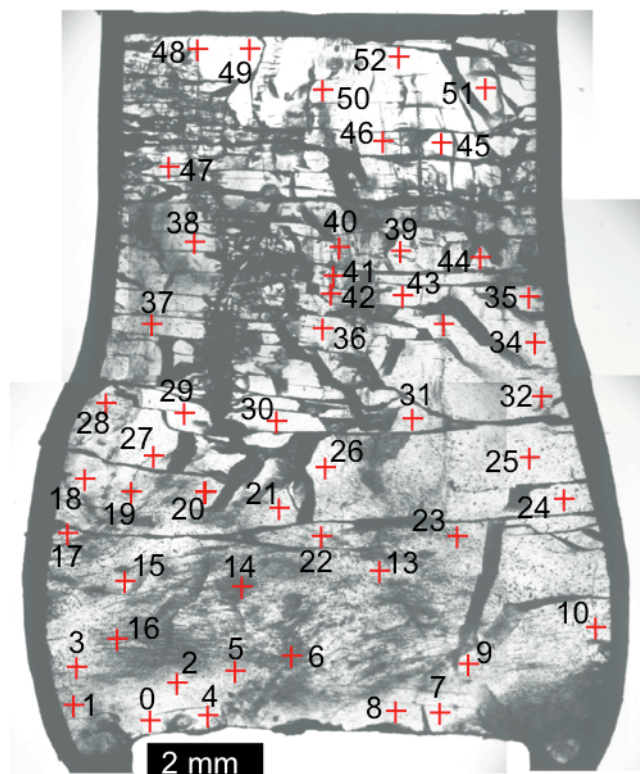
184 ATH**189 ATH**

184 ATH

100x100µm point	Integrated area	Thickness [cm]	wt% H ₂ O	ppm(wt) H ₂ O	H/10 ⁶ Si ⁵
184-0	1.454	0.0174	0.001	7	49
184-1	49.94	0.0174	0.025	250	1669
184-2	64.116	0.0174	0.032	321	2143
184-3	15.4835	0.0174	0.008	78	517
184-4	27.737	0.0174	0.014	139	927
184-5	61.122	0.0174	0.031	306	2043
184-8 wax text	0.925	0.0174	0.000	5	31
184-9	16.04	0.0174	0.008	80	536
184-10	98.761	0.0158	0.054	545	3635
184-11	20.1056	0.0158	0.011	111	740
184-13	8	0.0158	0.004	44	294
184-14	35.719	0.0158	0.020	197	1315
184-16	3.42	0.015	0.002	20	133
184-17	2.0368	0.015	0.001	12	79
184-20	5.413	0.0188	0.003	25	167
184-22	39.472	0.0188	0.018	183	1221
184-23	8.615	0.0176	0.004	43	285
184-25	2.6348	0.0176	0.001	13	87
184-27	2.754	0.0176	0.001	14	91
184-28	69.079	0.0176	0.034	342	2282
184-29	11.079	0.0176	0.005	55	366
184-30	8.4586	0.0176	0.004	42	279
184-32	0.84	0.0178	0.000	4	27
184-33	18.62	0.013	0.012	125	833
184-35	2.46	0.013	0.002	16	110
184-36	9.272	0.013	0.006	62	415
184-37	15.724	0.013	0.011	105	703
184-38	7.1401	0.013	0.005	48	319
184-39	3.04	0.013	0.002	20	136
184-41	13.13	0.0149	0.008	77	512
184-42	1.973	0.0149	0.001	12	77
184-43	4.463	0.0118	0.003	33	220
184-44	1.3583	0.0118	0.001	10	67
184-47	6.742	0.0149	0.004	39	263

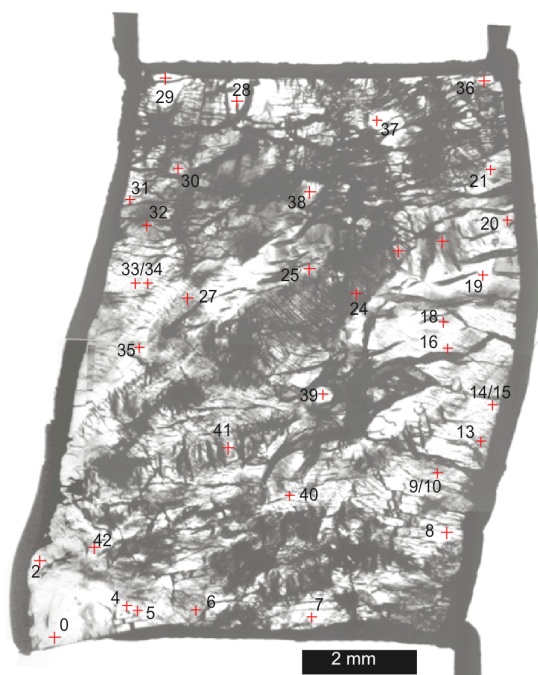
189 ATH

100x100µm point	Integrated area	Thickness [cm]	wt% H ₂ O	ppm(wt) H ₂ O	H/10 ⁶ Si ⁵
189-0	0.461	0.0251	0.000	2	11
189-1	0.369	0.0251	0.000	1	9
189-2	0.961	0.0251	0.000	3	22
189-3	7.338	0.0228	0.003	28	187
189-4	9.297	0.0228	0.004	36	237
189-5	21.196	0.0228	0.008	81	541
189-6	47.493	0.0228	0.018	182	1211
189-7	45.515	0.0228	0.017	174	1161
189-8	34.834	0.023	0.013	132	881
189-9	24.862	0.023	0.009	94	629
189-10	38.054	0.023	0.014	144	962
189-11	47.223	0.023	0.018	179	1194
189-12	1.289	0.023	0.000	5	33
189-13	2.742	0.023	0.001	10	69
189-14	19.63	0.023	0.007	74	496
189-15	1.096	0.0246	0.000	4	26
189-16	28.274	0.0278	0.009	89	591
189-17	29.482	0.0278	0.009	92	617
189-18	14.776	0.0285	0.005	45	301
189-19		0.0264	0.000	0	0
189-20	23.763	0.0264	0.008	78	523
189-21	4.972	0.0261	0.002	17	111
189-22	44.643	0.0261	0.015	149	995
189-23	14.487	0.0261	0.005	48	323

190 ATH**190 ATH**

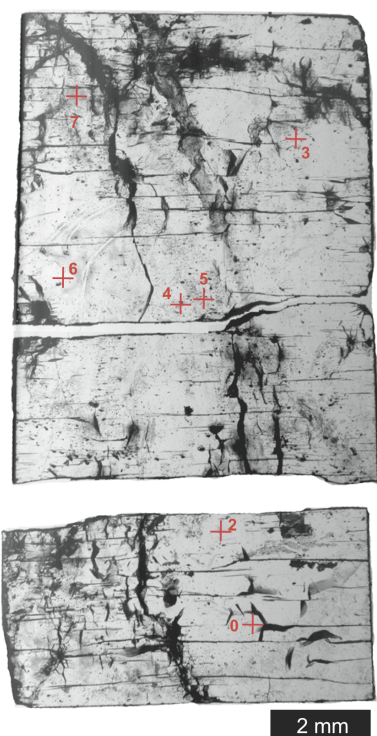
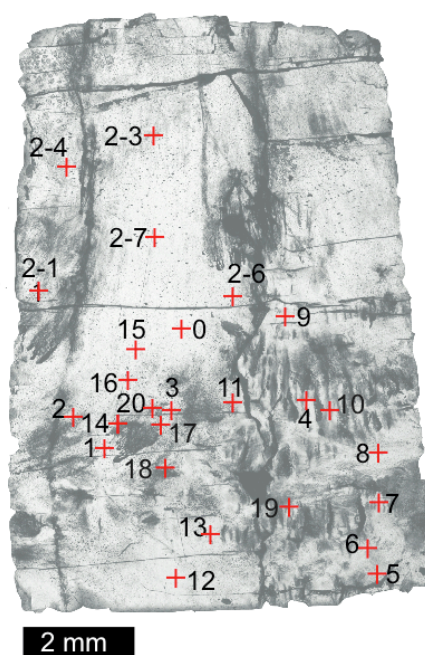
100x100 μ m point	Integrated area	Thickness [cm]	wt% H ₂ O	ppm(wt) H ₂ O	H/10 ⁶ Si ⁵
190-0	15.126	0.0301	0.004	44	292
190-1	64.151	0.0301	0.019	186	1239
190-2	167.283	0.0301	0.048	485	3232
190-3	45.148	0.0301	0.013	131	872
190-4	24.693	0.0301	0.007	72	477
190-5	79.57	0.0349	0.020	199	1326
190-6	120.114	0.0349	0.030	300	2001
190-7	15.022	0.0388	0.003	34	225
190-8	50.446	0.0349	0.013	126	841
190-9	53.487	0.0388	0.012	120	802
190-10	14.497	0.0388	0.003	33	217
190-13	85.389	0.0363	0.021	205	1368
190-14	77.03	0.0363	0.018	185	1234
190-15	66.983	0.0311	0.019	188	1252
190-16	63.128	0.0311	0.018	177	1180

100x100 μ m point	Integrated area	Thickness [cm]	wt% H ₂ O	ppm(wt) H ₂ O	H/10 ⁶ Si ⁵
190-17	28.643	0.0311	0.008	80	536
190-18	20.786	0.03	0.006	60	403
190-19	57.737	0.0311	0.016	162	1080
190-20	58.437	0.0296	0.017	172	1148
190-21	56.981	0.0363	0.014	137	913
190-22	108.47	0.0363	0.026	261	1738
190-23	76.736	0.0363	0.018	184	1229
190-24	25.55	0.0373	0.006	60	398
190-25	18.787	0.0373	0.004	44	293
190-26	30.242	0.0363	0.007	73	484
190-27	25.988	0.0296	0.008	77	511
190-28	45.529	0.027	0.015	147	981
190-29	11.803	0.027	0.004	38	254
190-30	8.467	0.0318	0.002	23	155
190-31	28.412	0.0318	0.008	78	520
190-32	51.979	0.0339	0.013	134	892
190-33	61.424	0.033	0.016	162	1082
190-34	21.86	0.033	0.006	58	385
190-35	28.729	0.033	0.008	76	506
190-36	19.684	0.0318	0.005	54	360
190-37	60.491	0.027	0.020	195	1303
190-38	7.258	0.027	0.002	23	156
190-39	1.224	0.033	0.000	3	22
190-40	78.987	0.0318	0.022	217	1444
190-41	26.401	0.0318	0.007	72	483
190-42	54.062	0.0318	0.015	148	989
190-43	8.162	0.033	0.002	22	144
190-44	33.427	0.033	0.009	88	589
190-45	2.68	0.0313	0.001	7	50
190-46	22.07	0.0262	0.007	73	490
190-47	28.672	0.0257	0.010	97	649
190-48	7.084	0.0234	0.003	26	176
190-49	2.082	0.0234	0.001	8	52
190-50	34.357	0.0262	0.011	114	763
190-51	2.005	0.0287	0.001	6	41
190-52	2.751	0.0287	0.001	8	56

192 ATH**192 ATH**

100x100 μ m point	Integrated area	Thickness [cm]	wt% H ₂ O	ppm(wt) H ₂ O	H/10 ⁶ Si ⁵
192-0	1.535	0.0244	0.001	5	37
192-2	2.313	0.0244	0.001	8	55
192-4	40.464	0.0244	0.014	145	964
192-5	72.681	0.0244	0.026	260	1732
192-6	46.905	0.0244	0.017	168	1118
192-7	27.889	0.0244	0.010	100	665
192-8	3.229	0.0344	0.001	8	55
192-9	73.894	0.0344	0.019	187	1249
192-11	85.744	0.0315	0.024	237	1583
192-13	22.226	0.0315	0.006	62	410
192-16	36.222	0.0324	0.010	97	650
192-18	73.659	0.0324	0.020	198	1322
192-19	19.67	0.033	0.005	52	347
192-20	46.029	0.033	0.012	122	811
192-21	63.494	0.033	0.017	168	1119
192-22	273.221	0.033	0.072	722	4814
192-23	75.239	0.033	0.020	199	1326

100x100 μ m point	Integrated area	Thickness [cm]	wt% H ₂ O	ppm(wt) H ₂ O	H/10 ⁶ Si ⁵
192-24	55.959	0.0324	0.015	151	1004
192-25	74.551	0.0286	0.023	227	1516
192-27	108.908	0.0231	0.041	411	2741
192-28	0.144	0.0259	0.000	0	3
192-29	0.892	0.0217	0.000	4	24
192-30	51.127	0.0231	0.019	193	1287
192-31	27.221	0.0231	0.010	103	685
192-33	7.882	0.0231	0.003	30	198
192-34	21.176	0.0231	0.008	80	533
192-35	76.307	0.0231	0.029	288	1921
192-36	0.414	0.0306	0.000	1	8
192-37	83.319	0.0259	0.028	280	1871
192-38	67.661	0.0259	0.023	228	1519
192-39	30.261	0.0324	0.008	81	543
192-40	40.515	0.0315	0.011	112	748
192-41	7.4304	0.0324	0.002	20	133

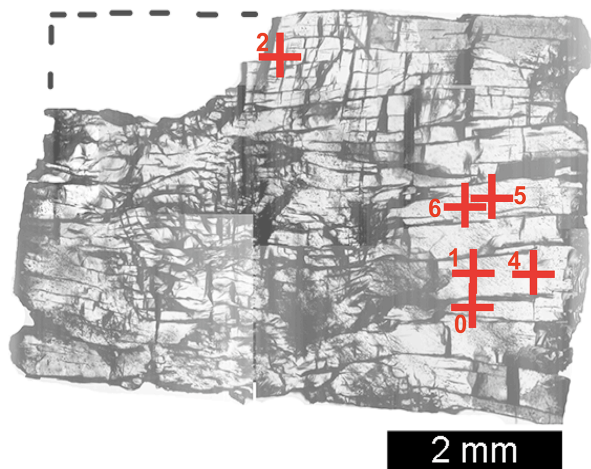
196 ATH**199 ATH**

196 ATH

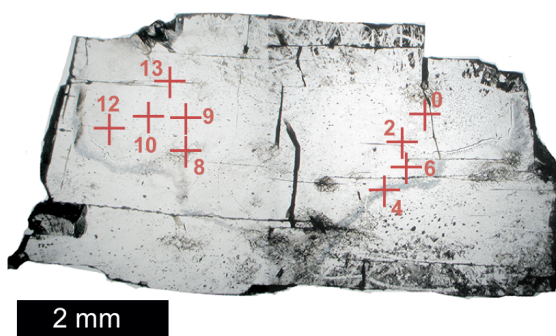
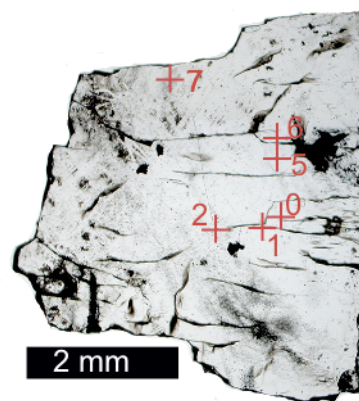
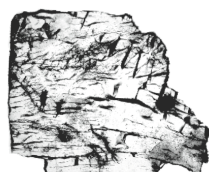
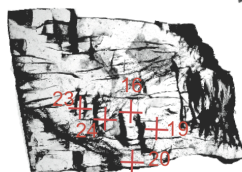
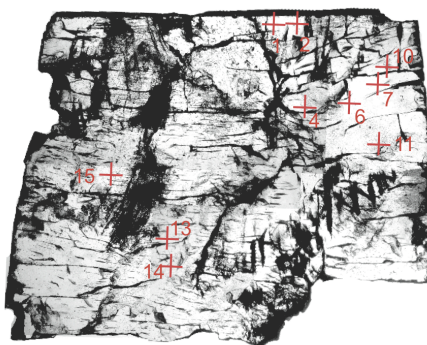
100x100µm point	Integrated area	Thickness [cm]	wt% H ₂ O	ppm(wt) H ₂ O	H/10 ⁶ Si ⁵
196-0	2.218	0.0245	0.001	8	53
196-2	11.472	0.0245	0.004	41	272
196-3	7.999	0.0245	0.003	28	190
196-4	83.964	0.0245	0.030	299	1993
196-5	28.023	0.0245	0.010	100	665
196-6	0.082	0.0245	0.000	0	2
196-7	5.773	0.0245	0.002	21	137

199 ATH

100x100µm point	Integrated area	Thickness [cm]	wt% H ₂ O	ppm(wt) H ₂ O	H/10 ⁶ Si ⁵
199-2-1	72.599	0.0229	0.028	276	1843
199-2-3	14	0.0229	0.005	53	355
199-2-4	134.766	0.0229	0.051	513	3422
199-2-6	23.644	0.0229	0.009	90	600
199-2-7	15	0.0229	0.006	57	381
199-2	164.11	0.0229	0.062	625	4167
199-0	5.973	0.0229	0.002	23	152
199-1	11.647	0.0229	0.004	44	296
199-3	26.661	0.0229	0.010	101	677
199-4	58.343	0.0229	0.022	222	1481
199-5	7.469	0.0229	0.003	28	190
199-6	5.886	0.0229	0.002	22	149
199-7	13.381	0.0229	0.005	51	340
199-8	9.313	0.0229	0.004	35	236
199-9	3.369	0.0229	0.001	13	86
199-10	36.391	0.0229	0.014	139	924
199-11	29.373	0.0229	0.011	112	746
199-13	9.215	0.0229	0.004	35	234
199-14	221.181	0.0229	0.084	842	5616
199-15	7.771	0.0229	0.003	30	197
199-16	15.451	0.0229	0.006	59	392
199-17	50.647	0.0229	0.019	193	1286
199-18	51.094	0.0229	0.019	195	1297
199-19	99.938	0.0229	0.038	380	2538
199-12	3.914	0.0229	0.001	15	99
199-20	68.236	0.0229	0.026	260	1733

203 ATH (part)**203 ATH**

100x100 μ m point	Integrated area	Thickness [cm]	wt% H ₂ O	ppm(wt) H ₂ O	H/10 ⁶ Si ⁵
203-0	40.992	0.0174	0.021	205	1370
203-1	32.209	0.0174	0.016	161	1076
203-2	33.779	0.0174	0.017	169	1129
203-4	7.188	0.0174	0.004	36	240
203-5	16.371	0.0174	0.008	82	547
203-6	32.511	0.0174	0.016	163	1086

238 ATH (part)**244 ATH (part)****241 ATH**

238 ATH

100x100 μ m point	Integrated area	Thickness [cm]	wt% H ₂ O	ppm(wt) H ₂ O	H/10 ⁶ Si ⁵
238-2-0	8.861	0.01455	0.005	53	354
238-2-2	20.075	0.01455	0.012	120	802
238-2-4	4.5582	0.01455	0.003	27	182
238-2-6	3.947	0.01455	0.002	24	158
238-2-8	4.844	0.01455	0.003	29	194
238-2-9	6.6633	0.01455	0.004	40	266
238-2-10	4.924	0.01455	0.003	30	197
238-2-11	6.738	0.01455	0.004	40	269
238-2-12	9.816	0.01455	0.006	59	392
238-2-13	11.264	0.01455	0.007	67	450

241 ATH

100x100 μ m point	Integrated area	Thickness [cm]	wt% H ₂ O	ppm(wt) H ₂ O	H/10 ⁶ Si ⁵
241-1	0.945	0.0205	0.000	4	27
241-2 (r)	1.404	0.0205	0.001	6	40
241-3 (r)	5.069	0.0205	0.002	22	144
241-4	35.157	0.0205	0.015	150	997
241-6	7.2517	0.0205	0.003	31	206
241-7	2.8925	0.0205	0.001	12	82
241-8 (r)	3.5639	0.0205	0.002	15	101
241-9	0.798	0.0205	0.000	3	23
241-10	0.617	0.0205	0.000	3	18
241-11	33.192	0.0205	0.014	141	941
241-13	13.343	0.0205	0.006	57	378
241-14	18.091	0.0205	0.008	77	513
241-15	9.7627	0.0205	0.004	42	277
241-16	5.671	0.0205	0.002	24	161
241-17	10.564	0.0205	0.004	45	300
241-19	4.647	0.0205	0.002	20	132
241-20	26.796	0.0205	0.011	114	760
241-23	8.831	0.0205	0.004	38	250
241-24	2.212	0.0205	0.001	9	63

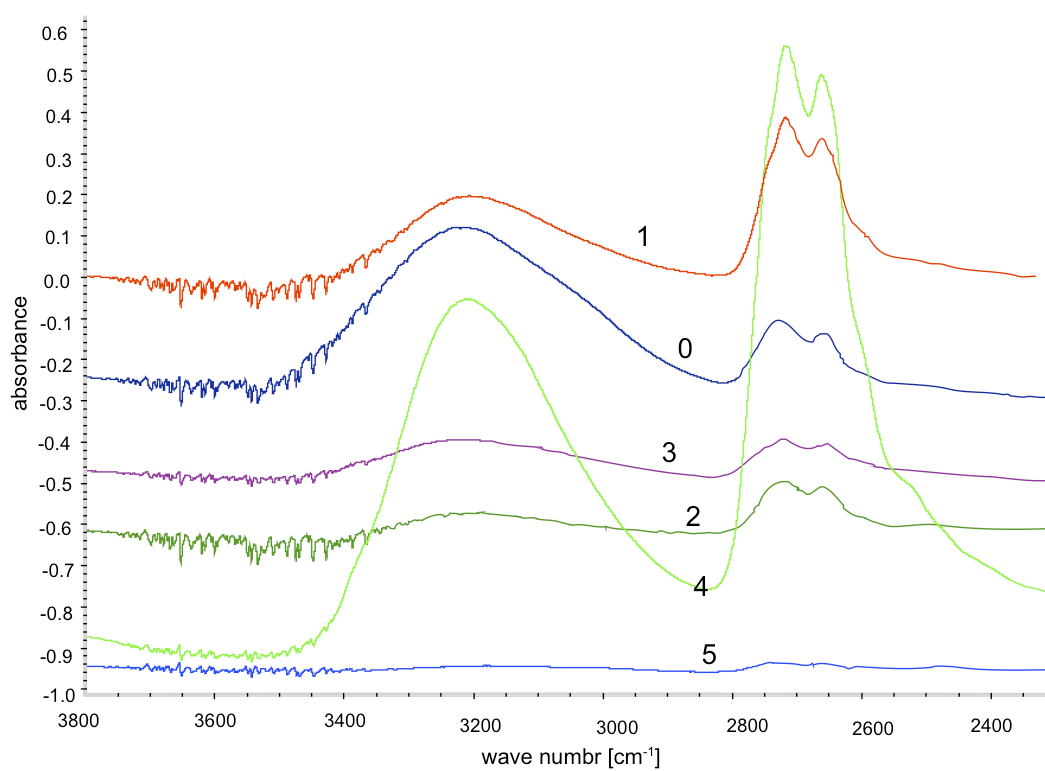
244 ATH

100x100 μ m point	Integrated area	Thickness [cm]	wt% H ₂ O	ppm(wt) H ₂ O	H/10 ⁶ Si ⁵
244-0	1.964	0.0183	0.001	9	62
244-1	3.919	0.0183	0.002	19	125
244-2	15.676	0.0183	0.007	75	498
244-5	9.003	0.0183	0.004	43	286
244-6	6.907	0.0183	0.003	33	219
422-7	17.328	0.0183	0.008	83	551

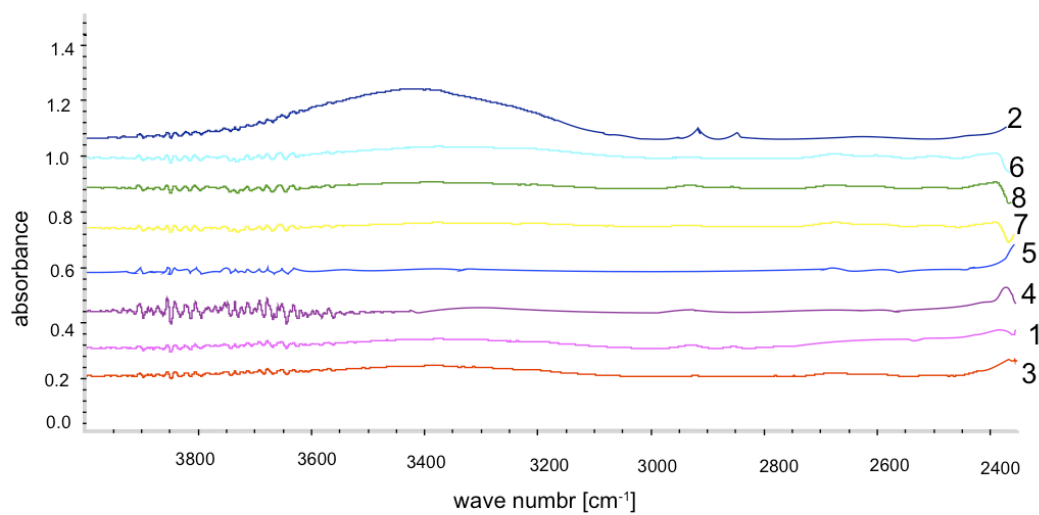
Test measurements without exact points (undef =undeformed)

100x100 μ m point	Integrated area	Thickness [cm]	wt% H ₂ O	ppm(wt) H ₂ O	H/10 ⁶ Si ⁵
undef	5.656	0.054	0.001	9	61
undef	8.82	0.054	0.001	14	95
undef	4.531	0.054	0.001	7	49
undef	6.363	0.054	0.001	10	69
undef	8.231	0.054	0.001	13	89
undef	14.453	0.054	0.002	23	156
undef	6.151	0.054	0.001	10	66
undef	19.96	0.054	0.003	32	215
undef	3.663	0.048	0.001	7	44
undef	8.026	0.048	0.001	15	97
undef	2.6166	0.01	0.002	23	152
undef	670.068	0.01	0.584	5842	38964
151-0	409.857	0.04357	0.082	820	5470
151-1	1.1502	0.04357	0.000	2	15
152-0	20.436	0.04737	0.004	38	251
152-1	40.78	0.04737	0.008	75	501
152-2	60.621	0.04737	0.011	112	744
152-3	65.229	0.04737	0.012	120	801
152-4	32.248	0.04737	0.006	59	396
152-5	27.815	0.04737	0.005	51	341
170-2	15.426	0.027	0.005	50	332
170-4	7.6769	0.027	0.002	25	165

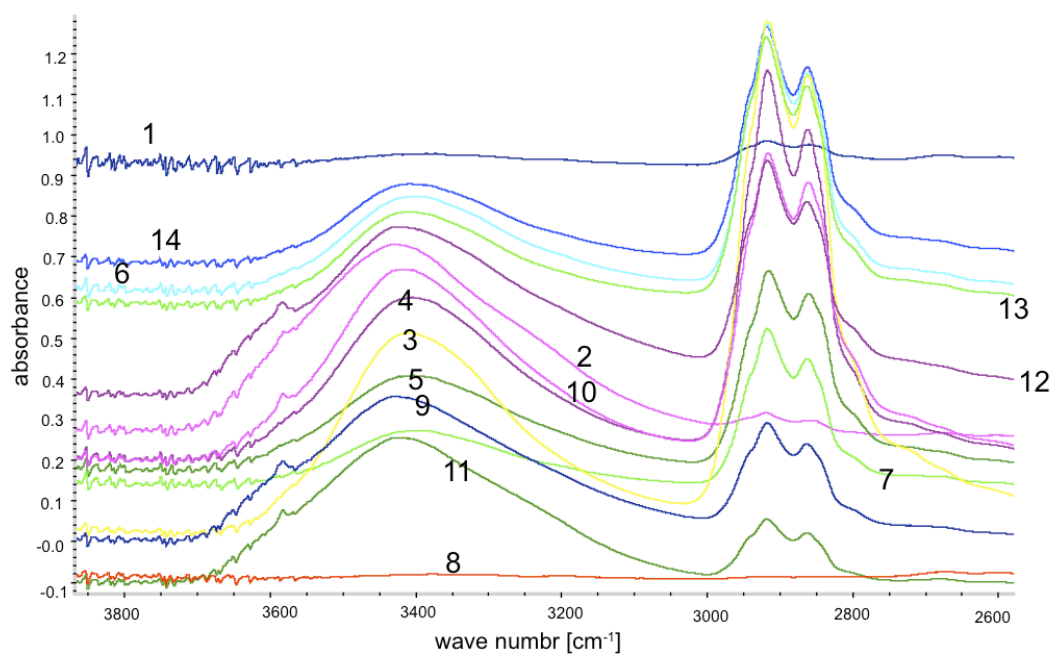
100x100µm point	Integrated area	Thickness [cm]	wt% H ₂ O	ppm(wt) H ₂ O	H/10 ⁶ Si ⁵
170-5	35.372	0.027	0.011	114	762
170-6	3.076	0.027	0.001	10	66
170-7	7.539	0.027	0.002	24	162
186-1	58.7	0.0217	0.024	236	1573
186-2	97.928	0.0217	0.039	393	2624
186-3	11.773	0.0217	0.005	47	315
186-4	60.998	0.0217	0.025	245	1635
168ATH-mitte0	12.472	0.0254	0.004	43	286
168ATH-mitteEinschl	30.265	0.0254	0.010	104	693
168ATH-mitteob2	4.75	0.0254	0.002	16	109
168ATH-mitte1	30.601	0.0254	0.011	105	701
168ATH-mitteob0	13.209	0.0254	0.005	45	302
168ATH-mitteun0	16.995	0.0254	0.006	58	389
168ATH-obenkl0	3.282	0.0254	0.001	11	75
168ATH-Xklar	4.016	0.0254	0.001	14	92
168ATH-Ficlsutob	43.73	0.0254	0.015	150	1001
186-1	58.7	0.0217	0.024	236	1573
186-2	97.928	0.0217	0.039	393	2624
186-3	11.773	0.0217	0.005	47	315
186-4	60.998	0.0217	0.025	245	1635
187-0	3.492	0.0243	0.001	13	84
187-2	6.558	0.0243	0.002	24	157
187-3	15.305	0.0243	0.005	55	366
207-1	69.345	0.0246	0.025	246	1639
207-3	74.858	0.0246	0.027	265	1769



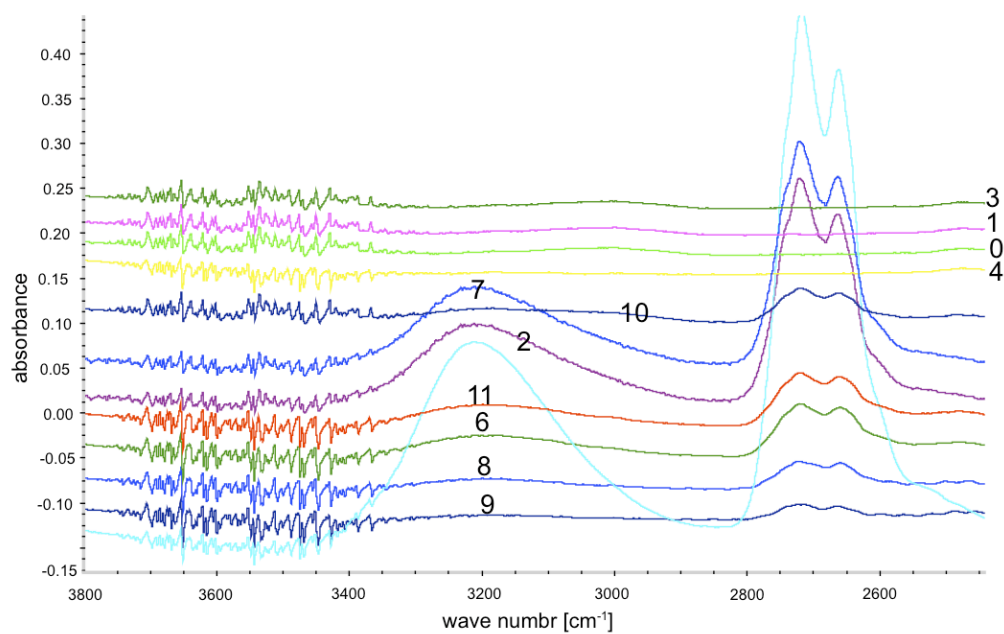
FTIR spectra 169 ATH



FTIR spectra 171 ATH



FTIR spectra 172 ATH



FTIR spectra 175 ATH

Starting Material

hydrothermal grown quartz single crystal from a alpine cleft in Switzerland (Kanton Uri, Planggenstock/ Aar Massiv)

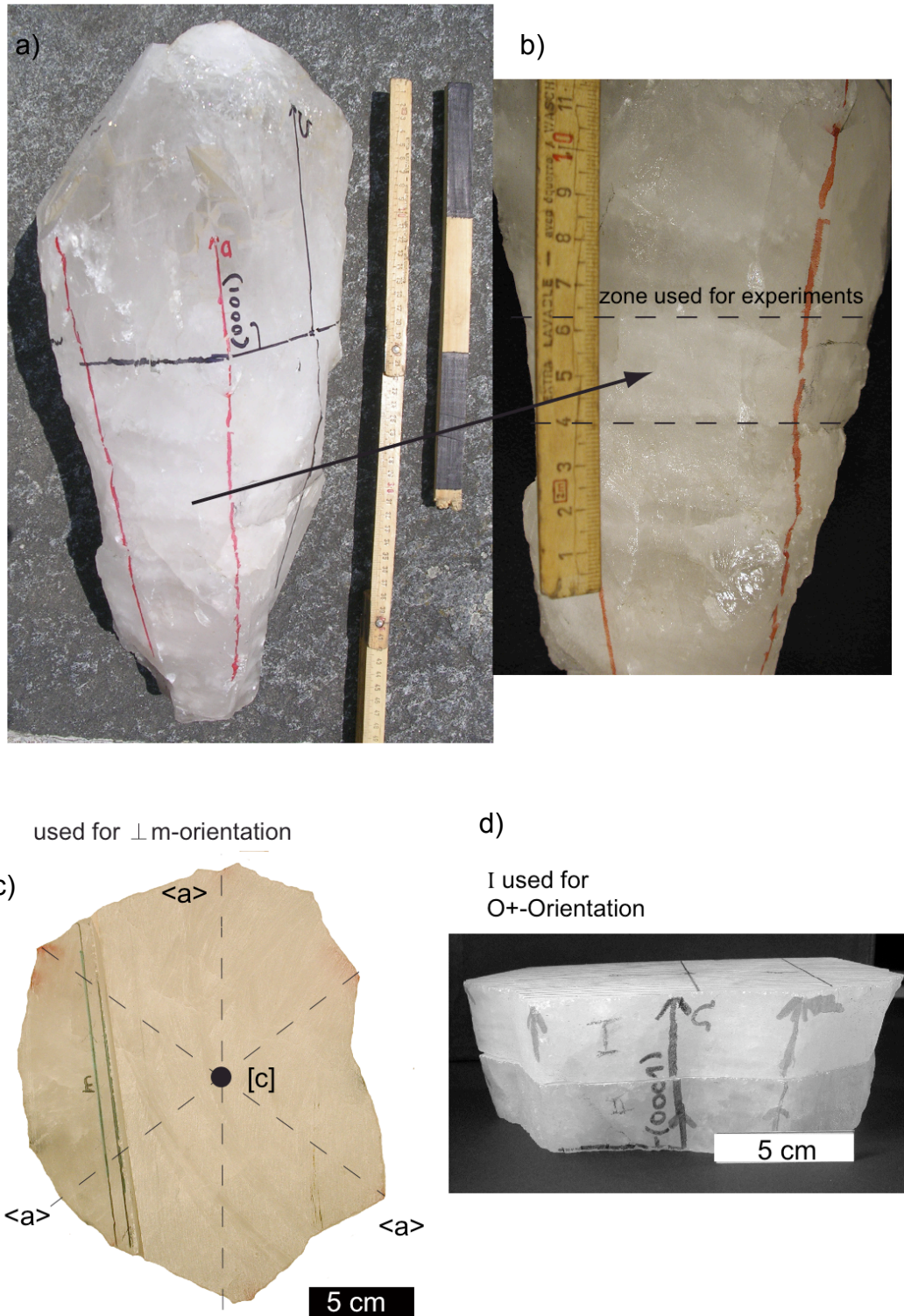


Figure C.1) a) whole crystal. b) Part used for all experiments (dashed lines). c) parte used for $\perp m$ -orientation. d) Upper Part named I is used for O^+ -orientation.

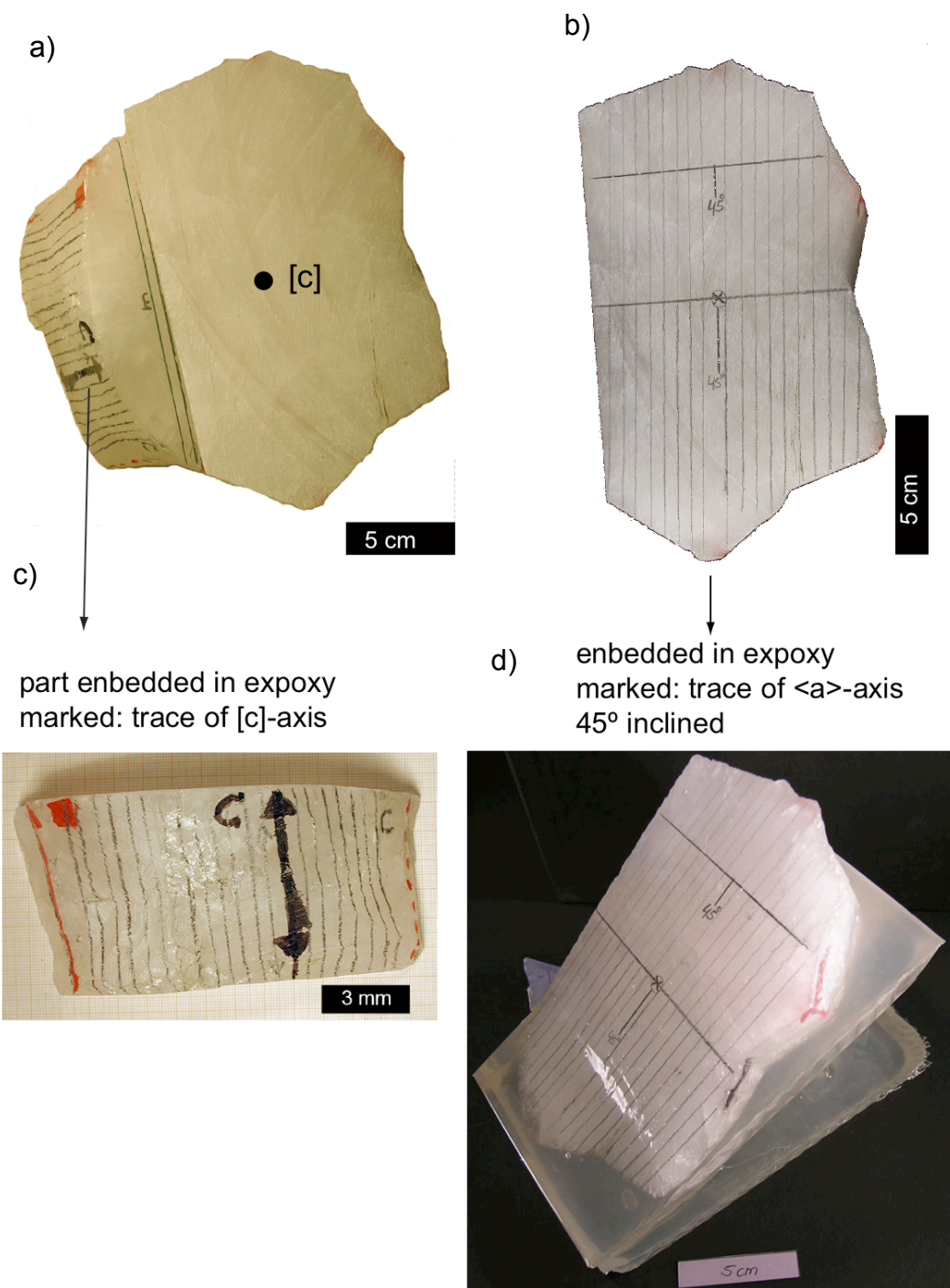


Figure C.2) a,c) Part used for $\perp m$ -orientation with marked $[c]$ -axis. b) Part used for O^+ -orientation in d) 45° inclined and embedded in epoxy.

Table D.1: Mechanical data from further literature.

Author	year	material	T [°C]	P _c [MPa]	strain rate [s ⁻¹]	Δσ [MPa]	notes
<i>Single crystals</i>							
Baëta & Ashbee	1970	syn.	900	A	3.2*10 ⁻⁵	~200	
Blacic & Christie	1984	syn.	500	200	6*10 ⁻⁶	~180	
		dry natural	900	1500	1*10 ⁻⁵	~2000	
Cordier & Doukhan	1989	syn.	700	800	4*10 ⁻⁶	>2464	
		syn.	700	800	4*10 ⁻⁶	>1821	drier one
Doukhan	1995	dry			1*10 ⁻⁵	>2000	
		wet			1*10 ⁻⁵	~200	
Doukhan & Trepied	1985	wet	~900	A	8*10 ⁻⁶	~200	
Griggs & Blacic	1964 1965	dry	900	1000-1500	1*10 ⁻⁵	~2000	
		wet	900	1000-1500	1*10 ⁻⁵	200-400	theory of hydrolytic weakening
Heard & Carter	1968	natural	900	800	7*10 ⁻⁶	940	O ⁺
Hobbs	1968	syn.	900	1500	1*10 ⁻⁶	600	
Kekulawala et al.	1978 and 1981	milky	800	300	1*10 ⁻⁵	~500	
		syn.	800	300	1*10 ⁻⁵	100 - 200	
Kronenberg et al.	1986	dry	800	1570	1*10 ⁻⁵	3250	
		wet	800	1480	1*10 ⁻⁵	970	

Author	year	material	T [°C]	Pc [MPa]	strain rate [s ⁻¹]	Δσ [MPa]	notes
Linker & Kirby	1981	syn. \perp m	807	A	2.46*10 ⁻⁵	140	creep exp.
		syn. O ⁺	804	A	9.09*10 ⁻⁵	140	
Mackwell and Paterson **	1985	natural (N2)	900	300	1*10 ⁻⁵	1000	hydrothermally treated
		syn. (W4)	900	300	1*10 ⁻⁵	1200-1500	
McLaren et al. **	1970	syn.	600	300	1*10 ⁻⁵	300	
Morrison-Smith et al. **	1976	syn.	900	300	1*10 ⁻⁵	~150	
Muto et al.	2011	syn.	900	1500	1*10 ⁻⁵	<50-<300	water 173 ppm-670 ppm, shear
Ord and Hobbs		natural	800	1640	1*10 ⁻⁵	1000	study with buffering
Vernooij et al.	2006	natural	800	1100	1*10 ⁻⁶	400	
<i>Polycrystals</i>							
Chernak et al.	2009	BHQ as-is	900	1500	1.44*10 ⁻⁵	485	study on dislocation creep and f_{H_2O}
		w. added	900	1500	1.44*10 ⁻⁵	195	
Den Brock & Spiers	1991	natural qtz's	800	1160	1.1*10 ⁻⁶	187	
Gleason & Tullis	1995	BHQ	900	1500	1*10 ^{-5.7}	90	
Heilbronner & Tullis	2002	BHQ	900	1500	1.5*10 ⁻⁶	180	shear exp.
Hirth & Tullis	1991	Orthoqtz's	1000	1500	1*10 ⁻⁶ , 1*10 ⁻⁵		

Koch et al.	1989	Simpson dry	900	1170	2*10 ⁻⁶	480	
		wet	900	1160	1.5*10 ⁻⁶	224	
Kroneberg & Tullis	1984	qtz's as is	900	1000	1.6*10 ⁻⁶	750	study on pressure dependence
		qtz's w. added	800	1220	1*10 ⁻⁶	180	
Luan & Pateson **	1992	syn aggr.	1000	300	3*10 ⁻⁵	1250	
Mainprice & Paterson	1984	quartzites	1000	300	1*10 ⁻⁵	~600	
Post & Tullis	1998	Heavitree	800	1500	1*10 ⁻⁶	250	vac. dried + 0.3wt%
Rutter & Brodie**	2004	syn. fine grained	1000	300	3.2*10 ⁻⁶	190	exp. on plastic flow
Stipp & Tullis	2003	BHQ	700 800	1500	~2*10 ⁻⁶	368 207	
Stipp et al.	2006	BHQ	900	1500	~2*10 ⁻⁶	~140	

BHQ – Blick Hills Quartzite, qtz's = quartzites, syn. – synthetic, A – atmospheric pressure, ** - Gas Rig, w = water, vac. = vacuum dried, exp. = experiments

EBDS – data

Table E.1 shows all samples on which EBSD measurements took place and gives some more information like lapping times, used step sizes and dimensions in μm .

sample	EBSD run Nr. atlas	step size	x [μm]	y [μm]	lapping time [min]
144 ATH	a 4	1.5	483	520.5	65
	c 2	2	402	692	
	d 5	2.5	592.5	1185	
	e 6	4	896	1648	
	f 3	1	270	496	
146 ATH	test 3 7	1.2	783	555	no information
157 ATH	1 1	2	411	388	30
	2 mosaic				
182 ATH	1 4	2	812	1006	40
	2 3	1	507	456	
	a 5	2	528	402	
184 ATH	a 5	1	555	528	
	test 1 6	2	750	584	
190 ATH	a 5	6	882	2436	40
	b 7	6	768	2112	
	c 6	4	896	2580	
192 ATH	a 14	4	580	1432	40
	b 5	6	888	2106	
	c 16	5	845	1430	
199 ATH	a 5	1	555	522	40
	b 6	1	553	505	
18-1					60
O+2					60
170 ATH					20
172 ATH					60
175 ATH					90
189 ATH					20

Output Rig 1

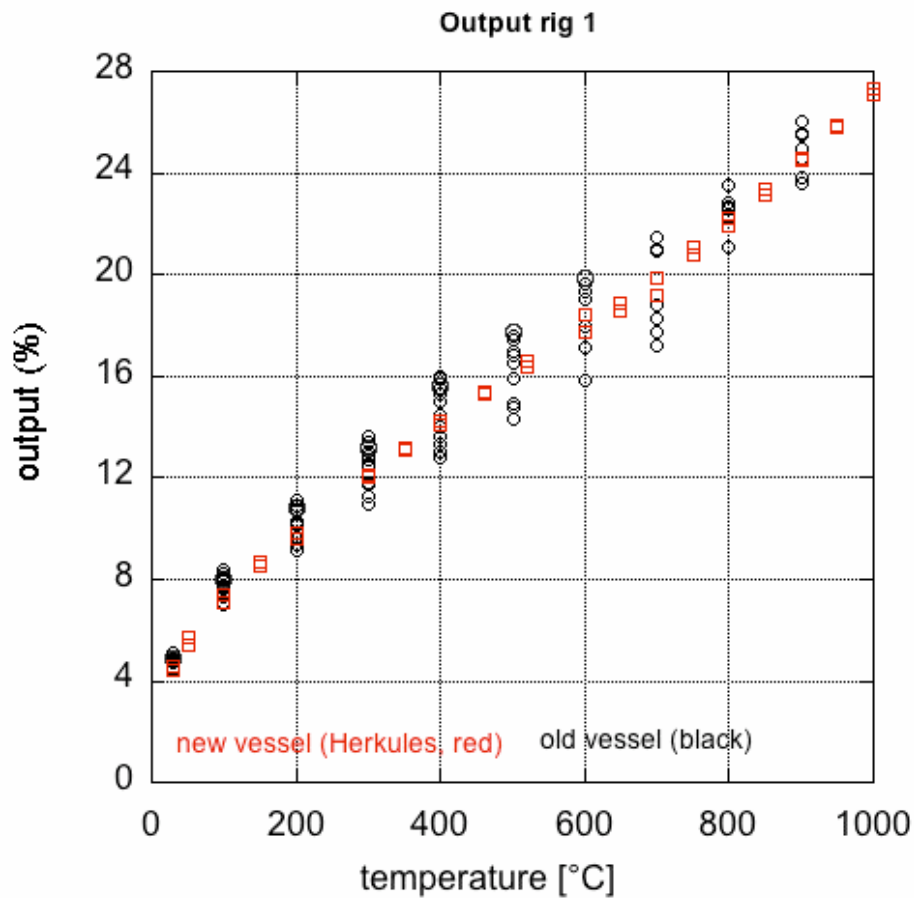


Figure: F1: Output data Rig 1, in black for the older pressure vessel top cooling and red the newer pressure vessel inside circulation cooling.

In experiments 144 ATH und 146ATH additional temperature measurements were made, using thermocouples wires at the base plate (144 ATH, fig. F.2a) and on top of the pressure vessel (146 ATH, fig.F.2b).

In experiment 157 ATH an additional thermocouple were placed nearly at the upper end of the sample – to get information about the temperature gradient (fig. F3).

Also Pec (2010, personal communication) did experiments like this and used all results including 157 ATH , to extrapolate the data to higher temperatures (data are unpublished, fig.F.4).

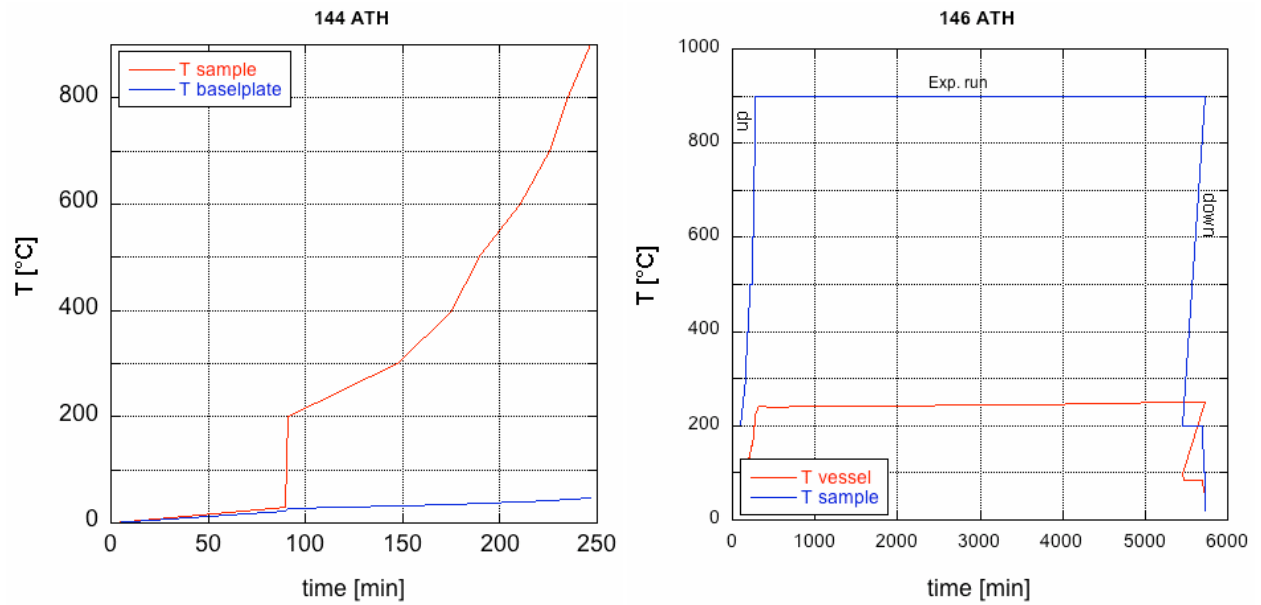


Figure F2: Temperature measurements, a) 144 ATH with additional thermocouple wires at the base plate (blue line) for comparison temperature sample (red line). b) 146 ATH with additional thermocouple wires on top of the pressure vessel (red line) for comparison temperature sample (blue line).

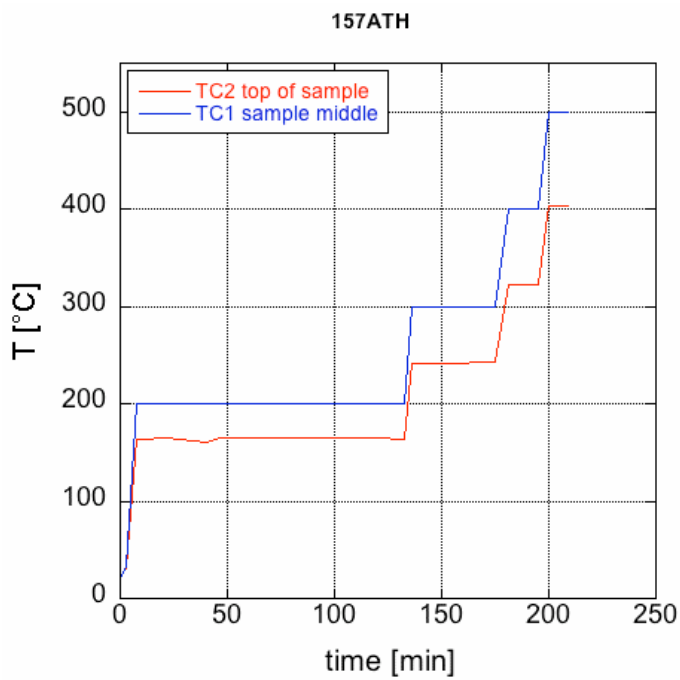


Figure F.3: Temperature measurements 157 ATH in the middle (blue line) and on top of the sample (red line).

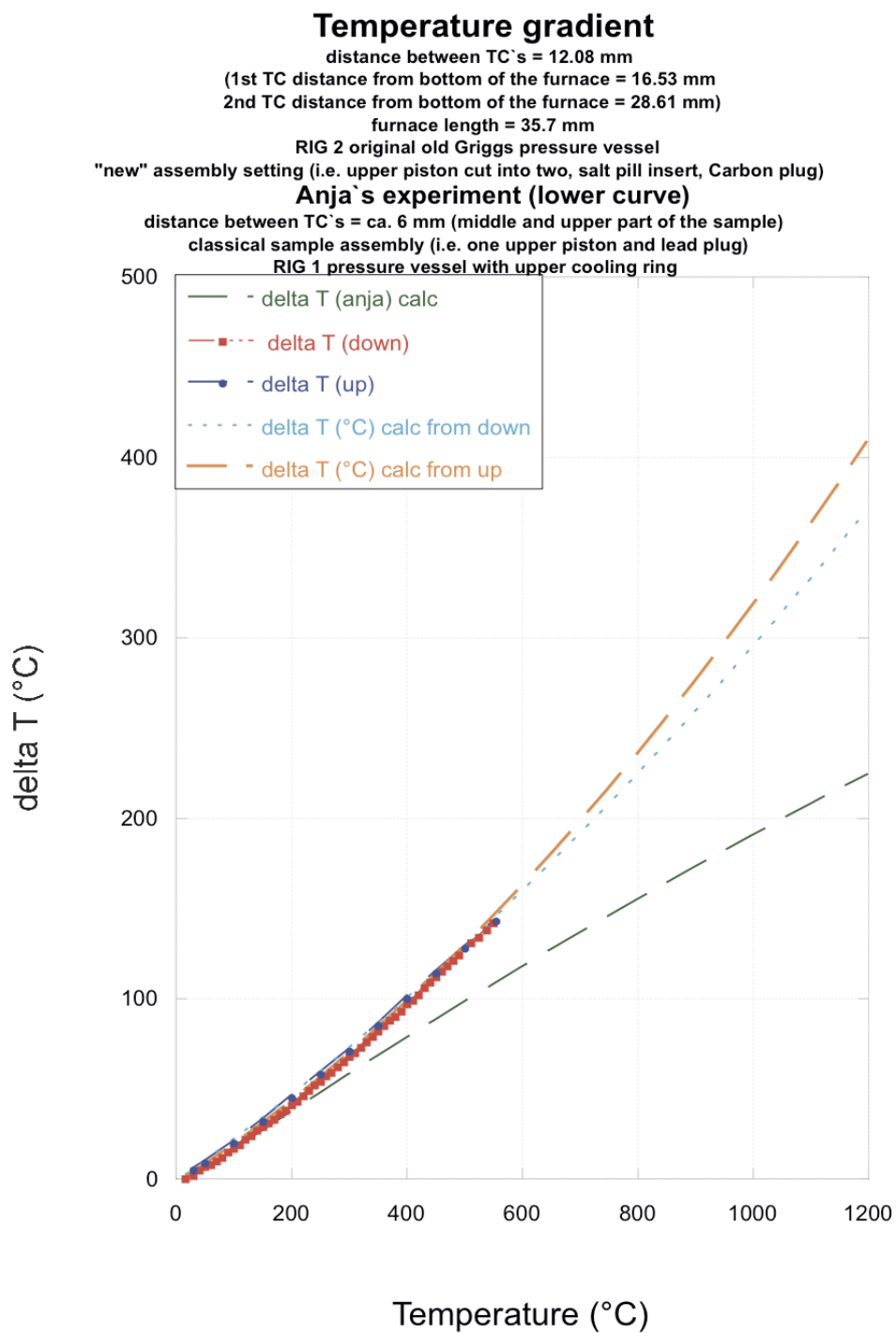


Figure F4: Temperature gradient from experiment performed by Pec (red, dark blue) and extrapolations of temperature gradient (Pec = light blue and orange, Thust = green).

S-Type Thermocouple (Pt + Pt/Rh (10%))

The thermocouple is built using mullite tubing, Pt and Pt/Rh (10%) wires and fireproof glue.

Two pieces of mullite are necessary to build the thermocouple; one small part of 7 mm and one longer part of 56 mm (see figure 1a). These two pieces have to fit exactly together in a 90° angle so the tubes must be cut with a 45° holder on the ismoet saw. Care should be taken as the mullite is very fragile. A piece of rubber can be used to support the mullite, which should be monitored closely during sawing and further supported by hand if necessary. After sawing the mullite tube should have a clean 45° bevel (see figure 1b).

CAUTION!!! It is important to make sure that the mullite tube is placed right, so that the holes for the wires are in a horizontal position.

The small mullite piece finally needs a groove through the holes (see figure 1c), so that later the wire ends can fit in. Making the groove use the pin chuck to hold it. Hold it carefully and only for 2 to 3 seconds at the isomet saw blade .

For the wires 0.25 mm Ø Pt and Pt/Rh wires are selected. One Pt and one Pt/Rh are cut to a length of around 200 mm and one end of each wire is welded together so that a small spherule builds. After welding the small pliers can be used to flatten the spherule. Go on by using the small diagonal pliers and cut the top of the flatted spherule (figure d) that it fits in the groove of the small mullite tube.

All the prepared components are then combined (figure e) starting with the wires in the small mullite tube and than the longer one. If this proves difficult small pliers can be used to hold the wires. Once all the pieces are incorporated, making sure the correct angle is maintained, the welded tip of the wires is completely in the groove of the small mullite piece. Finally the fireproof glue is used to first close the small gaps at the elbow and second at the tip closing the groove and make sure the wires are completely covered with glue.. The thermocouple is then placed in the oven for some time.

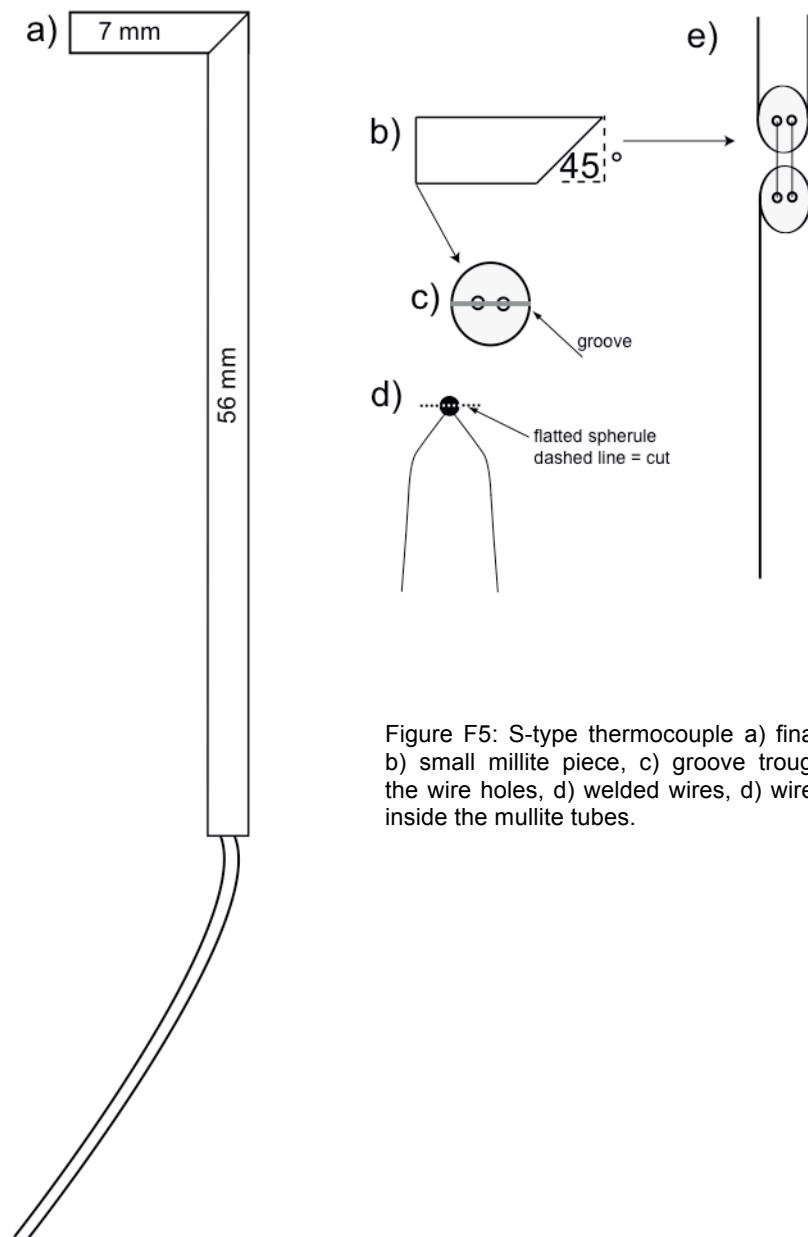


Figure F5: S-type thermocouple a) final, b) small millite piece, c) groove trough the wire holes, d) welded wires, d) wires inside the mullite tubes.

Conference presentations

- 04/2007 Thust, A., Leiss, B., Vollbrecht, A., Kleinhanns, I.C. (2007): Localized ductile deformation of meta-quartzites related to the emplacement of mini-laccoliths - an example from the Paleoproterozoic Västervik Formation (SE-Sweden). EGU2007, Vienna, Geophysical Research Abstracts, 08147. (Poster)
- 11/2007 Thust, A., Heilbronner, R., Stuenitz, H., 2007: Experimental Deformation on natural quartz single crystals. 5th Swiss Geoscience Meeting 2007, Geneva, Switzerland, 2007, Abstract. (Poster)
- 11/2008 Thust, A., Tarantola, A., Heilbronner, R., Stuenitz, H., 2008. The availability of H₂O for deformation in natural quartz single crystal experiments. 6th Swiss Geoscience Meeting, Lugano, Switzerland 2008, Abstract. (Poster)
- 04/2009 Thust, A., Tarantola, A., Heilbronner, R., Stuenitz, H., 2009. Fluid inclusions and microstructures in experimentally deformed quartz single crystals. EGU 2009, Vienna, Geophysical Research Abstracts. (Poster)
- 09/2009 Thust, A., Stuenitz, H., Heilbronner, R., 2009. Microstructures and c-axis misorientation in experimentally deformed milky quartz single crystals DRT, Liverpool 2009, Abstract. (Poster)
- 11/2009 Thust, A., Heilbronner, R., Stuenitz, H., Tarantola, A., Behrens, H., 2009. Interaction of H₂O rich fluid inclusions and natural quartz crystals in deformation experiments. 7th Swiss Geosciences Meeting, Neuchatel, Switzerland 2009, Abstract. (Vortrag)
- 01/2010 Thust, A., Heilbronner, R., Stuenitz H., Tarantola, A., Behrens, H., 2010. Quartz deformation and the influence of H₂O rich fluid inclusions. Nordic winter meeting, Oslo 2010, ID1-03, Abstract. (Vortrag)
Thust, A., Heilbronner R., Stuenitz, H., 2010. Microstructures in an experimentally deformed quartz single crystal. Nordic winter meeting, Oslo 2010. ID2-03P, Abstract. (Poster)

- 05/2010 Thust, A., Heilbronner, R., Stuenitz, H., Tarantola, A., Behrens, H., 2010. Influence of H₂O Rich Fluid Inclusions on Quartz deformation. EGU2010, Vienna, Geophysical Research Abstracts, 14123. (Vortrag)
Thust, A., Heilbronner, R., Stuenitz, H., 2010. Microstructures and Crystallographic Misorientation in Experimentally Deformed Natural Quartz Single Crystals. EGU2010, Vienna, Geophysical Research Abstracts, 13100. (Poster)
- 10/2010 Thust, A., Heilbronner, R., Stuenitz, H., 2010. Dislocation glide in experimentally deformed natural quartz single crystals. 8th Swiss Geosciences Meeting, Fribourg, Switzerland, 2010, Abstract. (Poster)
- 12/2011 Thust, A., Kilian, R., Heilbronner, R., Stuenitz, H., Kronenberg, A., Holyoke C., 2011. Water in quartz? – A comparison of naturally and experimentally deformed crystals. AGU 2011, San Francisco, USA, T13A-2339 (Poster)

TEM

Table H.1: Table of samples used for TEM.

sample	university	experimental conditions
18-1	Texas A&M	starting material
18-2	Texas A&M	starting material
18-3	Texas A&M	starting material
18-4	Texas A&M	starting material
143 ATH	Texas A&M	pressurized 900°C/1500 MPa
144 ATH	Canberra	deformed at 900°C/1000MPa
146 ATH	Texas A&M and Canberra	deformed at 900°C/1000MPa
152 ATH	Texas A&M	deformed at 900°C/1000MPa
182 ATH	Canberra	deformed at 900°C/1500MPa
199 ATH	Canberra	deformed and annealed at 900°C/1000MPa
203 ATH	Canberra	deformed at 900°C/1000MPa