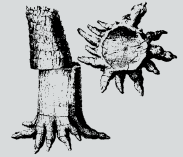


Mikrostrukturuntersuchungen mit Rückstreuielektronen an versteinerten Hölzern aus dem Perm von Chemnitz



Dagmar Dietrich, Thomas Lampke & Ronny Rößler, Chemnitz

Kurzfassung

Die Mikrostruktur von Chemnitzer versteinerten Hölzern (*Dadoxylon* sp., *Psaronius* sp., *Medullosa stellata*) wurde mittels Rückstreuielektronen im Rasterelektronenmikroskop untersucht. Material- und Orientierungscontrast geben einen Eindruck von der räumlichen Verteilung und der Kristallinität der im Permineralisationsprozess ausgebildeten Phasen in Beziehung zum ursprünglichen Pflanzengewebe. Mittels Rückstreuielektronenbeugung wurden Korngröße und Orientierung der kristallinen Phasen in ihrer räumlichen Verteilung dargestellt. Als gemeinsames Merkmal der Permineralisation aller drei untersuchten Pflanzenarten sind Tracheidenwände und Festigungsgewebe durch mikrokristallinen Quarz ersetzt worden, während die Lumina der Tracheiden durch die Füllung mit kryptokristallinem Quarz oder Flussspat erhalten blieben. In *Dadoxylon* sp. als prominentem Vertreter des Chemnitzer Versteinerten Waldes für Erhaltung in Quarz und Flussspat wurden in einem Teil der Lumina der Tracheiden relativ große Flussspat-Kristallite nachgewiesen. In *Psaronius* sp. wurden außerdem Eisenoxid-Agglomerate mit framboidaler Textur gefunden, deren Entstehung wahrscheinlich vor der Verkieselung liegt. Im Plattenring von *Medullosa stellata* widerspiegelt das Wachstum des hier sehr feinkörnigen geschichteten mikrokristallinen α -Quarzes sogar den ursprünglichen Aufbau der sekundären Zellwände.

Abstract

Samples of different three-dimensionally preserved fossil plants (*Dadoxylon* sp., *Psaronius* sp., *Medullosa stellata*) from the Lower Permian Petrified Forest of Chemnitz were examined with regard to their microstructure by means of backscattered electrons. Scanning electron microscopic images on cross-sections give an impression of the distribution and crystallinity of the permineralisation phases related to the former plant tissue. Electron backscatter diffraction was used as a powerful tool for studying the spatial distribution of the grain size and orientation of the crystalline phases. A common feature is the microcrystalline α -quartz in both the former tracheid walls and sclerenchyma as well as the cryptocrystalline fillings of the tracheid lumens. In *Dadoxylon* sp. as a prominent example for parallel permineralisation by α -quartz and fluorspar, outstanding for the Chemnitz Petrified Forest, the tracheids are filled partly by larger fluorspar crystals. In *Psaronius* sp., additionally iron oxide agglomerates of framboidal texture which seem to have their origin before silification, were found. The crystal growth with several layers of very fine-grained microcrystalline α -quartz reflects the anatomy of the secondary cell walls of the outer wood of *Medullosa stellata*.

Einleitung

Um den Abläufen bei der Permineralisation im Detail auf die Spur zu kommen, wurden schon seit einigen Jahren mehrere uns zur Verfügung stehenden Methoden der Festkörperanalytik angewandt, um die Mikrostruktur der Chemnitzer Kieselhölzer so genau wie möglich zu charakterisieren. Neben lichtmikroskopischen Untersuchungen an Dünnschliffpräparaten erfolgte frühzeitig die Bestimmung des Mineralbestands mit den Hauptbestandteilen Quarz, Flussspat und Kaolinit mittels

Anschrift der Autoren

Dr. Dagmar Dietrich, Prof. Dr.-Ing. habil. Thomas Lampke, Technische Universität Chemnitz, Institut für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnik, Professur Oberflächentechnik/Funktionswerkstoffe, 09107 Chemnitz
PD Dr. Ronny Rößler, Museum für Naturkunde, Moritzstraße 20, 09111 Chemnitz

Röntgenbeugung, die erst kürzlich wieder durch umfangreiche Vergleichsanalysen bestätigt wurde (MATYSOVÁ et al. 2008, 2010). Als Nebenergebnis bei holzanatomischen Untersuchungen im Rasterelektronenmikroskop (REM) wurden die Mineralphasen auch durch Morphologie bzw. Habitus erkannt, an Chemnitzer Gymnospermenhölzern beispielsweise erstmals durch DIETRICH & URBAN (1992). Elementaranalysen mittels energiedispersiver Röntgenspektrometrie (EDX) begleiteten in aller Regel solche REM-Untersuchungen und ermöglichten zusammen mit Untersuchungen im Röntgenfluoreszenzmikroskop die Lokalisierung verschiedener Eisenoxide (Magnetit Fe_3O_4 , Hämatit Fe_2O_3) in den Luftwurzeln von *Psaronius* sp. sowie von Baryt, Celestit und Calcit in später entstandenen Klüften der untersuchten Proben (DIETRICH et al. 2000). Mittels Raman-Spektroskopie konnten die Hinweise zu einem weiteren SiO_2 -Polymorph (Moganit) und den verschiedenen Oxidationsstufen des Eisens bestätigt werden (DIETRICH et al. 2001). Durch vergleichende thermogravimetrische Analysen (TGA) an Proben verschiedener Inkohlungsstufen konnte nachgewiesen werden, dass die winzigen noch vorhandenen Kohlenstoffreste in *Psaronius* sp. die höchste Stufe - Anthrazit - erreicht haben (NESTLER et al. 2003). Aus diesen Ergebnissen und umfangreichen Kathodolumineszenzmessungen, die auch Hinweise zur hydrothermalen Überprägungen der bereits vorhandenen Verkieselungen erbrachten (GÖTZE & RÖSSLER 2000; WITKE et al. 2004), ergab sich dann folgendes Bild: Der Permineralisationsvorgang muss als mehrphasiger Prozess angesehen werden, der mit dem Eindringen kieseläurehaltiger Fluida beginnt. Danach infiltrieren flusspathaltige Fluida Brüche und noch offene Tracheiden im zerfallenden und durch amorphe Kieselerde teilkonservierten Holz. Stimuliert auch durch hydrothermale Prozesse kristallisiert die Kieselerde in der Folge unter Bildung verschiedener Polymorphe (\square -Quarz, Chalzedon, Moganit). Besonders typisch für die verkieselten Anteile der Chemnitzer Hölzer erwies sich dabei ein gelber Anteil der Kathodolumineszenz (WITKE et al. 2004, MATYSOVÁ et al. 2010). In nachfolgenden Stufen entstehen vor allem in Klüften sekundäre Minerale (Calcit, Baryt, Celestit). Auch die Eisenoxide (z.B. in den Luftwurzeln) wurden bisher einfach als sekundäre Mineralisationen betrachtet. Der ursprüngliche Holzkörper wurde so im Laufe der Zeit durch mineralische Substanzen ersetzt, wobei die zuerst zerfallenden Zelluloseanteile Einfluss auf den pH-Wert des Prozesses nehmen, während vom Lignin in manchen Proben nach 290 Millionen Jahren noch immer nanoskopischer Anthrazit übrig blieb.

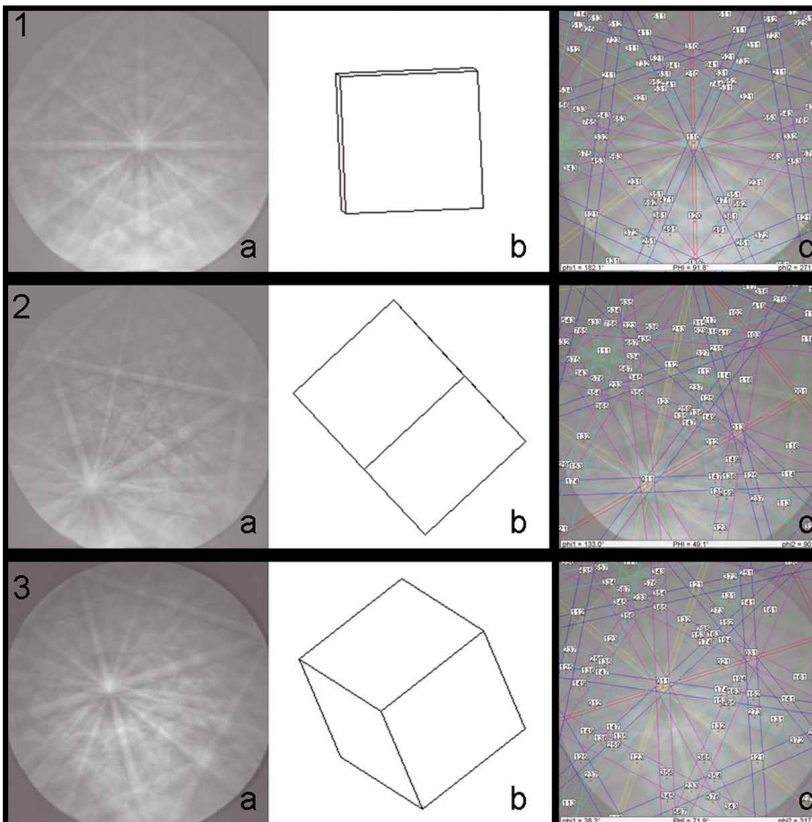


Abb. 1.1-3 a-c
Rückstreubeugungsbild,
zugehörige Kristalllage und
Indizierung – CaF_2 .

Hilfreich zur weiteren Aufklärung dieses Mehrstufenprozesses ist es, wenn nicht nur die entstandenen Minerale, sondern auch deren Kristallinität sowie Größe und die Orientierung der einzelnen Kristallite in ihrer lokalen Verteilung bekannt sind. Zu einem wichtigen Werkzeug hat sich dafür seit einigen Jahren auch in den Geowissenschaften die Untersuchung mittels Rückstreuerelektronenbeugung (englisch: electron backscatter diffraction - EBSD) entwickelt (PRIOR et al. 2009). Nachdem die erste veröffentlichte Untersuchung auf diesem Gebiet an Quarzit erfolgt war (KUNZE et al. 1994), konzentrierten sich weitere Studien in den letzten Jahren zunächst auf Kalzite, Olivine und Granate, und erst in letzter Zeit wurden weitere Untersuchungen an Quarzen veröffentlicht (z.B. ABALOS et al. 2011, Lee).

Für EBSD-Untersuchungen wird die Probe mittels eines Elektronenstrahls im REM abgerastert. Dieser Strahl erzeugt einerseits Sekundärelektronen und Röntgenstrahlung, andererseits wird aber ein Teil der auftreffenden Elektronen ohne Energieverlust reflektiert. Diese Rückstreuerelektronen können insbesondere zur Abbildung von Phasen unterschiedlicher Zusammensetzung dienen, weil die Zahl der reflektierten Elektronen von der Atommasse oder mittleren molaren Masse der Phase abhängt - schwere Elemente reflektieren mehr Elektronen als leichte. Man spricht vom Materialkontrastmodus. Bei kristalliner Ordnung der Phase erhält man außerdem einen Orientierungskontrast, da die Kristallflächen je nach Orientierung unterschiedlich dicht mit Atomen besetzt sind. Werden die Elektronen von einem Kristall mit guter Ordnung zurückgestreut, dann erfolgt außerdem eine Beugung der reflektierten Elektronen. Rastert man also die Probe mit dem Elektronenstrahl punktwise ab, entsteht an jedem Punkt ein Beugungsmuster, das mittels Phosphorschirm und CCD-Kamera aufgenommen und im Computer weiterverarbeitet wird. Voraussetzung für ausreichend gute Beugungsbilder ist die sorgfältige Präparation der Probe. Das gelingt an geologischen Proben zumeist durch vielstündiges Vibrationspolieren, wodurch ausreichend saubere, ebene und verformungsfreie Oberflächen erzielt werden. Dann erhält man z.B. von einem Gymnospermenholz vom Typ *Dadoxylon* sp. in Quarz- und Flussspat-Erhaltung Beugungsbilder dieser Minerale, wie sie beispielhaft in den Abb. 1 und 2 gezeigt werden. Eine gelungene Indizierung (jeweils rechts im Bild) ermöglicht nicht nur die Erkennung der Mineralphasen anhand ihrer Symmetrie; gleichzeitig erhält man auch Auskunft über die Orientierung des beugenden Kristallits in Bezug auf die Probenoberfläche (Abb. 1-3 b).

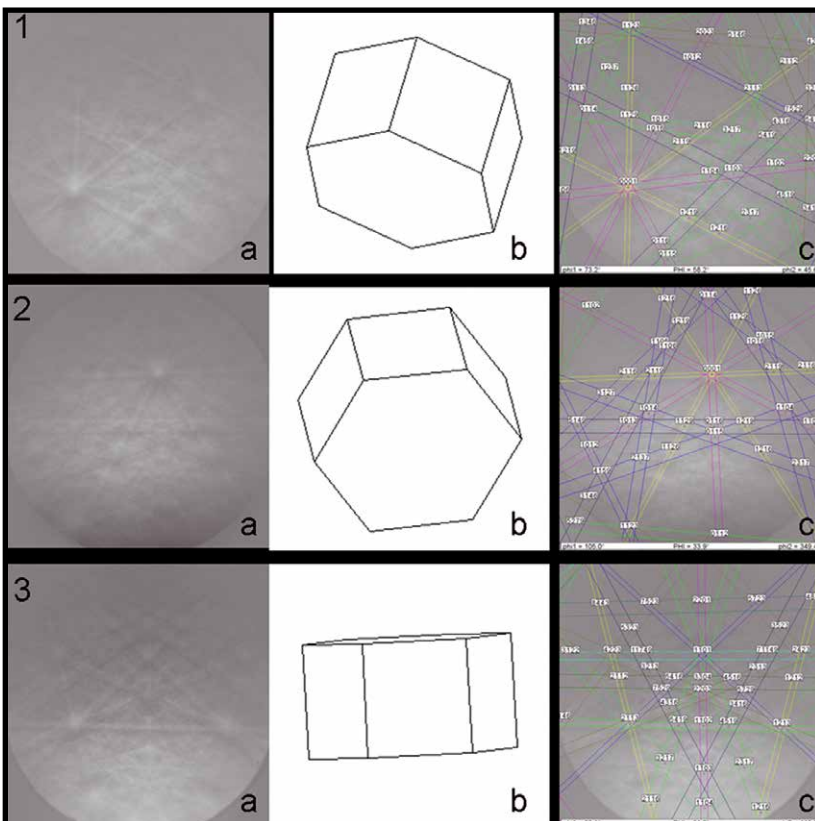


Abb. 2.1-3 a-c
Rückstreuerebeugungsbild,
zugehörige Kristalllag und
Indizierung – □-Quarz.

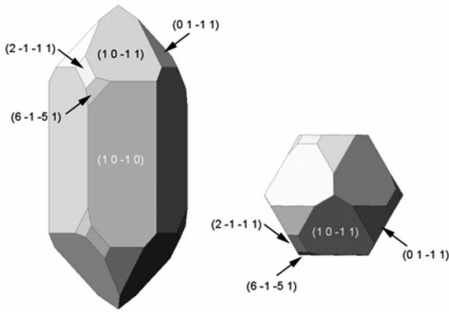


Abb. 3 □-Quarz (Linksquarz), Blick entlang der □-Achse (links) und der c-Achse (rechts) nach BUBENIK.

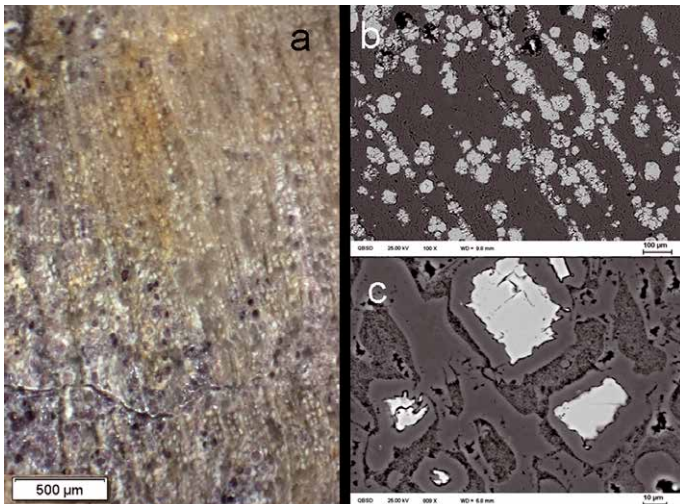
Chalzedon und Moganit unterscheiden sich vom □-Quarz (Tiefquarz) (Abb. 3) durch eine sehr große Dichte an Gitterdefekten und eine dichte Abfolge von Brasilianer Zwillingen; Moganit ist der Chalzedon mit regelmäßiger und dichtester Abfolge. Die Unterscheidung dieser strukturellen Details gelang durch die Untersuchung im Transmissionselektronenmikroskop mittels Beugung und Hochauflösungsabbildung (HEANEY et al. 1994, WAHL et al. 2002) und ist durch EBSD-Messungen nicht zu leisten. In diesem Zusammenhang sei darauf hingewiesen, dass in dieser Arbeit von

kryptokristallinem Quarz gesprochen wird, wenn infolge der hohen Defektdichte Beugungsbilder mit sehr geringer Bildqualität aufgenommen werden, so dass deren Indizierung nicht sicher ist. Dabei wird es sich dann mit hoher Wahrscheinlichkeit um Mikro-Quarz, Chalzedon oder Moganit handeln. Lassen die Beugungsbilder eine sichere Indizierung zu, dann wird von mikrokristallinem □-Quarz gesprochen.

Die Beugung der elastisch rückgestreuten Elektronen am Kristallgitter eignet sich somit zur Mikrostrukturcharakterisierung im Rasterelektronenmikroskop, d. h. zu lokalen Aussagen über die Struktur der Probe. Bei guter Kristallinität und ausreichend kleiner Schrittweite des abtastenden Elektronenstrahls (die untere Grenze liegt bei $0,02 \mu\text{m}$) erhält man auch die Größe der Kristallite in den einzelnen Phasen auf dem untersuchten Probenquerschnitt. Die im Folgenden vorgestellten Ergebnisse wurden aus Gründen der Messzeitoptimierung mit Schrittweiten zwischen $0,5 \mu\text{m}$ und $3 \mu\text{m}$ durchgeführt, was bei Messflächen von $800 \mu\text{m} \times 1000 \mu\text{m}$ zu Messzeiten von einigen Stunden führte.

Dadoxylon sp.

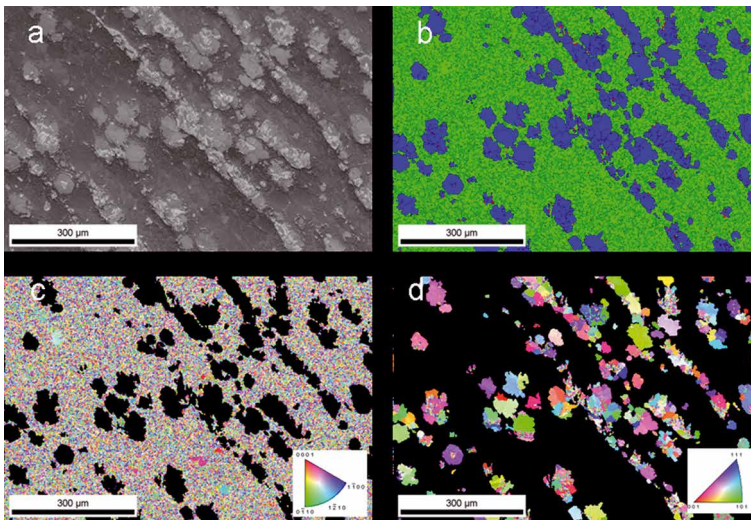
Bei der untersuchten Probe eines *Dadoxylon* sp. erkennt man bereits im Stereomikroskop am Querschnitt (Abb. 4a) Flussspat an der violetten Färbung. Er hat einen Teil der Tracheidenlumina ausgefüllt. Im REM sieht man im Materialkontrast (Abb. 4b, c) die mit Calciumfluorid gefüllten Tracheiden heller als die Siliziumdioxid-Matrix, weil die mittlere molare Masse im Calciumfluorid 26 beträgt und damit größer ist als im Siliziumdioxid (20); CaF_2 streut mehr Elektronen zurück als SiO_2 . In der Detailaufnahme einiger Tracheiden (Abb. 4c) ist gut erkennbar, dass Bereiche zwischen den Tracheidenwänden während der Präparation teilweise auspoliert wurden, was mit der hohen Defektdichte dort (höhere Löslichkeit) verbunden mit einer etwas geringeren Härte im Vergleich zum Permineral in den Tracheidenwänden erklärbar ist.



Die folgenden Abbildungen (Abb. 5 und 6) entsprechen einem Ausschnitt von Abb. 4b und sind berechnete Kartografien, die aus dem Datensatz aller aufgenommenen und ausgewerteten EBSD-Beugungsmuster erzeugt wurden. Abb. 5a ist eine Beugungsbild-Qualitäts-Karte, deren Grauwerte aus der Erkennbarkeit der Beugungsbilder berechnet wurden: d.h. helle Bildbereiche zeigen eine gute kristalline Ordnung in der Probe an und dunklere Bildbereiche eine geringe kristalline Ordnung bis hin zu schwarzen Bereichen ohne kristalline Ord-

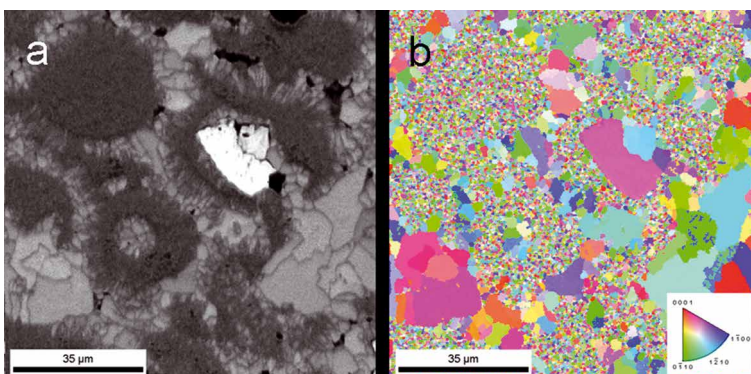
Abb. 4

Tracheiden von *Dadoxylon* sp. in Quarz- und CaF_2 -Erhaltung. a) Stereomikroskop, b) und c) Rückstreuelektronenkontrast.

**Abb. 5**

EBSD-Maps an *Dadoxylon* sp.
 a) Beugungsbild-Qualitäts-Karte.
 b) Phasen-Karte (grün - Quarz, blau - Fluorapat) und Großwinkel-kongrenzen.
 c) Orientierungskarte α -Quarz.
 d) Orientierungskarte Calcium-fluorid.

nung (z. B. auf Korngrenzen zwischen einzelnen Kristalliten). Abb. 5b zeigt die Phasenkarte, in der grün die als Quarz identifizierte Bereiche und blau die als Fluorapatit identifizierte Bereiche dargestellt wurden. In diese Karte wurden auch Korngrenzen zwischen den Kristalliten eingezeichnet. Es ist bereits erkennbar, dass CaF_2 recht große Kristallite ausgebildet hat, die häufig den gesamten Querschnitt der Tracheiden ausfüllen. Dagegen sind die Quarzkristallite zumeist sehr fein. Abb. 5d zeigt die Orientierung der Fluorapatitkristalle durch Farben an, deren Farbgebung im Einheitsdreieck der inversen Polfigur angegeben wird: Rot bedeutet, dass der Würfel der Einheitszelle auf einer Fläche liegt; grün bedeutet, dass dieser Würfel auf der Kante steht und blau auf der Spitze. Die farbliche Zuordnung in Abb. 5c, der Orientierungskarte der Quarzkristalle, ist aufgrund der hexagonalen Struktur des Quarzes etwas anders. Hier bedeutet rot, dass das sechsseitige Prisma auf seiner Basisfläche steht, blau und grün auf einer seiner Seitenflächen und türkis auf einer seitlichen Kante. Offenbar überwiegt kryptokristalliner Quarz in der Permineralisation und nur in Ausnahmefällen haben sich innerhalb der Tracheiden größere α -Quarz-Kristalle ausgebildet. Dagegen hat der Fluorapatit größere Kristallite gebildet, die den Tracheidenquerschnitt fallweise vollständig ausgefüllt haben. Um Unterschiede der Quarzdiagenese in den Tracheidenlumina und den Tracheidenwänden zu sehen, ist die Verringerung der Schrittweite erforderlich. Eine solche Detailuntersuchung (Abb. 6a und b) zeigt auf engstem Raum drei verschiedene Füllungsvarianten der Tracheiden: „grobkristallinen Fluorapatit“ - Bildmitte oben rechts, kryptokristallinen Quarz - oben rechts und links, und mikrokristallinen α -Quarz umgeben von einem kryptokristallinen Quarzsaum - Bildmitte unten links. Die Tracheidenwände dagegen bestehen zumeist aus mikrokristallinem α -Quarz. Dieses Bild passt zum Befund von WITKE (2004), dass die SiO_2 -Permineralisation der Tracheidenwände und der Tracheidenhohlräume in mehr als einer Phase abgelaufen sind. Das in der gleichen Arbeit beschriebene diagenetische Wachstum von Quarzkristallen könnte auch den tetraedrischen Eindruck in einer CaF_2 -Fläche (Abb. 5d) hinterlassen haben.

**Abb. 6**

EBSD-Maps an *Dadoxylon* sp.
 a) Beugungsbild-Qualitäts-Karte.
 b) Orientierungskarte α -Quarz und Calciumfluorid.

Psaronius sp.

Der Querschnitt aus dem Luftwurzelmantel eines *Psaronius* sp. zeigt im Stereomikroskop viele sehr gut erhaltene Gewebedetails (Abb. 7). Ein sternförmiges innen liegendes Leitbündel besteht aus dem zentralen Xylem, zuständig für die Wasser- und Nährstoffleitung, und bildet zusammen mit dem umgebenden Phloem, zuständig für den Transport der Assimilate die für diese Pflanzen typische Aktinostele. Auffällig durch die dunkle Färbung der verdickten Zellwände sind die als Stützgewebe dienenden Ringe aus kleinvolumigen dickwandigen Sklerenchymzellen. Insbesondere das in die Zellwände eingelagerte Lignin ist sehr widerstandsfähig und noch heute als geringfügiger Anteil von Anthrazit im sonst vollständig silifizierten Gewebe nachweisbar (NESTLER 2003). Zwischen diesen Ringen sowie zwischen Sklerenchymring und Aktinostele befindet sich unterschiedlich spezialisiertes Grundgewebe (Parenchym) aus großvolumigen Zellen. Im Xylemstern sind rotbraune Agglomerate auffällig. Dabei handelt es sich um Eisenoxid-Agglomerate, was durch EDX-Analysen

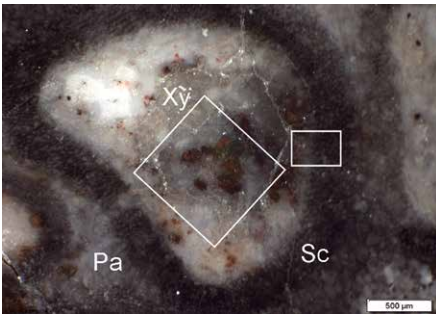


Abb. 7 Lichtmikroskopische Aufnahme eines *Psaronius* sp.: Aktinostele mit Xylem (Xy), Parenchym (Pa) und Sklerenchym (Sc) im Luftwurzelmantel; die Markierungen zeigen die Messbereiche in Abb. 8, 9 und 12.

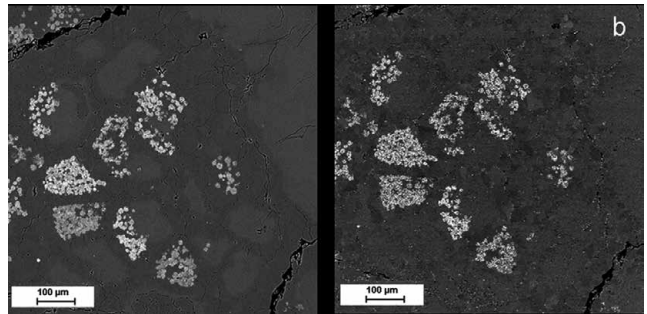
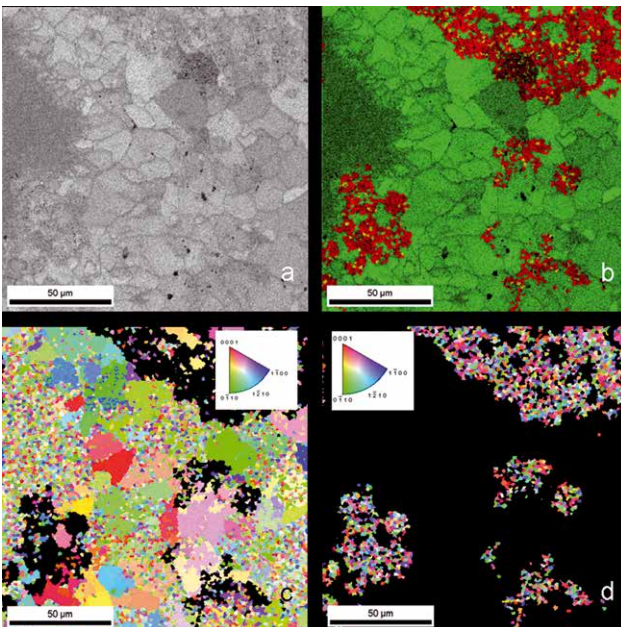


Abb. 8 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der sternförmigen Aktinostele,
a) Rückstreuelektronen - Schwerpunkt Materialkontrast
b) Rückstreuelektronen - Schwerpunkt Orientierungskontrast



bestätigt wird.

Im Rückstreuelektronenkontrast (Abb. 8a, b) erscheinen Eisenoxidagglomerate sehr hell (molare Masse: 32-33). Besonders interessant sind die unterschiedlichen Details in dieser Rückstreuelektronenabbildung, die durch Variation des Detektorabstands und der Dicke der Kohlenstoffbeschichtung, die zur Vermeidung von Aufladungen aufgebracht wurde, sichtbar werden. In Abb. 8a liegt der Schwerpunkt auf dem Materialkontrast, während in Abb. 8b auch der Orientierungskontrast sichtbar wird. Abgesehen von den sehr hellen Eisenoxid-Agglomeraten sind im Materialkontrast die relativ dicken Zellwände

Abb. 9 EBSD-Maps an *Psaronius* sp., Zentrum des Xylembündels.
Beugungsbild-Qualitäts-Karte.
Beugungsbild-Qualitäts-Karte mit den Phasen Hämatit (rot), Magnetit (gelb) und Quarz (grün).
Orientierungskarte a-Quarz.
Orientierungskarte Hämatit.

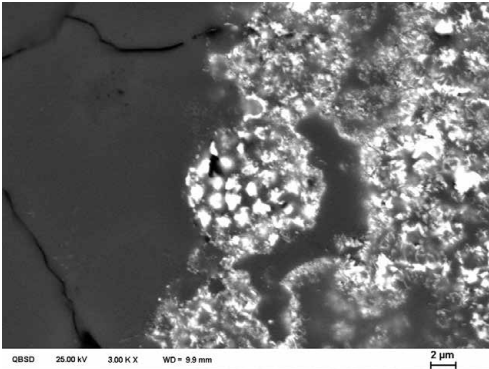


Abb. 10 Detail zu Abb. 8.

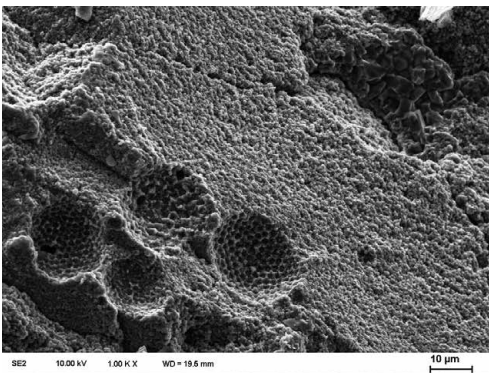
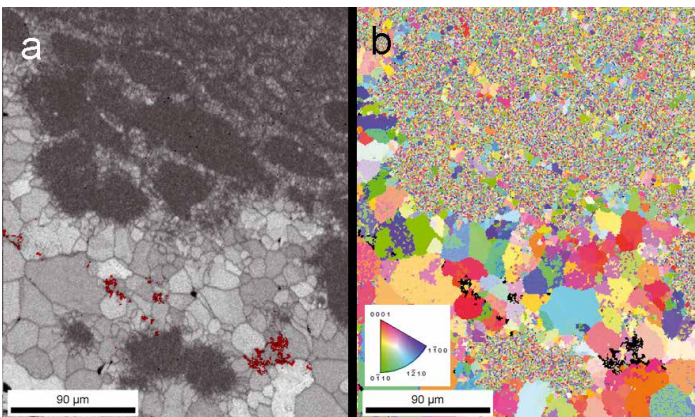


Abb. 11 Bruchfläche eines *Dadoxylon* sp.

μm Durchmesser werden Framboide genannt. Auch wenn mit dem zuerst von Rust (1935) benutzten Begriff vor allem Pyrit verbunden war, können auch Eisenoxide wie Hämatit und Magnetit Framboide bilden. Auch eine spätere Oxidation primärer Pyrit-Framboide ist nicht auszuschließen. Die rasterelektronenmikroskopische Detailaufnahme (Abb. 10) entspricht der Definition für Framboide weitestgehend. An dieser Stelle soll als Einschub die REM-Abbildung einer Bruchfläche einer Chemnitzer Holzversteinung (in diesem Fall *Dadoxylon* sp.) gezeigt werden (Abb. 11), auf der Abdrücke erhalten blieben, die von solchen Framboiden stammen könnten - leider ist die Gegenseite für eine Analyse nicht vorhanden. Nicht nur die Tracheiden im Xylembündel, auch Zelllumina in der Nähe des Festigungsgewebes (Phloem?) sind durch



kryptokristallinen Quarz ersetzt (Abb. 12). Dagegen findet sich überall im Festigungsgewebe mikrokristalliner Quarz (rechts oben im Bild), der die verdickten Zellwände erhalten hat und durch die anatomischen Details in diesem Bereich besonders kleine Kristallite gebildet hat.

Abb. 12 EBSD-Maps an *Psaronius* sp., Übergang Aktinostele zum Sclerenchym
a) Beugungsbild-Qualitätskarte mit Eisenoxiden (rot).
b) Orientierungskarte a-Quarz.

der Tracheiden zu erkennen, die etwas dunkler erscheinen als das ursprüngliche Zelllumen. Die von der gleichen Probenstelle stammende Abb. 8b zeigt in diesen Bereichen den überlagerten Orientierungscontrast, aus dem man auf kristallinen Quarz schließen können sollte. Die ursprünglichen Zelllumina sind ohne Orientierungscontrast. Dass es sich bei den Phasen um Eisenoxidagglomerate in verschiedenen Oxidationsstufen, mikrokristallinen und kryptokristallinen Quarz handelt, belegen die folgenden EBSD-Ergebnisse, deren Ursprung in der lichtmikroskopischen Abbildung markiert wurde.

Die Beugungsbild-Qualitäts-Karte (Abb. 9a) zeigt Korngrenzen im mikrokristallinen α -Quarz. Kristallite mit hellen bis mittleren Grauwerten weisen im Wesentlichen eine einheitliche Orientierung und kaum Störungen auf (vgl. Abb. 9c). Je dunkler der Grauwert in der Beugungsbild-Qualitäts-Karte ist, umso mehr Fehlorientierungen sind im Korn zu erkennen. Mikrokristalliner α -Quarz ist im Bereich der ehemaligen Zellwände zu finden. Ein ursprüngliches Zelllumen (angeschnitten links im Bild) erscheint dagegen, wie erwartet, durch kryptokristallinen Quarz gefüllt. Die Überlagerung der Beugungsbild-Qualitäts-Karte und der Phasenkarte (Abb. 9b) lässt weiterhin erkennen, dass außerdem mittels EBSD feinkristalliner Hämatit und Magnetit (dieser in wesentlich geringerer Menge) nachgewiesen wurde. Bemerkenswert erscheint, dass diese Körnchen oft als Einlagerungen von größeren Quarzkristalliten umschlossen werden.

Häufig sind die Eisenoxidagglomerate im sternförmigen Xylembündel der Aktinostele zu beobachten, werden jedoch auch in anderen Gewebeteilen des Luftwurzelmantels von *Psaronius* sp. gefunden. Kugelförmige bis $20 \mu\text{m}$ große Agglomerate aus idiomorphen, ungeordnet gepackten Mikrokristalliten mit etwa $0,5$

Medullosa stellata

Die lichtmikroskopische Aufnahme von *Medullosa stellata* zeigt einen Ausschnitt aus dem Plattenring (Abb. 13a). Der Orientierungskontrast der rasterelektronenmikroskopischen Abbildung (Abb. 13a) lässt sehr feine Kristallite erwarten. Dabei scheint vor allem der Bereich der sekundären Zellwände viele Details zu enthalten (Abb. 13c). Deshalb wurde ein kleiner Ausschnitt aus dem Sekundärxylem mit geringer Schrittweite ($0.7 \mu\text{m}$) untersucht. Dabei bestätigte sich, dass der mikrokristalline \square -Quarz im Bereich der Sekundärwände ähnlich wie im Sclerenchym von *Psaronius sp.* äußerst feinkörnig ist (Abb. 14 a und b). Das Wachstum des \square -Quarzes in verschiedenen Schichten um das kryptokristallin erhaltene Zelllumen widerspiegelt hier sogar die ursprüngliche Anatomie der sekundären Zellwände wider, die sich als S1 bis S3 durch die unterschiedliche Vorzugsorientierung der Zellulose-Fibrillen voneinander abgrenzten. Zur besseren Übersicht dient die kombinierte Beugungsbild-Qualitäts- und Orientierungs-Karte (Abb. 15a), in die ein mit $0.3 \mu\text{m}$ Schrittweite gemessener Ausschnitt eingefügt wurde. Dieser Ausschnitt (in höherer Vergrößerung Abb. 15b und c) zeigt, dass die Mittellamelle zwischen den Sekundärwänden hier durch vergleichsweise große \square -Quarz-Kristalle erhalten blieb. An anderer Stelle ist sie dagegen lediglich durch Klüfte markiert. Möglicherweise bestimmte der Grad ihrer Lignifizierung, die erst am Ende des Zellwachstums beginnt, den Grad ihrer Erhaltung.

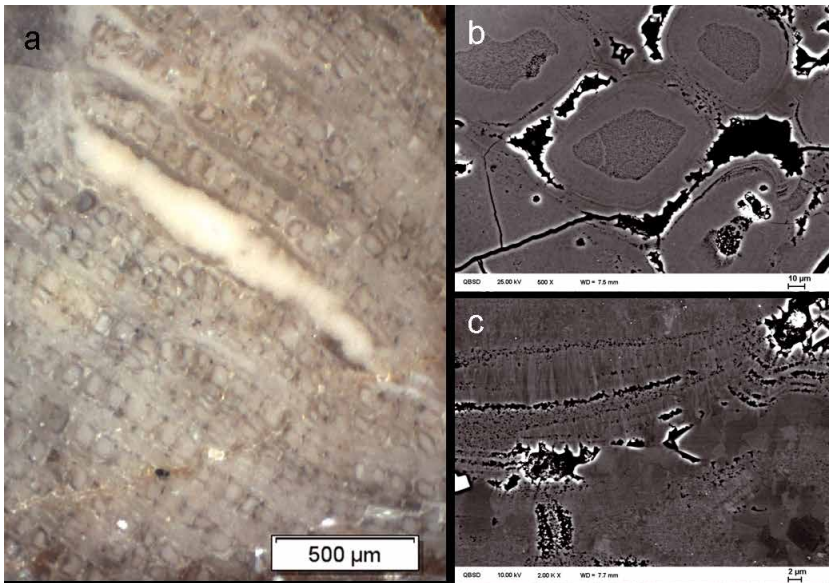


Abb. 13

Tracheiden im Plattenring von *Medullosa stellata*. in Quarz-Erhaltung. a) Stereomikroskop, b) und c) Rückstreuelektronenkontrast.

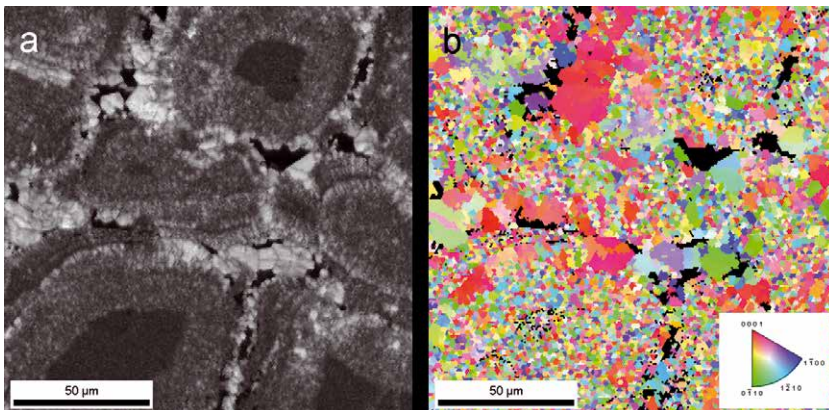


Abb. 14

EBSD-Maps an *Medullosa stellata*, Ausschnitt aus dem Plattenring. a) Beugungsbild-Qualitäts-Karte. b) Orientierungskarte \square -Quarz.

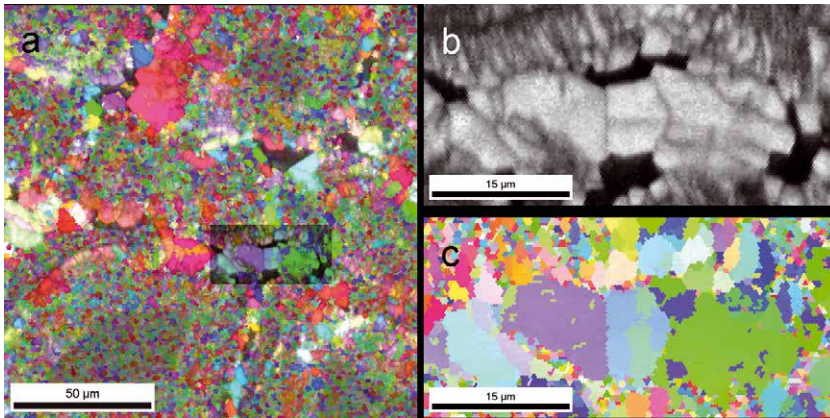


Abb. 15 EBSD-Maps an *Medullosa stellata*, Ausschnitt: Mittellamelle mit anschließenden Sekundärwänden (S1).
 a) Kombinierte Beugungsbild-Qualitäts- und Orientierungs-Karte mit Ausschnitt.
 b) Beugungsbild-Qualitäts-Karte des Ausschnitts, Messung mit Schrittweite 0,3 µm.
 c) Orientierungskarte □-Quarz des Ausschnitts, Messung mit Schrittweite 0,3 µm.

Diskussion

Als gemeinsames Merkmal aller drei untersuchten Proben und somit auch aller drei permineralisierten Pflanzenarten lässt sich zusammenfassen, dass die Lumina insbesondere der ursprünglich wasserführenden Tracheiden durch die Füllung mit kryptokristallinem Quarz erhalten blieben, sofern sie nicht mit Flussspat gefüllt wurden. Dagegen sind die Tracheidenwände generell durch mikrokristallinen □-Quarz ersetzt worden. In Analogie zur Achatbänderung, deren regelmäßige Reihungen von kryptokristallinem Quarz, Chalzedon und idiomorphen □-Quarzkristallen durch die SiO₂-Konzentrationsänderung der Fluida während eines Lösungszustroms erklärbar ist, liegt folgende Vorstellung für die Erhaltung in Quarz nahe: Die ursprünglich wasserführenden Tracheiden der Pflanzen waren nach ihrem Trockenfallen die ersten Zugänge für SiO₂-haltige Fluida mit der Folge relativ schneller Ausfällungen von kryptokristallinem Quarz. Nachfolgend infiltrierten diese Fluida mit verringerter SiO₂-Konzentration die Zellwände und andere Gewebekomponenten. Heute nachweisbares Resultat der Diagenese ist mikrokristalliner □-Quarz, der als Spezifikum der Chemnitzer Kieselhölzer bei Kathodolumineszenz-Untersuchungen gelbes Licht emittiert (erstmalig berichtet von GÖTZE & RÖSSLER 2000).

Ausgehend von der Beobachtung einiger Eisenoxid-Agglomerate als Einlagerung in größere Kristallite ist vorstellbar, dass diese Agglomerate oder deren hydratisierte Vorstufen bereits vorhanden waren, als die eindringende Kieselsäure das Pflanzengewebe konservierte. Bei der Betrachtung von Framboiden drängt sich allgemein die Vermutung auf, dass es sich eigentlich um fossile Bakterienkolonien handelt, die Eisenverbindungen akkumuliert haben. Andererseits gibt es eine Vielzahl von Arbeiten, in denen Framboide ohne Beteiligung von Bakterien synthetisiert wurden. Jedoch verweisen OHFUJI et al. (2005) in einem diesbezüglichen Übersichtsartikel darauf, dass häufig nur framboideähnliche Strukturen entstanden sind und der Einfluss organischen Materials bei der Bildung der Framboide noch nicht hinreichend verstanden ist - eine Feststellung mit auffallendem Bezug zum Verständnis der Permineralisation an sich. Andererseits geht man davon aus, dass die Entstehung der riesigen irdischen Vorkommen präkambrischer gebänderter Eisenerze (BIF) eng mit dem Metabolismus von Mikroben verbunden ist (KORNHAUSER 2011). Und so soll an dieser Stelle nicht versäumt werden, auf eisenoxidierende Mikroorganismen hinzuweisen, die ihre Energie durch die Oxidation zweiwertigen Eisens Fe(II) gewinnen und an der Bildung von Fe(III)-Mineralen beteiligt sind. Unter anderem gibt es eine Vielzahl von Arbeiten z. B. am Bakterienstamm *Acidovorax* BoFeN1, in denen die Bildung von wasserunlöslichen Fe(III)-Verbindungen hinsichtlich der Größe, Dichte und Zusammensetzung der Mineral-Zell-Aggregate untersucht wird (POSTH et al. 2010). Dabei kommt es unter bestimmten Umständen zur Umkrustung und damit zum Absterben der Bakterien. Diesbezügliche REM- und TEM-Abbildungen von KAPPLER et al. (2004) suggerieren Parallelen zu den in unserer Arbeit gezeigten Eisenoxid-Agglomeraten. Eine Ursache ihrer Entstehung könnten also auch fossile Bakterienkolonien sein, die während der Kieselsäure-Diagenese von wachsenden Quarzkristallen umschlossen wurden.

Zusammenfassung

Die Mikrostruktur von Chemnitzer versteinerten Hölzern (*Dadoxylon* sp., *Psaronius* sp., *Medullosa stellata*) wurde mittels Rückstreuielektronen im Rasterelektronenmikroskop untersucht, um die im Permineralisationsprozess ausgebildeten Phasen in ihrer räumlichen Verteilung, Kristallstruktur und -größe festzustellen. Als gemeinsames Merkmal der Permineralisation aller drei untersuchten Pflanzenarten sind Tracheidenwände und Festigungsgewebe durch mikrokristallinen α -Quarz ersetzt worden, während die Lumina der Tracheiden durch die Füllung mit kryptokristallinem Quarz oder Flussspat erhalten blieben. In *Psaronius* sp. sind zahlreiche Eisenoxidagglomerate mit framboidaler Textur nachweisbar, die bereits vor der Verkieselung vorhanden gewesen sein können. Alle Ergebnisse weisen auf einen mehrphasigen Prozess der Permineralisation der Chemnitzer Kieselhölzer hin.

Literatur

- ÁBALOS, B.; PUELLES, P.; FERNÁNDEZ-ARMAS S. & SARRIONANDIA, F. (2011): EBSD microfabric study of pre-Cambrian deformations recorded in quartz pebbles from the Sierra de la Demanda (N Spain). - *Journal of Structural Geology*, **33**: 500-518.
- BUBENIK, W.: Wikipedia, Quarz, Morphologie, 31. Dez. 2006.
- DIETRICH, D. & URBAN, G. (1992): Beiträge zur Direktabbildung von Oberflächen, **25**: 267-271.
- DIETRICH, D.; FROSCHE, G.; RÖSSLER, R. & MARX, G. (2000): Analytical X-Ray Microscopy on *Psaronius* sp. - A Contribution to Permineralization Process Studies. - *Mikrochimica Acta*, **133**: 279-283.
- DIETRICH, D.; WITKE, K.; MARX, G. & RÖSSLER, R. (2001): Raman spectroscopy on *Psaronius* sp.: a contribution to the understanding of the permineralization process. - *Applied Surface Science*, **179**: 230-233.
- GÖTZE, J. & RÖSSLER, R. (2000): Kathodolumineszenz-Untersuchungen an Kieselhölzern. Silifizierungen aus dem Versteinerten Wald von Chemnitz (Perm, Deutschland). - Veröffentlichungen des Museums für Naturkunde Chemnitz, **23**: 35-50.
- HEANEY, P.J.; VEBLEN, D.R. & POST, J.R. (1994): Structural disparities between chalcedony and macrocrystalline quartz. - *American Mineralogist*, **79**: 452-460.
- KAPPLER, A. & NEWMAN, D.K. (2004): Formation of Fe(III)-minerals by Fe(II)-oxidizing photoautotrophic bacteria. - *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **68**: 1217-1226.
- KONHAUSER, K.O.; KAPPLER, A. & RODEN, E.E. (2011): Iron in microbial metabolisms. - *Elements*, **7**: 89-93.
- KUNZE, K.; ADAMS, B.L.; HEIDELBACH, F. & WENK, H.-R. (1994): Local microstructural investigations in recrystallized quartzite using orientation imaging microscopy. - *Material Science Forum*, **157-162**: 1243-1250. Trans Tech Publications, Switzerland.
- LEE, D.R.: Characterisation of silica minerals in a banded agate: implications for agate genesis and growth mechanisms. - <http://www.geos.ed.ac.uk/homes/s0789516/agate.pdf>.
- MATYSOVÁ, P.; LEICHMANN, J.; GRYGAR, T. & RÖSSLER, R. (2008): Cathodoluminescence of silicified trunks from the Permo-Carboniferous basins in eastern Bohemia, Czech Republic. - *European Journal of Mineralogy*, **20**: 217-231.
- MATYSOVÁ, P.; RÖSSLER, R.; GÖTZE, J.; LEICHMANN, J.; FORBES, G.; TAYLOR, E.L.; SAKALA, J. & GRYGAR, T. (2010): Alluvial and volcanic pathways to silicified plant stems (Upper Carboniferous – Triassic) and their taphonomic and palaeoenvironmental meaning. - *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, **292**: 127-143.
- NESTLER, K.; DIETRICH, D.; WITKE, K.; RÖSSLER, R. & MARX, G. (2003): Thermogravimetric and Raman spectroscopic investigations on different coals in comparison to dispersed anthracite found in permineralized tree fern *Psaronius* sp. - *Journal of Molecular Structure*, **661-662**: 357-362.
- RUST, G.W. (1935): Colloidal primary copper ores at Cornwall mines, southeastern Missouri. - *Journal of Geology*, **43**: 398-426.
- OHFUJI, H. & RICKARD, D. (2005): Experimental syntheses of framboids – a review. - *Earth-Science Review*, **71**: 147-170.
- POSTH, N.R.; HUELIN, S.; KONHAUSER, K.O. & KAPPLER, A. (2010): Size, density and composition of cell-mineral aggregates formed during anoxygenic phototrophic Fe(II) oxidation: Impact on modern and ancient environments. - *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **74**: 3476-3493.
- PRIOR, D.J.; MARIANI, E. & WHEELER, J. (2009): EBSD in the Earth Sciences: Applications, Common Practice, and Challenges. In: SCHWARTZ, A.J.; KUMAR, M.; ADAMS, B.L. & FIELD, D.P. (Eds): *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, Springer 2009.
- WAHL, C.; MIEHE, G. & FUESS, H. (2002): TEM characterisation and interpretation of fabric and structural degree of order in microcrystalline SiO₂ – phases. - *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **143**: 360-365.
- WITKE, K.; GÖTZE, J.; RÖSSLER, R.; DIETRICH, D. & MARX, G. (2004): Raman and cathodoluminescence spectroscopic investigations on Permian fossil wood from Chemnitz – a contribution to the study of the permineralisation process. - *Spectrochimica Acta Part A*, **60**: 2903-2912.

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: [Veröffentlichungen des Museums für Naturkunde Chemnitz](#)

Jahr/Year: 2011

Band/Volume: [34](#)

Autor(en)/Author(s): Dietrich Dagmar, Lampke Thomas, Rößler Ronny

Artikel/Article: [Mikrostrukturuntersuchungen mit Rückstreuелеktronen an versteinerten Hölzern aus dem Perm von Chemnitz 85-94](#)