

Herstellung und Auswertung von Dünnschliffen im Rahmen kunsttechnologischer Untersuchungen

Polarisationsmikroskopische Bilder von Dünnschliffen gehören zu den wenigen auch von Laien als faszinierend oder wenigstens schön empfundenen Resultaten materialanalytischer Anstrengungen. Ein Grund dafür mag die Kombination leuchtender Interferenzfarben mit den geometrischen Relikten von Kristallsymmetrie sein. Daß die schönen Bilder gleichzeitig analytisch wertvolle Aussagen über das dünn geschliffene Material portieren, macht sie geradezu unwiderstehlich.

In Petrographie und Geologie, zwei Disziplinen, die sich auf den ersten Blick eher mit grauer Materie befassen, kann die polarisationsmikroskopische Auswertung von Gesteinsdünnschliffen schon auf eine Tradition von mindestens 150 Jahren zurückblicken und hat sich zu einem breit abgestützten Arbeitsstandard entwickelt. Henry Clifton Sorby hat die Dünnschliffmikroskopie nachweislich seit 1849 betrieben und 1886 den Wert der Methode so zusammengefaßt¹.

»Die Untersuchung von Bruchflächen im Auflicht lehrt uns nur vergleichsweise wenig über die Struktur von Gesteinen und Mineralen. Polierte Anschliffe zeigen schon viel mehr, aber fast alle wichtigen Beobachtungen verdanken wir der Untersuchung von Dünnschliffen im Durchlicht.«²

Während die Übertragung des von Sorby propagierten Verfahrens auf Stein und Putzproben aus Baudenkmalern sowie auf keramische Materialien, Gläser, Knochen, etc. auf der Hand liegt und praktiziert wird, kommen Dünnschliff-Untersuchungen an Mikroproben aus Gemälden, textilen Objekten, Skulpturen, Möbeln und Objekten auf Papier weniger häufig vor.³ Dies mag einerseits mit der Empfindlichkeit solcher Proben gegenüber den flüssigen Schleif- und Polierhilfsmitteln der konventionellen Dünnschliffherstellung zusammenhängen. Andererseits haben sich Anschliffe und Dünnschnitte zur Untersuchung von Schichtenfolgen und weiteren Strukturmerkmalen von weicheren Proben gut etabliert⁴. Dies läßt sich nicht nur an Hand zahlreicher aktueller Publikationen belegen, sondern auch durch einen kurzen Blick auf die Entwicklung kunsttechnologischer Untersuchungsverfahren. Z.B. veröffentlichte W. Ostwald schon 1905 einen Artikel, der u.a. die Mikrotomie an Malschichtproben, d.h. die Herstellung von Dünnschnitten zum Thema hat⁵. Fünf Jahre später beschrieb Raehlmann verschiedene mikroskopische Techniken zur Beurteilung von Proben aus Kulturgut, so z.B. auch das Einklemmen kleiner Probensplitter zwischen Glaswürfelchen zur Un-

tersuchung der frischen Bruchfläche⁶. Es folgten Arbeiten von A.P. Laurie⁷ (Mikrotomie) und R. Gettens⁸ (Mikrotomie und Anschliffherstellung). Die 1956 datierende Publikation J. Plesters kann auch noch aus heutiger Sicht als beeindruckende Zusammenstellung des Wissensstandes bezüglich der Herstellung und analytischen Auswertung von Dünnschnitten und Anschliffen von Farbproben gelten⁹. 1959 führten Thissen und Mitarbeiter ein Verfahren zur Herstellung von Dünnschliffen auf Kunststoffplättchen ein.¹⁰ Untersuchungsmethoden an Anschliffen sind bis in die neueste Zeit Thema der kunsttechnologisch orientierten Literatur geblieben. Die erweiterten Möglichkeiten der Fluoreszenzmikroskopie an Anschliffen von Proben aus Kunstwerken beschrieb kürzlich N. Bäschlin¹¹. Mehr oder weniger neue Lösungsansätze zu bekannten Problemen mit Polyester-Eingießmaterialien wurden von M. Derrick und Mitarbeitern präsentiert, F. Waentig publizierte eine vergleichende Übersicht über Gießharzsysteme und berichtete zusammen mit A. Krupa von Tests mit einem neuen, lichthärtenden Kunstharz¹².

Problemstellung

Das Verständnis der materiellen Struktur von Kunstobjekten ist eine der kaum verzichtbaren Voraussetzungen für deren qualifizierte Beurteilung und wirksame Konservierung.

Die Mikroskopie an Anschliffen, Dünnschnitten und Dünnschliffen dient der Erfassung relevanter Strukturmerkmale an Proben, die dem Kunstwerk nach eingehender, zerstörungsfreier Untersuchung durch Konservatoren-Restauratoren entnommen werden können. Die an den Proben gewonnenen Informationen werden auf das Gesamtobjekt übertragen, um zusätzliche strukturelle und materialbezogene Eigenschaften zu erschließen.

In vielen Fällen erlauben Untersuchungen an Proben eine relativ schnelle und kostengünstige Beantwortung kunsttechnologischer und konservatorischer relevanter Fragestellungen¹³. Insofern Probennahmen vor dem Hintergrund eines möglichst umfassenden Wissensstandes bezüglich des Objektes kontrolliert und professionell durchgeführt werden, sich auf das notwendige Ausmaß beschränken und die Proben eine optimale Auswertung erfahren, läßt sich der Eingriff ins Objekt aus dem Zugewinn an Information und Arbeitsqualität in vielen Fällen



1 Material zur Herstellung von Dünnschliffen.

rechtfertigen. So kommt denn auch kaum eine moderne Publikation, die sich mit der technologischen Untersuchung eines mehrschichtig strukturierten Kunstobjektes befaßt, ohne die Auswertung von Anschliffen aus.

Diese Arbeit soll zeigen, daß es dank neuartiger Arbeitshilfsmittel und -techniken möglich geworden ist, ohne maschinelle Hilfe und ohne den Einsatz von flüssigen Schleif- oder Polierhilfsmitteln auch Dünnschliffe solcher Proben herzustellen und dies bei einem Aufwand, der denjenigen zur konventionellen Herstellung eines Anschliffes nur um einige Minuten übersteigt. Dünnschliffe können demnach ohne Spezialausrüstung und besondere Vorkehrungen, sozusagen »von Hand« und in ausgezeichneter Qualität hergestellt werden. Abb. 1 zeigt das von uns verwendete Arbeitsmaterial. Die einfache Bandschleifmaschine hat sich als nützlich erwiesen, ist aber verzichtbar. Das praktische Vorgehen wird im folgenden Abschnitt detailliert beschrieben.

In diesem Zusammenhang schien uns außerdem die Untersuchung folgender Fragen relevant:

- Lassen sich bei der durchlichtmikroskopischen Charakterisierung von Dünnschliffen Informationen gewinnen, die sich der Anschliff-Mikroskopie entziehen? Wenn ja, welche sind dies?
- Lassen sich bei der Untersuchung von Dünnschliffen zusätzliche Methoden anwenden, die am Anschliff suboptimal arbeiten oder versagen?

Verfahren

Üblicherweise werden analytische Verfahren in sechs Phasen unterteilt, nämlich Probendefinition, Probenahme, Probenvorbereitung (Präparation), Messung, Auswertung und Präsentation der analytischen Information.

Da sich die Probenentnahme aus dem Objekt für Dünn- und Anschliffherstellung nicht unterscheidet, verzichten wir hier auf eine Diskussion dieses wichtigen Arbeitsschrittes¹⁴. Dagegen erfährt die Probenpräparation eine ausführliche Beschreibung. Die hier angewandten qualitativen und quantitativen mikroskopischen Meßverfahren (vgl. Abb.12) sind lange bekannt, weit verbreitet, in der Literatur gut dokumentiert¹⁵ und bedürfen ebenfalls nicht der Erörterung an dieser Stelle. Dagegen illustrieren einige Beispiele Möglichkeiten zur mikroskopischen Auswertung der Präparate.

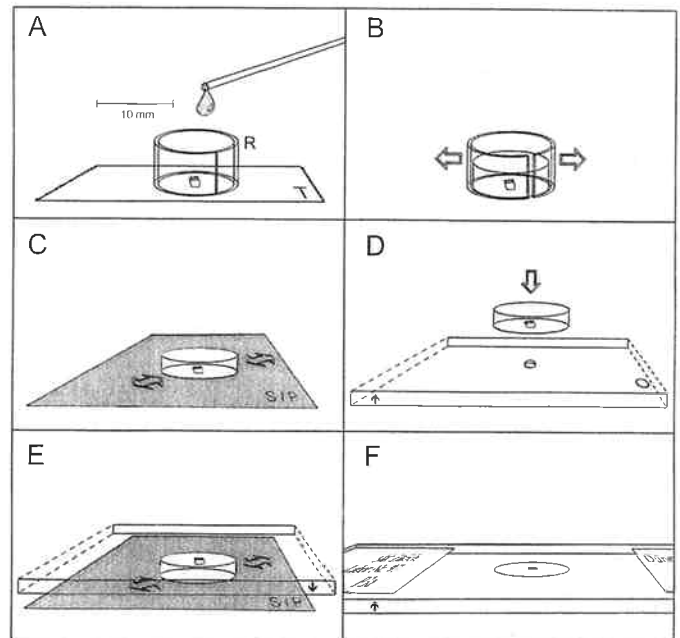
Probenpräparation

Dünnschliffe entstehen im Allgemeinen aus einem polierten Anschliff. Damit liegt in dessen Herstellung ein erhebliches Potential an Arbeitsökonomie. Aus der Vielzahl möglicher Vorgehensweisen scheint uns das im Folgenden beschriebene Verfahren besonders effizient zu sein.

Herstellung des Anschliffes

Die in Abb. 2A übergroß dargestellte mehrschichtige Probe wird unter stereomikroskopischer Kontrolle in der gewünschten Position auf einen Abschnitt gespannten, transparenten Selbstklebendes (T) fixiert¹⁶. Dabei ist es sinnvoll, das Klebeband mit der beschichteten Seite nach oben leicht zu spannen, z.B. zwischen zwei Objektträgern oder durch einen Aluminiumring. Sobald die gewünschte Position der Probe auf der Klebefläche erreicht ist, wird um die Probe herum ein Kunststoffring (R) aufgesetzt¹⁷ und ebenfalls auf dem Klebestreifen fixiert. Ring und Klebeband bilden zusammen die Gießform. Damit der fertige Gießling nach der Härtung leicht aus der

2 Wichtige Arbeitsschritte bei der Herstellung von Dünnschliffen. Erläuterungen im Haupttext.



Form zu lösen ist, ist es von Vorteil, den Ring vor der Verwendung vertikal aufzuschneiden und die Form beim Eingießen nicht ganz zu füllen (vgl. Abb. 2B). Als Gießharz hat sich »Technovit®2000LC«, ein lichthärtendes Einkomponenten-Kunstharz auf Acrylatbasis bestens bewährt¹⁸. Die hier geschilderte Methode läßt sich mit kleinen Modifikationen auch für andere Gießharze anpassen. Allerdings zeigten sich während der Arbeit mit Technovit®2000LC im Vergleich mit dem bisher im Labor verwendeten Polyesterharz zahlreiche Vor- und nur wenige Nachteile¹⁹. Die ersten Tropfen des Harzes werden mit einem Glasstab vorsichtig beidseitig neben der Probe positioniert, so daß diese beim anschließenden Eingießen nicht umfällt. Soll das Gießharz eine poröse Probe festigen, so kann es auf 30°C erwärmt und damit weniger viskos gemacht werden. Außerdem läßt sich die zuweilen erwünschte Penetration des Harzes in die Probe unter einer Vakuumlampe bis hin zur völligen Durchtränkung steuern. Störende Luftblasen, die sich beim Eingießen manchmal unten neben der Probe bilden, lassen sich leicht entfernen: Das flüssige Präparat wird angehoben und die Luftblase mit einer feinen Nadel durch das durchsichtige Klebeband hindurch von unten punktiert. Die Luft wird in der Folge vom Harz durch das kleine Loch im Klebeband herausgedrückt, ohne daß es deshalb auslaufen könnte.

Steht die Probe in der korrekten Position und luftblasenfrei im Harz, so kann dieses durch Einwirkung von Blaulicht gehärtet werden. Die Herstellerfirma bietet zu diesem Zweck ein kleines Belichtungsgerät an²⁰. Es hat sich aber herausgestellt, daß die allseitige Blaubelichtung der Probe ohne Weiteres auch mit einem Selbstbau erfolgen kann. Jedenfalls ist es wichtig, daß die Gießform von allen Seiten blaues Licht zum Gießling durchläßt. Nach einigen Minuten ist der Gießling schleiffertig ausgehärtet, ohne daß im Inneren ungewöhnlich hohe Temperaturen zu verzeichnen gewesen wären. Genauere Beobachtungen während des Aushärtens eines ca. 0,5 g schweren Technovit®2000LC-Gießlings sind in Tabelle 1 zusammengestellt.

Nach der Härtung wird das Klebeband abgezogen und der (wiederverwendbare) Ring gelöst (Abb. 2B). Eine beim Härten auftretende, dünne, klebrige Inhibitionsschicht an der Oberfläche des Gießlings läßt sich durch vorsichtiges Abreiben mit einem nur wenig ethanolfeuchten Tuch leicht eliminie-

Tabelle 1:

Aushärtung eines 0,5 g schweren Gießlings im Technotray-Belichtungsgerät. Die Temperaturmessung erfolgte über ein eingegossenes Thermocouple-Element, dessen Masse mit einer Probe einigermaßen vergleichbar schien. Die Raumtemperatur betrug 22°C.

Belichtungszeit	Temperatur im Inneren des Gießlings in °C	Farbe des Gießlings	Konsistenz des Gießlings
30 Sekunden	25	gelb	flüssig
40 Sekunden	27	gelb	geliert
2 Minuten	44	gelb	schnitffest
4 Minuten	38	hellgelb	elastisch erhärtet
6 Minuten	34	hellgelb	fest
15 Minuten	33	farblos	fest
20 Minuten	33	farblos	schleiffest



3 Handhaltung beim Dünnschleifen und Polieren.

ren²¹. Der Gießling wird nun trocken, mit eher langsamen, kurzhubigen Bewegungen und unter laufender stereomikroskopischer Zwischenkontrolle angeschliffen (vgl. Abb. 2C)²². Da sich die Probe aufgrund der vorher beschriebenen Eingießtechnik ganz unten befindet, muß nicht viel Material abgearbeitet werden. So ist es möglich, sich auf Schleifpapier der Körnung 200 zu beschränken. Nach der sorgfältigen trockenen Reinigung des Schleiflings wird die geschliffene Fläche auf weicher Unterlage trocken poliert. Dies ist bei entsprechend vorsichtiger Handhabung durch spezielle Polierleinen²³ zu bewerkstelligen, bei denen die entstehende Reibungswärme durch einen Spezialkunststoff, in den die Polierkörner flexibel eingelassen sind, abgeführt wird. Die polierte Fläche des so entstandenen Anschliffes läßt sich in gewohnter Weise auswerten und ggf. mikrophotographisch dokumentieren.

Dünnschliffherstellung

Mit der sauberen, polierten Fläche wird der Schleifling nun mit einem sehr kleinen Tropfen des Gießharzes mittig auf einen sauberen Objektträger (O) aufgekittet (Abb. 2D). Dabei sollte darauf geachtet werden, daß die angeschliffene Schichtung parallel zu den längeren Kanten des Objektträgers verläuft, die als bevorzugte Richtung für die spätere Endpolitur des Dünnschliffes anzusehen ist. Ein leichter Andruck läßt die Harzschicht zwischen Schleifling und Glas so dünn wie möglich werden. Nachdem rückseitig kontrolliert ist, ob keine Luftblasen eingeschlossen sind (was korrigiert werden müßte), läßt sich die Verbindung zwischen Schleifling und Objektträger durch kurze Lichthärtung (10 Minuten) dauerhaft machen²⁴.

Das so gewonnene Präparat wird gewendet und durch Schleifen abgearbeitet (Abb. 2E). U.U. kann eine einfache Bandschleifmaschine helfen, den überschüssigen Gießharzanteil schnell und effizient zu entfernen. Wichtig ist, daß das Präparat dabei weder überhitzt, noch keilförmig abgeschliffen

wird. Dagegen hilft z.B. mehrmaliges Drehen des Objektträgers. Spätestens wenn der zur dünnen Schicht abgearbeitete Schleifling beim Überstreichen mit dem Finger²⁵ am Übergang Glas-Gießharzfläche kaum noch als »Kante« ertastet werden kann, wird das Präparat trocken gereinigt und auf Polierleinen poliert. Die in Abb. 3 gezeigte Handhaltung hat sich dabei als optimal erwiesen. Durch die verhältnismäßig große Fläche des Objektträgers wird es kaum zu keilförmigen Dünnschliffen kommen.

Das Dünnschleifen und -polieren läßt sich am Durchlichtmikroskop gut an Hand der zunehmenden Transparenz des Dünnschliffes verfolgen. Als Sollstärke des Schliffes können etwa 30 µm gelten. Dieser Wert ist als Norm bei der polarisationsmikroskopischen Bestimmung anorganischer Bestandteile etabliert. Zur Kontrolle bieten sich die bei Normstärke grauen Interferenzfarben des Quarzes an, die sich durch das Polarisationsmikroskop bei gekreuzten Polarisatoren beobachten lassen. Ist zu vermuten, daß die Probe selbst keinen Quarz enthält, so kann das Gießharz mit Quarzpulver gemischt werden. Sollen dünne Bindemittelschichten fluoreszenzmikroskopisch kontrastiert werden, wird ein etwas stärkerer Schliff vorteilhaft sein. Erfordern die Objektive des zur Auswertung eingesetzten Mikroskopes die Verwendung eines Deckgläschens, dann läßt sich dieses entweder reversibel mit Isooktan oder dauerhaft mit einem Tropfen Gießharz auflegen. Dabei sollte die Schicht zwischen Dünnschliffoberfläche und Deckgläschen möglichst dünn, aber vollständig und luftblasenfrei mit dem Medium angefüllt sein. Auf den Objektträger anzubringende Etiketten bieten ausreichend Platz für die Identifikation der Probe und die Dokumentation der Präparation (mindestens Datum, verwendetes Gießharz, dessen Brechungsindex²⁶ und Name der Institution oder des Präparators resp. der Präparatorin) sowie für weitere relevante Daten (Abb. 2F).

Über die Alterungsbeständigkeit von Dünnschliffen in Technovit®2000LC können aufgrund fehlender Erfahrungen keine endgültigen Aussagen gemacht werden. An Hand erster Resultate von Belichtungsversuchen (sog. »Lichtalterung«) an dünnen Schichten und an Gießlingen zeigt sich, daß Technovit eher stabiler als andere Gießharze und Einschlußmittel zu sein scheint.

Mikroskopische Auswertung über Polarisations-, Fluoreszenz- und FTIR-Mikroskopie

Nichtmetallische Werkstoffe werden in dünnen Schichten transparent und sind somit den vielfältigen Techniken der Durchlichtmikroskopie zugänglich. Die Erfahrung zeigt, daß sich die meisten mikroskopischen Techniken im Durchlichtstrahlengang wesentlich effizienter einsetzen lassen.²⁷ Damit hätten Dünnschliffe (und Dünnschnitte) gegenüber Anschliffen den Vorteil potentiell besserer Auswertbarkeit. Die im Folgenden beschriebenen Versuche an Proben aus verschiedenen Anwendungsbereichen konnten dies bestätigen. Die zur Verfügung stehenden mikroskopischen Techniken umfaßten neben der »normalen« Durchlichtmikroskopie auch Dunkelfeld-Auf-

lichtmikroskopie, Polarisationsmikroskopie²⁸, Fluoreszenzmikroskopie²⁹ in Durch- und Auflicht sowie FTIR-Mikroskopie³⁰ (vgl. Abb. 12).

Stratigraphie

Die Erfassung aller Schichten eines Objektes kann probenfrei in vielen Fällen nicht ausreichend präzise und sicher bewerkstelligt werden. Dagegen lassen sich aus Anschliffen häufig genauere Angaben zu Bildträgern und ihren Vorbehandlungen, zu Grundierungen, Mal- und Zwischenschichten sowie zu Überzügen und Übermalungen erschließen. Wirklich gute Differenzierbarkeit von Schichten wird dabei oft erst durch eine Kombination von Dunkelfeld- und Fluoreszenz-Auflichtmikroskopie erreicht. Ein entsprechend ausgerüstetes Mikroskop ist vergleichsweise teuer. Eine andere Möglichkeit zur Differenzierung von Schichten bieten Anfärbungen am Anschliff oder Dünnschnitt. Allerdings verändern die Färb- und Spüllösungen das Präparat. Im Rahmen der Materialanalytik an Farbschichten sind Anfärbungen teilweise immerhin als Hinweise auf das Vorhandensein bestimmter Bindemittel zu verstehen. Sollen dagegen analytisch zuverlässigere Verfahren auf Anschliffe angewendet werden, wie z.B. die polarisationsmikroskopische Pigmentbestimmung oder die FTIR-mikroskopische Bindemittelanalyse, so müssen *Sekundärproben* aus einer bestimmten Schicht des Anschliffes entnommen werden. Zwar können dann relativ präzise Aussagen über die Materialzusammensetzung der mikroskopisch differenzierbaren Schichten getroffen werden, aber dieser Erkenntnisgewinn wird probenzerstörend erreicht.

Unsere Versuche haben gezeigt, daß sich durch die Weiterverarbeitung des Anschliffes zu einem Dünnschliff in vielen Fällen die Möglichkeit ergibt, eine verbesserte durchlichtmikroskopische Differenzierbarkeit von Schichten mit nichtprobenzerstörender, zuverlässiger Analytik zu kombinieren (vgl. folgende Abschnitte).

Abb. 4 zeigt die Folge mehrerer Überfassungen eines Möbelstückes aus der zweiten Hälfte des 18. Jhs. (Louis XVI.). An den links im Auflicht³¹ gezeigten Anschliffen lassen sich drei weiß pigmentierte Schichten sowie eine oder zwei kaum oder nicht pigmentierte Zwischenschichten differenzieren. Die rechts gezeigten Mikrographien sind an Dünnschliffen derselben Probe entstanden. Oben rechts wurde der Dünnschliff auf schwarzem Hintergrund liegend im Auflicht photographiert. Aufgrund des erheblichen Kontrastgewinnes sind nun fünf weiße Schichten erkennbar. Die im Anschliff homogen weiß scheinende oberste »Schicht« besteht aus deren drei, nämlich einer sehr dünnen obersten und darunter zwei annähernd gleich starken Schichten. Unten rechts ist derselbe Dünnschliff in größerem Abbildungsmaßstab (vgl. Bildlegende) und im Durchlicht dargestellt. Einige der im Auflicht eindeutig weißen Schichten wirken am durchstrahlten Dünnschliff bräunlich bis fast schwarz. Dieses aus der Durchlichtmikroskopie an Streupräparaten³² bekannte Phänomen ist typisch für sehr feine, hochbrechende Pigmente, wie Zink- oder Titanweiß