

ДИФРАКЦИЯ ОТРАЖЕННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ В ИССЛЕДОВАНИИ МИКРОСТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ ГЕТЕРОГЕННЫХ ЦИРКОНОВ

© 2015 г. Д. А. Замятин, Ю. В. Щапова, С. Л. Вотяков

В последние годы метод дифракции отраженных электронов (EBSD – **E**lectron **B**ack **S**cattered **D**iffraction), реализуемый в растровой электронной микроскопии, получил большое распространение для анализа микроструктуры и микротекстуры материалов. Он позволяет исследовать ориентацию отдельных кристаллитов на поверхности поликристаллов, анализировать локальную текстуру, корреляцию ориентировок в разных точках, идентифицировать напряженное и деформированное состояние кристалла, фазы и их двумерные распределения по поверхности образца [6]. Сочетание EBSD-метода и рентгеноспектрального микроанализа позволяет получать достаточно полную локальную характеристику материала – его состав, структуру и текстуру. В материаловедении природного вещества метод активно применяется для изучения ползучей деформации и рекристаллизации минералов (преимущественно кварца, оливина, граната, пироксена, кальцита), преобразований в ходе метаморфических процессов микроструктуры и реакций в гранате и других минералах, структурных преобразований железо-никелевых сплавов в металлических метеоритах и оливина в каменных (см. обширную библиографию в обзоре [5]). Опубликованы работы по применению EBSD-метода в исследовании минералов магматических пород [11, 12, 26], процессов диагенеза осадочных пород [15, 20, 30], мелкозернистых оксидов железа и железо-титановых оксидов [13], а также биоминералов [9, 10, 14]. Метод использовался для идентификации микрокристаллических полиморфных фаз (кианита и силлиманита Al_2SiO_5 , кварца и коэсита SiO_2 , пирита и марказита FeS_2 и др. [5]), при изучении новых минералов, открытых в виде микрокристаллов [18]. Для циркона EBSD-метод применялся в основном при анализе деформаций и напряжений, а также связанного с ними влияния деформированного состояния структуры на подвижность примесных элементов, в том числе U и Pb, что важно при решении геохронологических задач [17, 19, 21, 23, 25, 27–29]. Представляется актуальным развитие и применение EBSD-метода в сочетании с рентгеноспектральным микроанализом для исследования микроструктуры сложных гетерогенных (гетерохронных) зерен циркона и минеральных включений в них как основы для анализа замкнутости их изотопной U–Pb-системы при использовании техник локального дати-

рования (масс-спектрометрии с лазерной абляцией проб и др.).

Цель работы – опробование методики EBSD-анализа и исследование микроструктурной неоднородности гетерогенных зерен циркона, в том числе и минеральных включений в них (на примере пробы из метаморфических пород Мугоджар).

Образцы – цирконы сложной текстуры Талдыкского блока Мугоджар; особенности их состава и зональности описаны в [1–3]. Зерна гетерогенны, в объеме микрокристаллов сосуществуют бесцветная прозрачная и бурая неравномерно окрашенная пористая фазы. С использованием JPD-анализа совместного распределения интенсивностей обратнорассеянных электронов (BSE) и катодolumинесценции (CL) в [1, 2] выделен ряд зон (рис. 1а, б): зоны Ia–с с “нормальной”, типичной для большинства цирконов обратной корреляцией BSE- и CL-интенсивностей, обусловленной вариациями радиационного повреждения, и зона II с “аномальными” величиной и соотношением BSE и CL, что связано с ее гидратацией, нарушением стехиометрии, пористостью, высоким содержанием примесных элементов Ca, Al, Y, P, PЗЭ, U, Th, Pb и F. Зоны Ia, Ib представляют собой бесцветную оболочку с высокой степенью кристалличности, а зоны Ic и II – мутно-бурое ядро. Зоны Ia и II отнесены соответственно к фрагментам кристаллического новообразованного и реликтового первично неупорядоченного циркона; зоны Ib–с интерпретированы как переходные; тренд Ic→Ib→Ia сопоставлен с увеличением степени кристалличности матрицы.

В сравнительных целях изучен образец высококристаллического циркона Mud Tank из карбонатов (Австралия); состав, зональность и спектроскопические свойства циркона Mud Tank описаны в [7].

МЕТОДИКИ

Исследования выполнены на электронном микроскопе Jeol-6390LV с работающими совместно приставками Oxford Instruments EDS X-max80 и EBSD NordlysNano под управлением программы AZtec v.2.2. Образцы размещались в камере микроскопа на специальном держателе под углом 70° между нормалью к поверхности образца и падающим пучком электронов; расстояние до люминофорного экрана, на который проецируется карти-

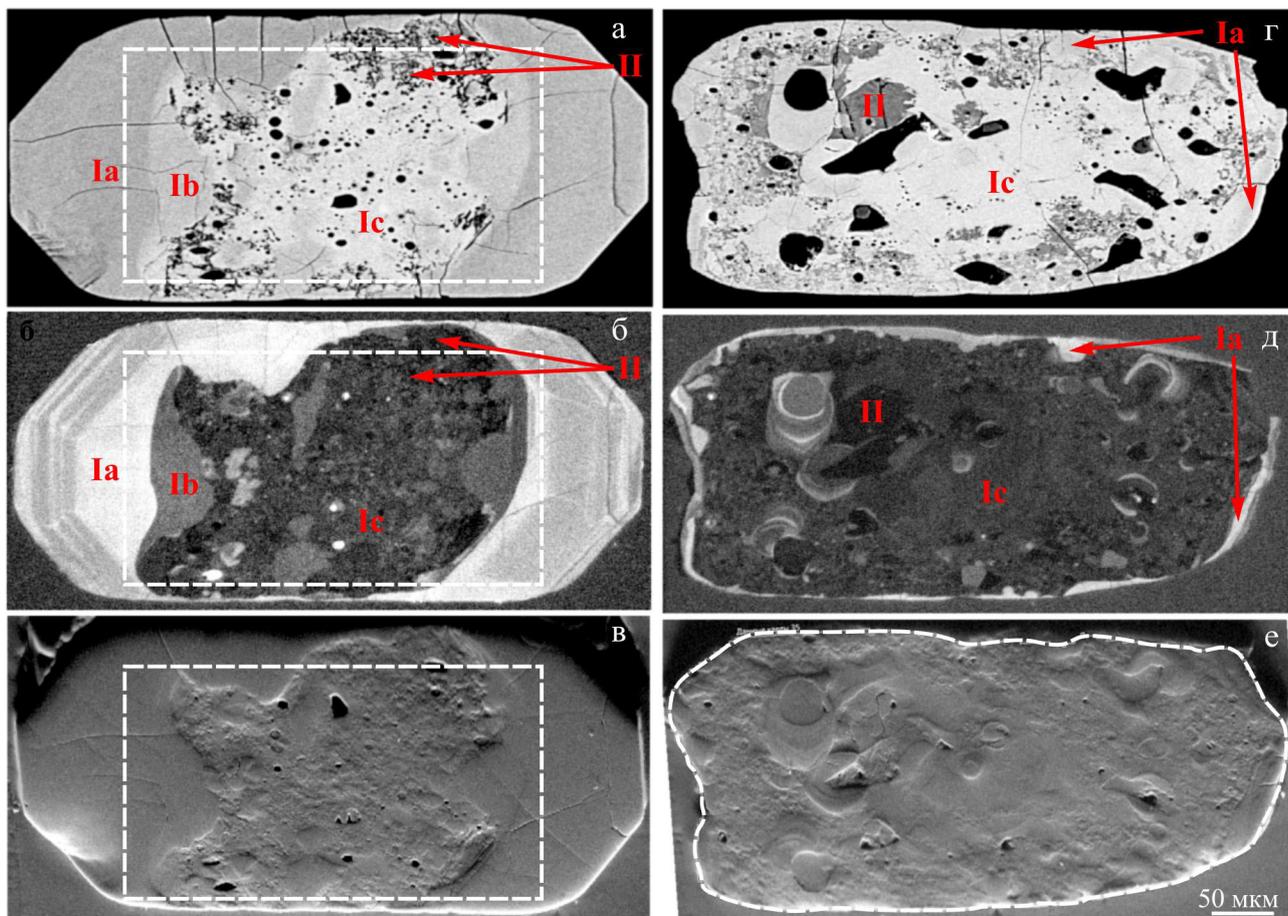


Рис. 1. BSE- (а, г), CL- (б, д) и FSD-изображения рельефа поверхности образца после шлифовка и полировка (в, е) зерен 6-7 (а-в) и 8-6 (г, д) циркона Мугоджар.

BSE- и CL-изображения – микрондз Camesa SX100, FSD-изображения – микроскоп Jeol-6390LV с приставкой EBSD NordlysNano (нижняя пара детекторов рассеянных электронов). Пунктир – фрагменты зерен, картированные EBSD-методом.

на дифракции, составляло порядка 20 мм. В каждой точке анализа одновременно регистрировался характеристический рентгеновский спектр и дифракционные карты Кикучи (EBSP – Electron Back Scattered Pattern), по которым определялся соответственно химический состав и пространственная группа, ориентировка кристаллитов. Поскольку работа штатных детекторов BSE и SE невозможна вследствие геометрии размещения образца в камере для представления фазового контраста (по среднему атомному номеру Z) и рельефа поверхности наклоненного образца использовались два верхних, регистрирующих рассеяние электронов “назад”, и два нижних, регистрирующих рассеяние электронов “вперед”, FDS кремниевых детектора (Forescatter Detector), окружающих фосфорный экран EBSD приставки. Из-за наклонного размещения образца пространственное разрешение EBSD-анализа более чем на порядок ниже разрешения в обычном режиме электронно-микроскопического анализа [6]; оно определяется объемом возбужде-

ния кристалла. Для ускоряющего напряжения 15–20 кэВ пространственное разрешение дифракционных картин циркона оценивается величиной порядка 1 мкм.

Фазовый анализ образцов проводился на основе химических (EDS) и дифракционных данных (EBSD) с использованием имеющейся базы данных без расчета параметров решетки структур; информация о параметрах решетки неявно содержится в угловой ширине полос Кикучи, однако не может быть извлечена в силу зависимости вида дифракционной картины от геометрии позиционирования образца в камере и ряда других факторов. Каждый фазовый анализ проводился после калибровки системы EBSD по эталонному образцу (Si); возможны также калибровки по известной, свободной от остаточных напряжений, фазе, присутствующей в образце [8].

Подготовка поверхности образцов играет решающее значение для получения качественных изображений и интерпретации результатов EBSD-

анализа; требуется как механическая шлифовка, так и химико-механическая полировка; слой напыления углеродом не должен превышать нескольких нанометров [24]. Зерна циркона, смонтированные в “шашке”, полировались в течение 2–5 мин с использованием алмазной пасты (1 мкм) и коллоидного раствора SiO_2 (50 нм), обеспечивающего химическое травление поверхности зерен. Рельеф поверхности образцов отражает различную химическую стойкость зон разной степени кристалличности (рис. 1в); степень травления увеличивается в ряду Ia->b->c->II. После полировки на поверхность напылялся углерод толщиной 5–7 нм.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Картины дифракции отраженных электронов. Основой анализа структуры EBSD-методом являются картины Кикучи, образующиеся на люминофорном экране в результате дифракционного отражения первичных электронов из приповерхностных слоев кристалла. На рис. 1 представлена типичная EBSP-картина, полученная от образца Mud Tank; она имеет вид регулярной системы светлых полос, ограниченных темными линиями Кикучи на непрерывном фоне. Геометрия картин Кикучи интерпретируется как гномоническая проекция кристаллической решетки на плоский экран люминофора, где точка падения первичного пучка на поверхность образца является центром проекции (см., например, [6]). Темные линии Кикучи соответствуют краям конусов электронной дифракции от определенных семейств атомных плоскостей (они выглядят прямыми, однако в действительности представляют собой гиперболы очень малой кривизны, образующиеся при сечении дифракционных кону-

сов плоскостью экрана); плоскость, проходящая через центр этих конусов и перпендикулярная их оси, является геометрической проекцией плоскости дифракции на экран. Углы, образуемые светлыми полосами Кикучи, соответствуют межплоскостным углам кристаллической структуры, точки пересечения полос – осям или полюсам зон обратной решетки. Угловая ширина полос Кикучи равна удвоенному брегговскому углу и, в соответствии с законом Брегга, пропорциональна величине $n \cdot \lambda / d_{hkl}$ (n – порядок рефлекса, λ – длина волны электрона, d_{hkl} – межплоскостное расстояние); экспериментально этот факт проявляется в уширении полос при снижении ускоряющего напряжения (увеличении длины волны электрона), при переходе от малых к большим значениям hkl , а также для отражений высоких порядков.

Индексация плоскостей на картинах Кикучи осуществляется в EBSD-методе с помощью автоматизированного распознавания изображений и выбора наиболее подходящих полос с последующим сравнением измеряемых межплоскостных углов и расстояний с соответствующими значениями из базы данных для различных кристаллических структур. Результат индексации плоскостей образца циркона представлен на рис. 2. Данная дифракционная картина однозначно идентифицируется как соответствующая тетрагональной структуре циркона (пространственная группа $I4_1/amd$).

Качество дифракционных картин. В случае структурного несовершенства дифрагирующего кристалла, наличия точечных дефектов, дислокаций, загрязнения поверхности, увеличения толщины слоя напыленного углерода, наложения дифракционных картин от нескольких микрокристаллитов и т.д., дифракционная картина размывается. Этот эффект имеет особое значение для циркона, степень кристалличности которого может существенно варьировать в зависимости от степени радиационного повреждения, примесного состава, гидратации, нестехиометрии. Следуя [6], вводится количественный параметр, характеризующий качество дифракционной картины, например, по резкости (профилю) краев отдельных полос и/или по контрасту полос. Карты параметра контраста полос для зерен циркона Мугоджар представлены на рис. 3 а, в. Области с высоким контрастом полос представлены светлыми, с низким контрастом полос – более темными областями. В темных областях индексация плоскостей затруднена или невозможна. В зерне 6-7 проиндексировано 66% сканированного участка, в зерне 8-6 – 33% поверхности. Видно, что зоны Ia и b характеризуются высоким контрастом полос, тогда как зоны Ic, II – более низким, причем качество дифракционной картины в зонах Ic и II одинаково низкое, несмотря на возможные физические различия причин размывания. Картирование поверхности зерен циркона по качеству

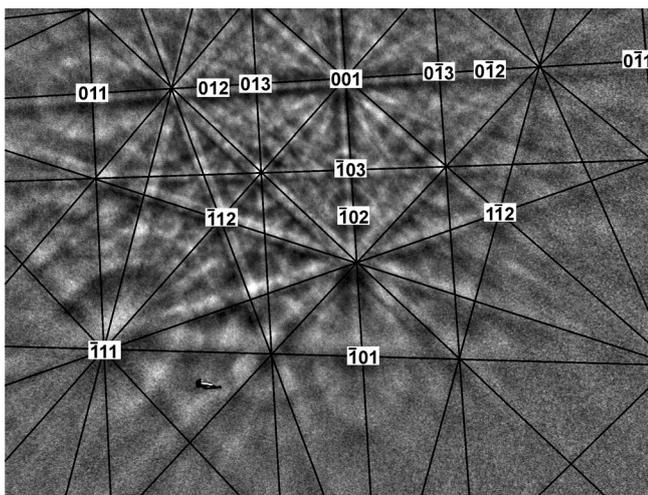


Рис. 2. Картина Кикучи дифракционного отражения первичных электронов из приповерхностных слоев образца Mud Tank с указанием результата индексации атомных плоскостей.

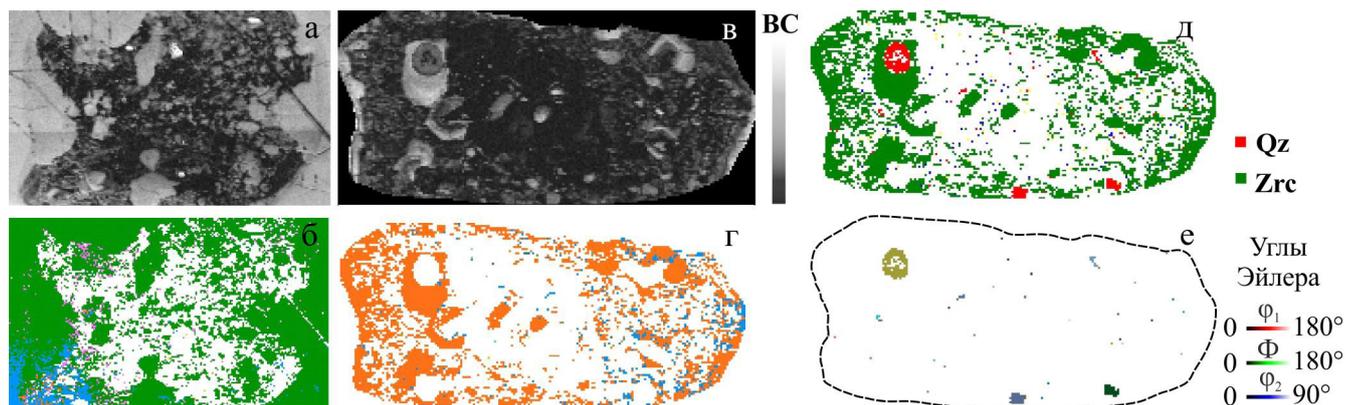


Рис. 3. Карты распределения контраста полос ВС дифракционных картин (а, в), карта фазового состава (д) и ориентировок кристаллитов циркона (б, г) и кварца (е) на поверхности зерен 6-7 (а, б) и 8-6 (в-е) циркона Мугоджар.

Фаза ZrC – зеленый цвет, Qz – красный (д). Цвет карт распределения ориентировок задан углами Эйлера; на “б”, “г”, “д” белым отображены области, в которых индексация не выполнена вследствие низкого контраста картин Кикучи; пунктиром выделены границы зерна 8-6.

EBSD-картин может быть использовано для визуализации локальных количественных различий степени кристалличности зерен.

Установлено, что значения ширины рамановской линии $\nu_3(\text{SiO}_2)$ в зонах Ia-с и II составляют 4.5–6.2, 7.0–10.1, 23.2–32.2 и 18.1–34.6 см^{-1} соответственно (спектрометр Horiba LabRAM HR800 Evolution, дифракционная решетка 1800 шт/мм, возбуждение He-Ne-лазером 633 нм, коррективировка на спектральное разрешение по [16]). Оценка накопленных доз авторадиации с использованием указанных значений, выполненная в рамках подхода [22] в предположении об отсутствии высокотемпературных воздействий на образец и “химического” вклада в уширение, дает значения ниже $0.7 \cdot 10^{18}$ α -расп/мг (начальная степень повреждения) в зонах Ia и Ib и выше $1.2 \cdot 10^{18}$ α -расп/мг (средняя и высокая степени повреждения) в зонах Ic и II. Таким образом, цирконы начальной степени радиационного повреждения кристаллической структуры могут быть успешно исследованы методом EBSD.

Фазовый анализ. Карты распределения содержания фаз в исследованных цирконах представлены на рис. 3д; в зерне 8-6 обнаружены шесть минеральных включений размером 5–50 мкм с химическим составом и структурой кварца.

Распределение ориентировок кристаллической решетки. Вид картин Кикучи зависит от ориентировки кристаллической решетки относительно люминесцентного экрана; этот факт позволяет с высокой точностью определять ориентировку анализируемого объема кристалла и исследовать текстуру материалов [6]. В программном обеспечении AZtec используется ряд методов для характеристики текстуры объектов, в том числе методы полюсных фигур и углов Эйлера (см., например, [4]). Прямые полюсные фигуры (ППФ) демон-

стрируют ориентацию конкретного семейства плоскостей (например, {100}, {111}, пр.) относительно выбранной внешней плоскости (например, плоскости сканирования или плоскости прокатки). Обратные полюсные фигуры (ОПФ), напротив, показывают ориентацию конкретных направлений (например, направления нормали к поверхности сканирования) относительно локальных кристаллографических систем координат кристаллитов. ОПФ строятся в области стандартного треугольника, образуемого тремя главными направлениями на стандартной проекции кристалла (для кубической сингонии – направления [001], [011] и [111], для тетрагональной – [001], [100] и [110] и т.д.). Полюсная плотность на ОПФ показывает долю кристаллитов (или точек измерения), полюса плоскостей {hkl} которых совпадают с указанным направлением в образце. Например, количество точек, сосредоточенных вблизи [001] на стандартном треугольнике ОПФ, характеризует количество кристаллитов (или точек измерения), для которых нормаль к плоскости сканирования образца близка к кристаллографическому направлению [001]. Углы Эйлера (три угла поворота) используются для представления взаимной ориентации систем координат, связанных с решеткой кристаллита и образца.

ОПФ в ортогональных направлениях X, Y и Z, характеризующие распределение ориентировок кристаллической решетки циркона в зернах 6-7, 8-6 и включений кварца в зерне 8-6, показаны на рис. 4. Зерна 6-7 и 8-6 ориентированы таким образом, что ось (100) близка к нормали плоскости полировки, составляя с ней углы 12 и 14° соответственно. Дисперсия точек в треугольниках (распределение полюсов) 3–8 и 3–5° для зерен 6-3 и 8-6 соответственно. Отметим, что дисперсия определяется как присущим образцу угловым разбро-

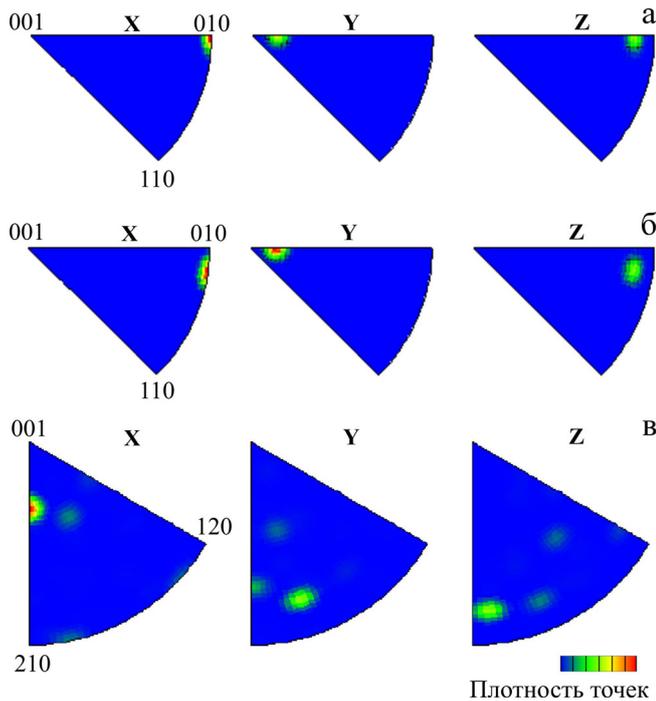


Рис. 4. Обратные полюсные фигуры, характеризующие распределение ориентировок кристаллической решетки циркона в зернах 6-7 (а), 8-6 (б) и включений кварца в зерне 8-6 (в).

сом ориентаций, так и точностью индексирования атомных плоскостей в точках измерения, т.е. измерительным фактором. Последний характеризуется значением среднего углового отклонения (MAD – Mean Angular Deviation); для всех точек индексирования величина MAD получена меньше 2° ; большинству точек в зернах 6-7 и 8-6 отвечают значения MAD 0.4 и 0.7° соответственно. Таким образом, можно заключить, что в исследованных зернах имеет место малоугловая разориентация решетки в пределах зерна.

Карты распределения ориентировок решетки циркона представлены на рис. 3б, г. Видно, что фрагменты циркона, обладающие достаточно высокой степенью кристалличности (по крайней мере, достаточной для индексации атомных плоскостей), ассоциированы не только с зонами Ia и Ib на периферии, но и присутствуют внутри сильно разупорядоченных зон Ic и II в центральной части кристалла. Они представляют собой округлые фрагменты размером до 80 мкм. Все изолированные фрагменты в центральной части ориентированы одинаково с периферией кристалла. Кроме того, некоторые узлы и линии на слабоконтрастных, неиндексированных картинах Кикучи зон Ic-II совпадают с дифракционными картинками в зонах Ia-b, что также указывает на близость ориентаций во всех зонах. Таким образом, наблюдается “ориентационная” целостность структуры все-

го зерна; это свидетельствует о том, что процессы преобразования минерала происходили с сохранением кристаллографической ориентации.

Карты распределения ориентировок (рис. 3е) и ОПФ (рис. 4в) включений кварца демонстрируют разориентацию на угол более 20° , это типично для минеральных включений, захваченных во время роста минерала.

Таким образом, определение на поверхности неоднородных образцов ориентации отдельных кристаллитов и локальной текстуры позволяет получать важную информацию о процессах роста и преобразования зерен циркона.

ВЫВОДЫ

С использованием нового оборудования – поставки EBSD NordlysNano к электронному микроскопу Jeol-6390LV – опробована методика анализа картин дифракции минералов и выполнено исследование микроструктурной неоднородности гетерогенных зерен циркона на примере пробы из метаморфических пород Мугоджар. Картирование поверхности зерен по качеству EBSD-картин использовано для визуализации локальных количественных различий степени кристалличности зерен; показано, что цирконы начальной степени радиационного повреждения могут быть успешно исследованы методом EBSD; выполнен микрофазовый анализ зерен и анализ распределения ориентировок его решетки и включений кварца; установлен факт малоугловой разориентации решетки циркона в пределах зерен и “ориентационная” целостность структуры зерна, что указывает на сохранение кристаллографической ориентации в процессах преобразования минерала.

Авторы признательны А.А. Краснобаеву за предоставленные образцы, В.И. Гроховскому и Г.А. Яковлеву за консультацию и помощь в подготовке образцов.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, гранты № 14-05-00172, “Мой грант” 14-05-31405, а также в рамках программы президиума УрО РАН, проект № 15-18-5-53 “Альпинотипные ультрамафиты Урала и связанное с ними хромитовое оруденение: геохимия и изотопия редких элементов, редокс-состояние Fe, Cr-содержащих минеральных твердых растворов, минералогия микровключений”, в ЦКП УрО РАН “Геоаналитик”.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Вотяков С.Л., Замятин Д.А., Щапова Ю.В., Поротников А.В., Краснобаев А.А. Особенности метамиктного состояния цирконов метаморфических пород

- Мугоджар на основе JPD-анализа их BSE-, CL-изображений и данных электронно-зондового микроанализа // Докл. АН. 2014. Т. 457, № 3. С. 332–336.
2. *Замятин Д.А., Щапова Ю.В., Поротников А.В., Вотяков С.Л., Краснобаев А.А.* К методике изучения химической гетерогенности циркона и состояния его кислородной подрешетки с использованием электронно-зондового микроанализатора // Ежегодник-2012. Тр. ИГГ УрО РАН. Вып. 160. 2013. С. 326–333.
 3. *Краснобаев А.А., Давыдов В.А.* Цирконовая геохронология Талдыкского блока Мугоджар // Докл. АН. 1999. Т. 366, № 1. С. 95–99.
 4. *Мейсон Д.К., Шух К.А.* Способы отображения текстуры // Метод дифракции отраженных электронов в материаловедении / Под ред. А. Шварца, М. Кумара, Б. Адамса, Д. Филда. М.: РИЦ Техносфера, 2014. С. 75–102.
 5. *Прайор Д.Д., Мариани Э., Уилер Д.* ДОО и науки о Земле: области применения, текущая практика, актуальные проблемы и задачи // Метод дифракции отраженных электронов в материаловедении / Под ред. А. Шварца, М. Кумара, Б. Адамса, Д. Филда. М.: РИЦ Техносфера, 2014. С. 479–500.
 6. *Шварцер Р.А., Филд Д.П., Эдамс Б.Л., Кумар М., Шварц А.Д.* Современное состояние и перспективы метода дифракции отраженных электронов // Метод дифракции отраженных электронов в материаловедении / Под ред. А. Шварца, М. Кумара, Б. Адамса, Д. Филда. М.: РИЦ Техносфера, 2014. С. 21–55.
 7. *Щапова Ю.В., Лютоев В.П., Замятин Д.А., Вотяков С.Л.* К аттестации природного циркона Mud Tank как стандарта для U-Pb LA-MC-ICP-MS-датирования // Ежегодник-2013. Тр. ИГГ УрО РАН. Вып. 161. 2014. С. 414–424.
 8. *Эль-Дашер Б., Дил Э.* Применение дифракции отраженных электронов для фазового анализа // Метод дифракции отраженных электронов в материаловедении / Под ред. А. Шварца, М. Кумара, Б. Адамса, Д. Филда. М.: РИЦ Техносфера, 2014. С. 141–163.
 9. *Cusack M., Perez-Huerta A., Dalbeck P.* Common crystallographic control in calcite biomineralization of bivalved shells // *Crystengcomm*. 2007. V. 9 (12). P. 1215–1218.
 10. *Dalbeck P., England J., Cusack M., Lee M.R., Fallick A.E.* Crystallography and chemistry of the calcium carbonate polymorph switch in *M. edulis* shells // *Eur. J. Miner.* 2006. 18 (5). 601–609.
 11. *Faul U.H., FitzGerald J.D.* Grain misorientations in partially molten olivine aggregates: an electron backscatter diffraction study // *Phys. Chem. Miner.* 1999. V. 26 (3). P. 187–197.
 12. *Feinberg J.M., Wenk H.R., Renne P.R., Scott G.R.* Epitaxial relationships of clinopyroxene-hosted magnetite determined using electron backscatter diffraction (EBSD) technique // *Am. Mineralog.* 2004. V. 89 (2–3). P. 462–466.
 13. *Franke C., Pennock G.M., Drury M.R., Engelmann R., Lattard D., Garming J.F.L., von Dobebeck T., Dekkers M.J.* Identification of magnetic Fe-Ti oxides in marine sediments by electron backscatter diffraction in scanning electron microscopy // *Geophys. J. Int.* 2007. V. 170 (2). P. 545–555.
 14. *Griesshaber E., Schmahl W.W., Neuser R., Pettke T., Blum M., Mutterlose J., Brand U.* Crystallographic texture and microstructure of terebratulide brachiopod shell calcite: an optimized materials design with hierarchical architecture // *Am. Mineralog.* 2007. V. 92 (5–6). P. 722–734.
 15. *Haddad S.C., Worden R.H., Prior D.J., Smalley P.C.* Quartz cement in the Fontainebleau sandstone, Paris basin, France: crystallography and implications for mechanisms of cement growth // *J. Sediment. Res.* 2006. V. 76 (1–2). P. 244–256.
 16. *Irmer G.* Zum Einfluß der Apparatefunktion auf die Bestimmung von Streuquerschnitten und Lebensdauern aus optischen Phononenspektren // *Exp Tech Phys.* 1985. V. 33. P. 501–506.
 17. *Kaczmarek M.-A., Reddy S.M., Timms N.E.* Evolution of zircon deformation mechanisms in a shear zone (Lanzo massif, Western-Alps) // *Lithos*. 2011. V. 127. P. 414–426.
 18. *Ma C., Rossman G.R.* Barioperovskite, BaTiO₃, a new mineral from the Benitoite Mine, California // *Am. Mineralog.* 2008. V. 93 (1). P. 154–157.
 19. *MacDonald J. M., Wheeler J., Harley S.L., Mariani E., Goodenough K.M., Crowley Q., Tatham D.* Lattice distortion in a zircon population and its effects on trace element mobility and U–Th–Pb isotope systematics: examples from the Lewisian Gneiss Complex, northwest Scotland // *Contrib. Mineral. Petrol.* 2013. V. 166. P. 21–41.
 20. *Mork M.B.E., Moen K.* Compaction microstructures in quartz grains and quartz cement in deeply buried reservoir sandstones using combined petrography and EBSD analysis // *J. Struct. Geol.* 2007. V. 29 (11). P. 1843–1854.
 21. *Moser D.E., Cupelli C.L., Barker I.R., Flowers R.M., Bowman J.R., Wooden J., Hart R.* New zircon shock phenomenon for dating and reconstruction of large impact basins revealed by electron nanobeam (EBSD, CL, EDS), U-Pb, and (U-Th)/He isotopic analysis of the Vredefort Dome // 42-nd Lunar and Planetary Science Conference. Texas. 2011. LPI Contribution No. 1608. P. 2462.
 22. *Nasdala L., Wenzel M., Vavra G., Irmer G., Wenzel T., Kober B.* Metamictisation of natural zircon accumulation versus thermal annealing of radioactivity-induced damage // *Con. Mineral. Petrol.* 2001. V. 141. P. 125–144.
 23. *Nemchin A., Timms N.E., Pidgeon R., Geisler T., Reddy S., Meyer C.* Timing of crystallization of the lunar magma ocean constrained by the oldest zircon // *Nat. Geosci.* 2009. V. 2. P. 133–136.
 24. *Prior D.J., Trimby P.W., Weber U.D., Dingley D.J.* Orientation contrast imaging of microstructures in rocks using foreshooter detectors in the scanning electron microscope // *Mineral. Mag.* 1996. V. 60. P. 859–869.
 25. *Reddy S.M., Timms N.E., Pantleon W., Trimby P.* Quantitative characterization of plastic deformation of zircon and geological implications // *Contrib. Mineral. Petrol.* 2007. V. 153 (6). P. 625–645.
 26. *Romeo I., Capote R., Lunar R., Cauzer N.* Polyminalitic orientation analysis of magmatic rocks using electron backscatter diffraction: implications for igneous fabric origin and evolution // *Technophys.* 2007. V. 444 (1–4). P. 45–62.
 27. *Schwartz J.J., John B.E., Cheadle M.J., Wooden J.L., Mazdab F., Swapp S., Grimes C.B.* Dissolution–reprecipitation of igneous zircon in mid-ocean ridge gabbro,

- Atlantis Bank, Southwest Indian Ridge // *Chem. Geol.* 2010. V. 274. P. 68–81.
28. *Timms N.E., Kinny P.D., Reddy S.M., Evans K., Clark C., Healy D.* Relationship among titanium, rare earth elements, U–Pb ages and deformation microstructures in zircon: Implications for Ti-in-zircon thermometry // *Chem. Geol.* 2011. V. 280. P. 33–46.
29. *Timms N.E., Reddy S.M.* Response of cathodoluminescence to crystal-plastic deformation in zircon // *Chem. Geol.* 2009. V. 261 (1–2). P. 12–24.
30. *Valcke S.L.A. Casey M., Lloyd G.E., Kendall J.M., Fisher Q.R.* Lattice preferred orientation and seismic anisotropy in sedimentary rocks // 2006. *Geophys. J. Int.* V. 166 (2). P. 652–666.