

Дифракция отраженных электронов в исследовании микродеформаций в зернах циркона из метеоритных кратеров: методические аспекты

А. А. Давлетшина, Н. С. Чебыкин, Д. А. Замятин

*Институт геологии и геохимии им. академика А.Н. Заварицкого УрО РАН, 620110, г. Екатеринбург,
ул. Академика Вонсовского, 15, e-mail: alina.davl@yandex.ru*

Поступила в редакцию 01.04.2025 г., принята к печати 14.04.2025 г.

Предмет исследования. Описание методических аспектов пробоподготовки и дифракции отраженных электронов в исследовании микродеформаций в зернах циркона. **Объекты исследования и методы.** При помощи сканирующей электронной микроскопии (SEM) и метода дифракции отраженных электронов (EBSD) исследованы фрагменты импактитов из ударно-преобразованной породы кратеров Вредерфорт (ЮАР) и Кара (хр. Пай-Хой, п-ов Югорский, Россия). **Результаты.** Поиск циркона с определенными микродеформациями требует детального обследования значительных площадей полированных фрагментов породы с высоким пространственным разрешением (десятки нм), что требует значительных затрат приборного времени. Для оперативного и надежного выявления микродеформаций в цирконе необходимо решение ряда методических вопросов: (1) анализ значимости влияния условий регистрации дифракционных картин (EBSP-изображений) при разном ускоряющем напряжении пучка (10, 20, 29 кВ) на соотношения сигнал/шум, пространственное разрешение и ширину полос Кикучи, (2) сравнение карт зерна циркона, полученных при 10, 20 и 29 кВ, (3) разработка алгоритма поиска минералов и диагностики деформаций в минералах, (4) апробация методики на зернах циркона из метеоритных кратеров Вредерфорт и Кара. **Выводы.** Отработана методика пробоподготовки шлифов для EBSD-метода, рассмотрены методы обработки EBSD-данных, позволяющих повысить качество индексирования дифракционных изображений Кикучи. Повышена эффективность обнаружения и анализа ударно-преобразованных зерен циркона с использованием сканирующего электронного микроскопа, оптимизированы условия регистрации электронных изображений и EBSD-карт; разработан алгоритм поиска минералов в шлифах (срезы пород). Методика апробирована на серии из 50 шлифов импактных пород Кара и Вредерфорта, в результате чего обнаружено 436 зерен циркона, среди которых выявлены все известные типы микродеформаций зерен циркона.

Ключевые слова: циркон, микродеформации, сканирующая электронная микроскопия, метод дифракции отраженных электронов

Источник финансирования

Работа выполнена в рамках государственного задания ИГГ УрО РАН, темы № 123011800012-9 и № 124020300057-6 с использованием оборудования ЦКП “Геоаналитик” ИГГ УрО РАН

Electron backscatter diffraction in the study of microdeformations in zircon grains from meteorite craters: methodological aspects

Alina A. Davletshina, Nikolai S. Chebykin, Dmitriy A. Zamyatin

*A.N. Zavaritsky Institute of Geology and Geochemistry, UB RAS, 15 Academician Vonsovsky st., Ekaterinburg 620110, Russia,
e-mail: alina.davl@yandex.ru*

Received 01.04.2025, accepted 14.04.2025

Subject of Research. Methodological aspects of sample preparation and electron backscatter diffraction (EBSD) in the study of microdeformations in zircon grains. **Objects and Methods.** Fragments of impactites from shock-metamorphosed rocks of the Vredefort (South Africa) and Kara (Pay-Khoy Ridge, Yugorsky Peninsula, Russia) impact craters were investigated using scanning electron microscopy (SEM) and electron backscatter diffraction. **Results.** The identification of zircon grains with specific microdeformations requires high-spatial-resolution (tens of nanometers) examination of

Для цитирования: Давлетшина А.А., Чебыкин Н.С., Замятин Д.А. (2025) Дифракция отраженных электронов в исследовании микродеформаций в зернах циркона из метеоритных кратеров: методические аспекты. *Литосфера*, 25(2), 309–319. <https://doi.org/10.24930/2500-302X-2025-25-2-309-319>. EDN: WGKFCX

For citation: Davletshina A.A., Chebykin N.S., Zamyatin D.A. (2025) Electron backscatter diffraction in the study of microdeformations in zircon grains from meteorite craters: methodological aspects. *Lithosphere (Russia)*, 25(2), 309–319. (In Russ.) <https://doi.org/10.24930/2500-302X-2025-25-2-309-319>. EDN: WGKFCX

large polished rock surfaces, which demands significant instrument time. To reliably detect microdeformations in zircon, the following methodological challenges were addressed: (1) analyzing the influence of Electron Backscatter Diffraction Pattern (EBSD) imaging conditions at different beam accelerating voltages (10, 20, and 29 kV) on the signal-to-noise ratio, spatial resolution, and Kikuchi band width; (2) comparing zircon grain orientation maps obtained at different voltages; (3) developing an algorithm for mineral identification and microdeformation finding; and (4) validating the methodology on zircon grains from the Vredefort and Kara impact craters. *Conclusions.* The sample preparation methodology for EBSD analysis was refined, and methods for processing EBSD data to improve Kikuchi diffraction pattern indexing were explored. The efficiency of detecting and analyzing shock-metamorphosed zircon grains using scanning electron microscopy was enhanced through optimized electron imaging and EBSD mapping conditions. An algorithm for mineral identification in thin sections (rock slices) was developed. The methodology was validated on a series of 50 thin sections from the Kara and Vredefort impactites, resulting in the identification of 436 zircon grains, including all known types of zircon microdeformations.

Keywords: zircon, microdeformations, scanning electron microscopy, electron backscatter diffraction

Funding information

This work was supported by the state assignments of the Institute of Geology and Geochemistry, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences (Projects No. 123011800012-9 and No. 124020300057-6) using the equipment of the Geoanalytik Shared Research Facility

ВВЕДЕНИЕ

Импактные (ударные) процессы при образовании метеоритных кратеров носят экстремальный и динамичный характер: дробление, плавление и испарение вещества, после чего идут конденсация пара, кристаллизация расплава, частичная перекристаллизация, перемещение и отложение продуктов дробления (в контактной зоне мгновенно достигаются давление до 1500 ГПа и температура до 10 000°C) (Фельдман, 2018). Деформационные микроструктуры и внутреннее строение минералов из импактитов являются индикаторами достигнутых ударных давлений и температур. Циркон – важнейший акцессорный минерал-геохронометр, отличается высокой стойкостью к внешним давлениям вплоть до 80 ГПа, при которых происходит практически полное плавление пород мишени. Циркон относится к подгруппе островных силикатов, кристаллизуется в тетрагональной сингонии с пространственной группой I41/amd, имеет дитетрагонально-дипирамидальный вид симметрии L44L25PC (Finch, Hanchar, 2003). Структурную основу циркона составляют тетраэдрические $[\text{SiO}_4]^{4-}$ и додекаэдрические $[\text{ZrO}_8]^{12-}$ анионные группы; тетраэдры SiO_4 чередуются вдоль L4 с ионами Zr. Для зерен циркона из импактитов характерно образование плоских трещин (planar fractures = PFs), плоских полос деформаций (planar deformation bands = PD-Bs), “Шахматной доски” (checkerboard patterns), микродвойников (microtwins), гранулярного строения (granular zircon), пор (micro-porosity), рейдита (reidite) и простых оксидов (silica and zirconia SiO_2 и ZrO_2).

Дифракция отраженных электронов (EBSD) в реализации на сканирующем электронном микроскопе (SEM) применяется как основной метод

диагностики и поиска микроструктур деформаций в импактных минералах. Метод EBSD позволяет определять в точке размером до 20 нм пространственную группу и ориентацию элементарной ячейки с погрешностью до 0.1° (Britton, Hickey, 2018). Метод EBSD крайне чувствителен к несовершенству поверхности, поскольку формирование полос Кикучи происходит в приповерхностном слое. Условием получения качественных EBSD-карт является качественная пробоподготовка. Недостаточно качественная подготовка образцов с использованием абразивов может привести к возникновению наведенных дефектов и деформаций поверхности, в том числе пластической неупругой деформации, которая может индуцировать образование полос скольжения. В связи с этим после механической шлифовки и полировки необходимо удаление поврежденного слоя методом химико-механического полирования, либо химического, электрохимического или ионного травления по отработанным методикам для циркона.

Микроскопические исследования зерен циркона носят диагностически-поисковый характер в условиях малого количества зерен, что требует тщательности и стадийности исследования для выявления редких и индикаторных особенностей зерен, поскольку каждая индикаторная находка может означать определенные условия образования. Поиск циркона с определенными микродеформациями требует детального обследования значительных площадей полированных фрагментов породы методом SEM-EBSD с высоким пространственным разрешением (десятки нм), что требует значительных затрат приборного времени и исследования в широком диапазоне масштабов от единиц сантиметров до нанометров. При первичном EBSD-картировании настройки регистрации долж-

ны быть унифицированы и позволять диагностировать все известные типы микродеформаций в цирконе разной степени кристалличности. Для оперативного и надежного выявления микродеформаций в цирконе необходимо решение ряда методических вопросов подготовки образцов, настройки прибора, отработки процедур выявления зерен с микродеформациями и регистрации ориентационных EBSD-карт.

Цель работы – оптимизация, отработка и апробация методики выявления и исследования микродеформаций в зернах циркона из пород метеоритных кратеров методом дифракции отраженных электронов с использованием SEM Tescan Mira с детектором EBSD Oxford Nordlys Nano.

ОБОРУДОВАНИЕ, ОБРАЗЦЫ И ПРОБОПОДГОТОВКА

Регистрация изображений в обратно рассеянных электронах (BSE), вторичных электронах (SE), прямо рассеянных электронах (FSE) и EBSD-карт выполнена на SEM Tescan MIRA LMS с катодом Шоттки, оснащенный приставками Oxford Instruments EDS X-max80 и EBSD Nordlys Nano (матрица размером 1344×1024 пикселей). EBSD-данные были получены в Aztec v3.1 и обрабатывались в программе Channel5. Напыление образцов выполнено на напылительной установке Quorum Q150TE. В качестве образцов исследования использовались фрагменты импактитов из ударно-преобразованной породы кратеров Вредерфорт (ЮАР) и Кара (хр. Пай-Хой, п-ов Югорский, Россия).

Первичная подготовка образцов выполнена с использованием отрезного станка и алмазных порошков с размером абразива 9, 6 и 3 мкм, финишная полировка – с использованием шлифовально-полировального станка Struers LaboPol-20, сукна для химико-механической полировки MD-Chem, колло-

идной суспензии оксида кремния со щелочной средой ($\text{pH} = 9.8$) и размером частиц 0.04 мкм; оксидное полирование проводилось при 300 об/мин в течение 5–15 минут. Этапная подготовка с уменьшением размера абразивов позволила свести к минимуму “наведенный” пластический деформированный в результате механической обработки слой.

Сыпучие и пористые образцы зювитов дополнительно пропитывались эпоксидной смолой (рис. 1). Для обеспечения стока заряда с поверхности образцов на поверхность наносилось токопроводящее тонкое покрытие углеродом толщиной 7–10 нм. Проверка качества полировки поверхности диагностировалась на оптическом микроскопе Olympus BX51, объективы $\times 20$, $\times 50$ и $\times 100$.

Медленное отклонения пучка электронов во время картирования (скорость менее 2% в час) компенсировалось программно в программе Aztec. Для снижения эффекта накопления заряда понижались ток пучка и ускоряющее напряжение до приемлемых отношений сигнал/шум: режим *depth*, ускоряющее напряжение – 10–20 кВ, ток – 1–10 нА, шаг 0.5–0.05 мкм и рабочее расстояние 18–20 мм, увеличивалось время экспозиции и проводилось усреднение нескольких кадров.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Зависимость качества EBSD-карт от параметров электронного пучка. Различные условия регистрации EBSP-изображений (дифракционных изображений) (время, ток и ускоряющее напряжение пучка электронов) определяют вариации соотношения сигнал/шум, пространственное разрешение и ширину полос Кикучи. Для анализа значимости влияния этого эффекта на качество индексации дифракционных изображений в зерне циркона с хорошим стоком заряда были получены EBSP-изображения при трех разных ускоряющих напря-

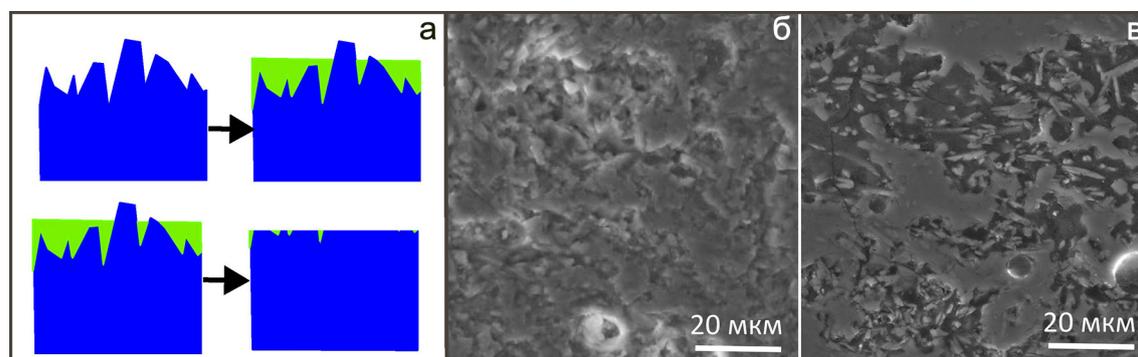


Рис. 1. Схема подготовки образцов (синий цвет – образец; зеленый цвет – эпоксидная смола) (а), SE-изображения образца до (б) и после (в) пропитки эпоксидной смолой.

Fig. 1. Sample preparation scheme (blue – sample; green – epoxy resin) (a), SE images of the sample before (b) and after (v) epoxy resin impregnation.

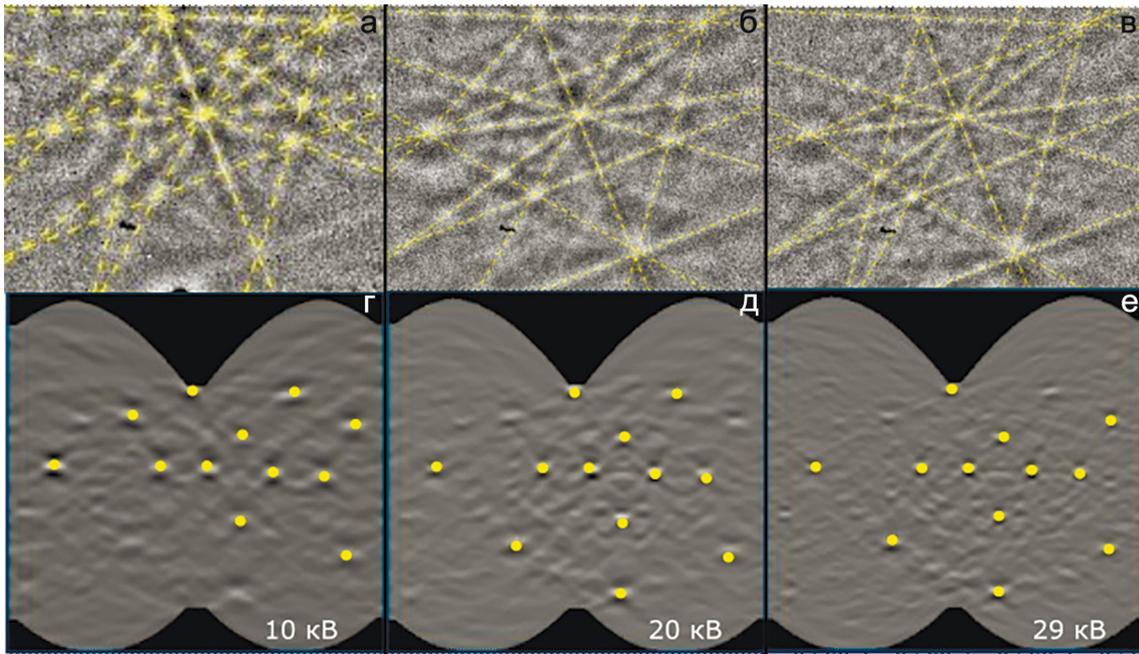


Рис. 2. Электронно-дифракционные изображения (а–в) и соответствующие изображения в пространстве Хафа (г–е) циркона из импактитов кратера Кара при различных значениях ускоряющего напряжения СЭМ $U = 10$ (а, г), 20 (б, д) и 29 кВ (в, е).

Fig. 2. Electron diffraction patterns (а–в) and corresponding Hough space images (г–е) of zircon from Kara crater impactites at different SEM accelerating voltages: $U = 10$ (а, г), 20 (б, д), and 29 kV (в, е).

жениях (рис. 2а–в), из которых следует, что снижение напряжения и тока приводит к уширению полос Кикучи и увеличению шумовой составляющей. В пространстве Хафа (рис. 2г–е), которое используется для обнаружения полос Кикучи, несмотря на низкое соотношение сигнал-шум, алгоритмы поиска экстремумов довольно точно определили положение пиков (см. рис. 2г–е, желтые точки), благодаря чему с достаточной точностью проведены модельные полосы Кикучи (см. рис. 2а–в, желтый пунктир).

Рассматривая EBSD-карты при разных настройках напряжения и тока пучка стоит учитывать изменения интенсивности сигнала. Сравнение карт зерна циркона, полученных при 10, 20 и 29 кВ показывает (рис. 3), что при 10 кВ ниже доля идентифицированных пикселей (44.36%, табл. 1), хуже контраст полос (58.92%, см. табл. 1) и требуется повышение настроек биннинга до 8X8 (настройки детектора, при которых по каждой стороне понижается количество точек дифракционного изображения в восемь раз, но пропорционально увеличивается их яркость) для оптимизации времени съемки (см. рис. 3а). При 20 кВ улучшается соотношение сигнал/шум, что позволяет получать картины с меньшим биннингом (4X4), а также увеличивается процент решений дифракционных картин (57.33%, см. табл. 1) за счет увеличения количества дифра-

гирующих электронов (см. рис. 3в). Напряжение в 29 кВ улучшает идентификацию пикселей на границе зерен в горизонтальном направлении за счет повышения латерального разрешения, но приводит к ухудшению пространственного разрешения в вертикальном направлении, горизонтальное разрешение имеет лучшие значения, за счет минимального диаметра пучка, но распространяется на большие расстояния в вертикальном направлении. Также высокий ток сокращает время съемки и может привести к накоплению заряда. Кроме того, наблюдается сужение полос Кикучи, как следствие улучшается совпадения эксперимента с шаблоном (см. рис. 3в). Снижение напряжения приводит к ухудшению отношения сигнал/шум, но проявление эффекта на EBSD-картах наблюдается только для участков с низкой степенью кристалличности (см. табл. 1, центральная часть зерна на рис. 3). Такой эффект объясняется более высоким пространственным разрешением и уменьшением объема генерации сигнала.

Алгоритм поиска минералов и диагностики деформаций в минералах. Методика поиска и выявления ударных микроструктур деформации в зернах циркона методом SEM-EBSD, включает нижеприведенные этапы (рис. 4).

Обзорная BSE-панорама шлифа. Панорама представляет собой изображение шлифа, по-

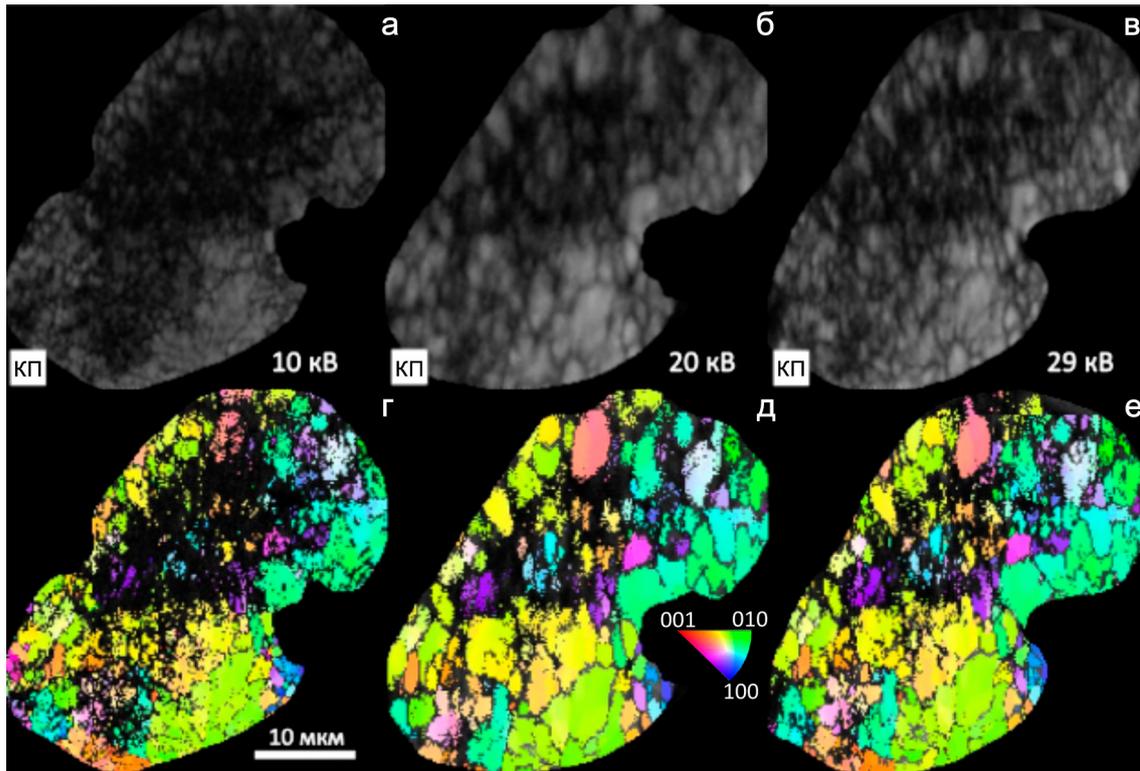


Рис. 3. EBSD-карты внутреннего участка поликристаллического зерна циркона из кратера Кара при различных значениях $U = 10$ (а, г), 20 (б, д) и 29 кВ (в, е) с аморфизованной центральной частью; а–в – контраст полос изображений Кикучи в оттенках серого; г–е – ориентационные карты с цветовым кодированием обратной полюсной фигуры.

Fig. 3. EBSD maps of the internal region of a polycrystalline zircon grain from Kara crater at different accelerating voltages: $U = 10$ (а, г), 20 (б, д), and 29 kV (в, е), with an amorphized central part; а–в – Kikuchi band contrast in grayscale; г–е – orientation maps with inverse pole figure color coding.

Таблица 1. Количественная оценка качества EBSD-карт при разных ускоряющих напряжениях U (кВ): контраста полос изображений (КП); среднего углового отклонения решения от EBSP (СУО); доли точек карты, для которых найдены решения (определены ориентации кристаллической решетки) (кол-во решений)

Table 1. Quantitative assessment of EBSD map quality at different accelerating voltages U (kV): band contrast (КП), mean angular deviation (COY) from EBSP, and fraction of indexed points (кол-во решений)

№	U	Средний КП	Кол-во решений, %	Среднее СУО
1	10	58.92	44.36	0.75
2	20	78.84	57.33	0.73
3	29	77.89	57.56	0.64

лученное посредством сборки (сшивки) BSE-изображений его отдельных участков, размером 1500×1500 мкм (см. рис. 4а–в). Оптимальные параметры регистрации приведены в табл. 2; размер пикселя при регистрации панорамы составляет 2–5 мкм, что позволяет выявлять по BSE-яркости и морфологии практически все зерна циркона размером более 15 мкм (см. рис. 4в); обнаружить циркон по яркости BSE можно, предварительно оценив соответствующую циркону яркость в диагностированных зернах по EDS-спектру или CL-изо-

бражениям – циркон отличается от других акцессорных минералов сочетанием высокой яркости BSE и CL при условии низкой степени метамиктности. Сопоставление оптических (см. рис. 4г) и электронных изображений (см. рис. 4а) позволяет установить минеральное окружения, в котором находится зерно циркон без применения EDS-детектора.

Электронные (BSE и SE) и катодные изображения (CL) зерен циркона. После выбора зерен производится детализированная съемка BSE- и

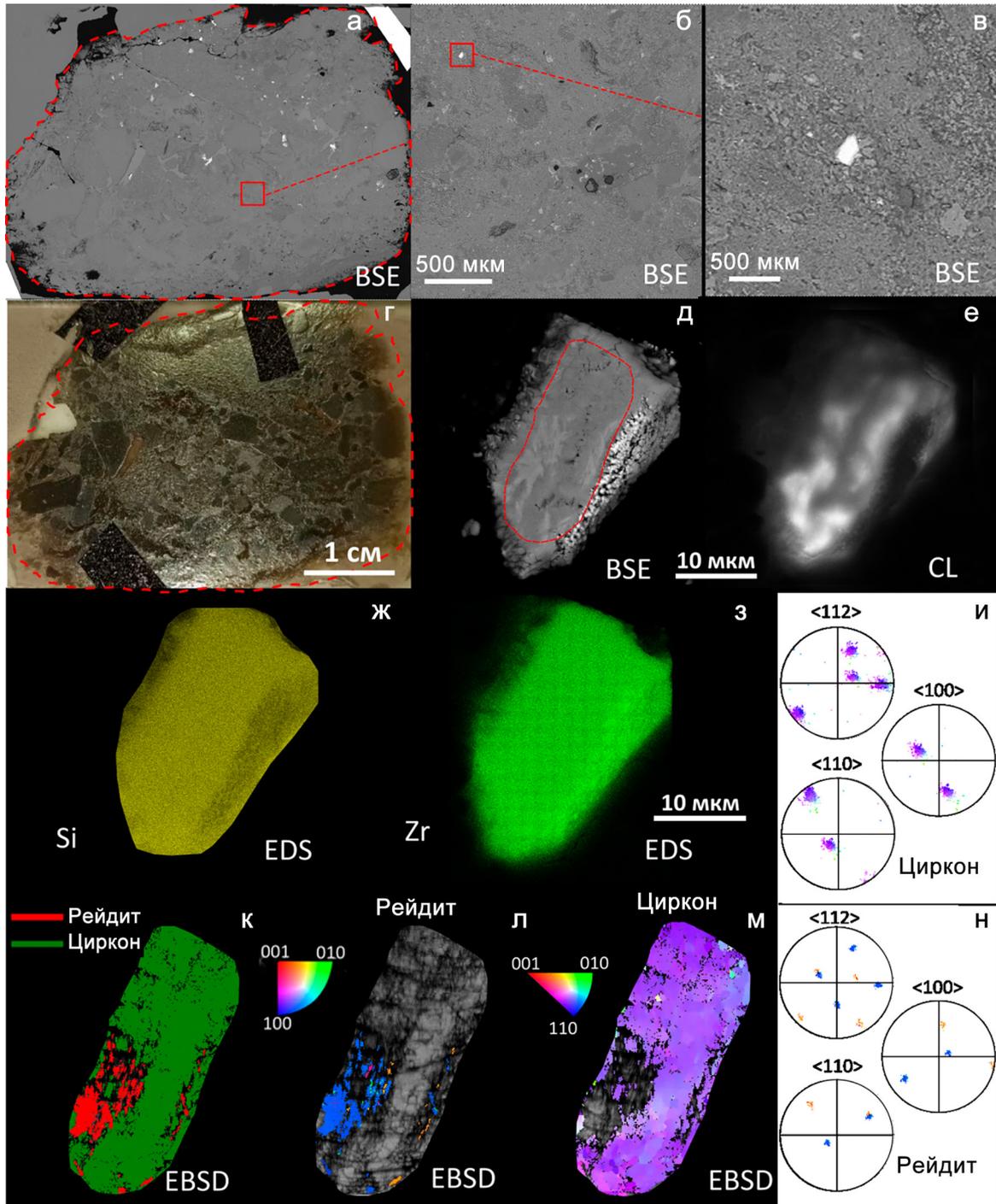


Рис. 4. EBSD-данные шлифа с цирконами из импактитов кратера Кара.

а – BSE-панорама шлифа; б – увеличенный фрагмент рис. а, отмеченный красным; в – увеличенный фрагмент рис. б с зерном циркона, отмеченный красным; г – оптическое изображение шлифа; д, е – BSE- и CL-изображения зерна циркона с рейдитом и ZrO_2 ; ж, з – распределение содержания Si и Zr по данным EDS-картирования циркона; к – фазовая карта по данным EBSD-картирования; л, м – ориентационные карты рейдита и циркона, и–н – соответствующие полюсные фигуры фазы рейдита и циркона.

Fig. 4. EBSD data of a thin section with zircons from Kara crater impactites.

а – BSE panorama of the thin section; б – enlarged fragment marked in red in а; в – enlarged fragment in б with a zircon grain marked in red; г – optical image of the thin section; д, е – BSE and CL images of a zircon grain with reidite and ZrO_2 ; ж, з – Si and Zr distribution from EDS mapping of zircon; к – phase map from EBSD mapping; л, м – orientation maps of reidite and zircon; и–н – corresponding pole figures for reidite and zircon phases.

Таблица 2. Параметры SEM, оптимизированные для регистрации EBSD-карт (ускоряющее напряжение U, ток зонда I, шаг Δ, время на 1 пиксель τ) различных микроструктур деформаций в цирконе из импактитов кратеров Кара и Вредефорт

Table 2. Optimized SEM parameters for EBSD mapping (accelerating voltage U, probe current I, step size Δ, dwell time per pixel τ) of different deformation microstructures in zircon from Kara and Vredefort crater impactites

Микроструктуры деформаций	U (кВ)/I (нА)/Δ (нм)/τ (мкс)			
	Панорама шлифа	BSE- и CL-изображения зерен	Элементное картирование	EBSD-карты
<i>Плоские микроструктуры деформаций, контролируемые кристаллической структурой</i>				
Микродвойники	20/0.8/2000/3.2	20/0.8/ > 7/10	20/0.8/3000-4000/3000	25/5/50-500/ПО
Плоские трещины		20/0.8/ > 7/3.2	Н.и.	25/5/50-500/ПО
Плоские полосы деформаций		20/0.8 > 7/10	Н.и.	25/5/50-500/ПО
“Шахматная доска”		20/0.8 > 7/3.2	Н.и.	20/10/500/ПО
<i>Гранулярное и/или пористое строение</i>				
Гранулы	20/0.8/2000/3.2	20/0.8 > 7/3.2	20/0.8/2000-3000/3000	20/10/500/ПО
Поры		20/0.8 > 7/3.2	Н.и.	20/10/500/ПО
<i>Полиморфная модификация</i>				
Рейдит	20/0.8/2000/3.2	20/0.8 > 7/3.2	20/0.8/2000-3000/6000	20/5/50/ПО
<i>Продукты распада</i>				
Простые оксиды	20/0.8/2000/3.2	20/0.8 > 7/10	20/0.8/1000-2000/6000	20/5/50/ПО

Примечание: Н.и. – исследование неинформативно для данных микроструктур деформаций; ПО – значение автоматически подбирается программным обеспечением.

Note. Н.и. – non-informative for the given deformation microstructures; ПО – software-adjusted value.

SE-изображений зерен с высоким разрешением; оптимальные параметры регистрации приведены в табл. 2. Настройка яркости и контраста оптимизируются для каждого из зерна циркона для достижения максимального проявления деталей внутреннего строения. По полученным данным производится классификация зерен по морфологии и внутреннему строению. По BSE-изображениям могут быть обнаружены планарные трещины, гранулярное строение, признаки распада (ZrO_2 , SiO_2), полиморфы циркона (рейдит), разориентация циркона на большие углы; SE-изображения позволяют с большим разрешением исследовать морфологические особенности полифазного циркона. CL-изображения используются для наблюдения контраста по степени метамиктности и, как правило, проявляют ростовую зональность и участки вторичных изменений, но также по ним могут быть выявлено образование рейдита по вариации яркости (см. рис. 4е) или контуры зерна до его ударной деформации (рис. 5б).

EDS-картирование и точечные спектры. В зернах циркона могут присутствовать более яркие по BSE включения U-Th-минералов, рейдит, ZrO_2 , надежно диагностировать которые можно по EDS-спектрам. В связи с этим после детальной BSE-съемки производится EDS-картирование зерен или точечные измерения в зернах с признаками присутствия дополнительных фаз (ZrO_2 , рейдит).

Например, карты распределения концентраций Si и Zr позволяют по соотношению элементов установить образование фазы ZrO_2 , проявляющейся в виде ярких округлых образований (см. рис. 4д–з). Если фазы по химическому составу не отличаются от вмещающего зерна, но имеют отличную BSE-яркость, то предположительно присутствует высокобарическая фаза циркона (рейдит).

Ориентационные EBSD-гиперкарты. Предварительный анализ BSE-, CL-изображений и EDS-данных позволяют сделать первичные предположения микродеформаций в цирконе и выбрать зерна для EBSD-картирования. Режим регистрации EBSD-карт выбирается в соответствии с внутренним строением зерна и микродеформациями (см. табл. 2); в качестве потенциальных фаз необходимо включить циркон, рейдит и бадделейт. EBSD-карты позволяют извлечь обширные данные: карты ориентаций (см. рис. 4л, м), контраста полос Кикучи, распределения фаз (см. рис. 4к), разориентацию относительно кристаллографического направления, межзерновых границ, построить полюсные фигуры (см. рис. 4и, н) и др. С использованием EBSD-карт уточняется тип микродеформаций, выявляются особенности ориентационных данных и предполагаются соответствующие условия формирования деформаций.

Для примера на рис. 5 представлены данные исследования зерна циркона Zrn_{32} шлифа Les04b

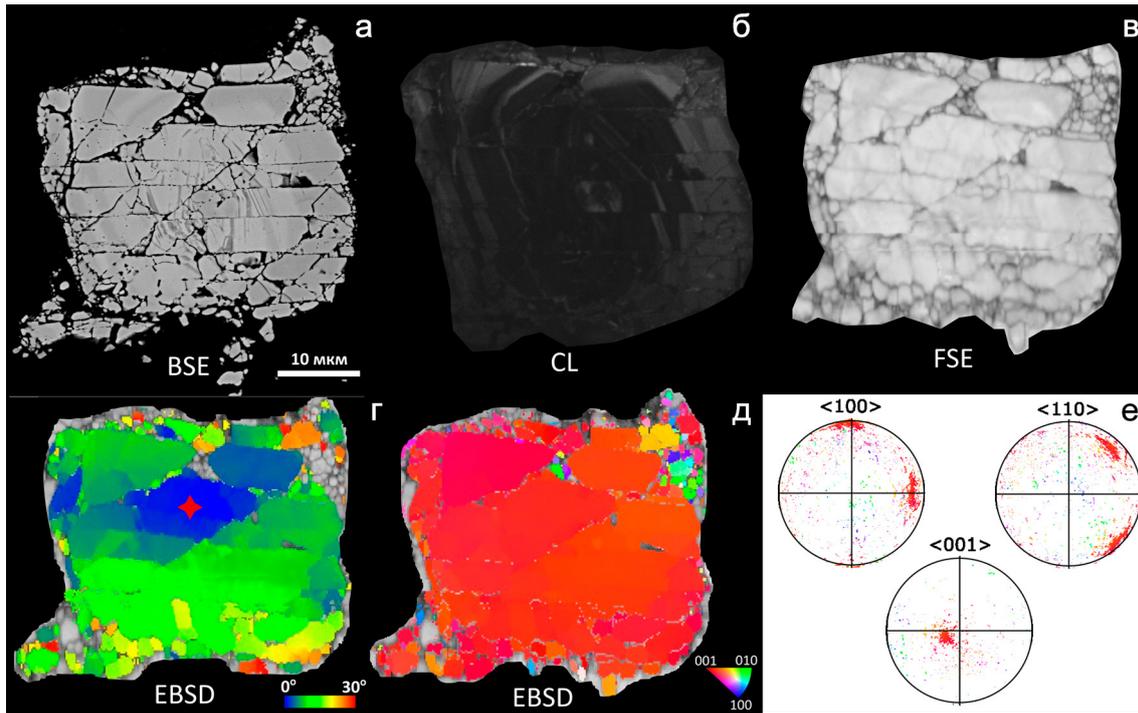


Рис. 5. Циркон Zrn_32 из шлифа Les04b импактитов кратера Вредефорт.

а – BSE-изображение; б – CL-изображение; в – FSE-изображения; г – карта отклонения ориентации во вмещающем цирконе относительно точки (красная звездочка), где от синего до красного 30° ; д – карта ориентаций циркона, цветовая кодировка задана обратной полюсной фигурой; е – полюсные фигуры, показывающие ориентации осей зерна циркона $\langle 100 \rangle$, $\langle 001 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, цветовая кодировка соответствует рис. д.

Fig. 5. Zircon grain Zrn_32 from thin section Les04b of Vredefort crater impactites.

а – BSE image; б – CL image; в – FSE image; г – orientation deviation map relative to the reference point (red star), with blue to red representing $0\text{--}30^\circ$; д – orientation map of zircon with inverse pole figure color coding; е – pole figures showing zircon grain orientations $\langle 100 \rangle$, $\langle 001 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, color-coded as in д.

из кратера Вредефорт. На BSE-изображениях проявляется микроструктура с блочным строением, зерно разбито двумя наборами плоских трещин в направлениях $\langle 110 \rangle$ и $\langle 100 \rangle$, что характерно для ударных воздействий. Первичная ростовая зональность проявляется на CL-изображениях и показывает ее сдвиговое прерывание на трещинах, пониженная BSE-яркость участков в ядре указывает на произошедшие вторичные изменения в результате диффузионно-реакционных процессов с участием водного флюида, который мог проникнуть по трещинам. Разориентация блоков не систематическая и достигает значений более 30° (рис. 5г). В правом крайнем углу фиксируются более значительные разориентации до 90° ; распределения точек на полюсных фигурах (рис. 5е) говорят о том, что они не носят системный характер и должны быть обусловлены значительным краевым дроблением.

Апробация методики на зернах циркона из метеоритных кратеров с проявленными ударными микродеформациями. Детально исследовано 7 об-

разцов из кратера Вредефорт и 43 образца из кратеров Карского и Усть-Карского в виде полированных шлифов 25×45 мм. Изучено 50 шлифов, зарегистрировано 50 панорам, обнаружено 436 зерен циркона, детально рассмотрены BSE-изображения в 102 зернах циркона, среди которых выявлены все основные типы микродеформаций, в 39 зернах циркона зарегистрированы и обработаны EBSD-карты. Ниже приводятся примеры цирконов основных типов микродеформаций.

(1) Плоские микроструктуры деформаций в ударном цирконе (planar features), контролируются кристаллической структурой:

а) плоские трещины, представляющие собой открытые закономерно ориентированные трещины в кристаллической решетке циркона с поперечным размером от наноразмерных дислокаций до единиц мкм (см. рис. 5, рис. 6а–в); продольный размер обычно ограничен границами зерна, зон или другими дефектами; образуются при 5–25 ГПа (Leroux et al., 1999; Corfu et al., 2003; Erickson et al., 2013), обнаружено 14 зерен;

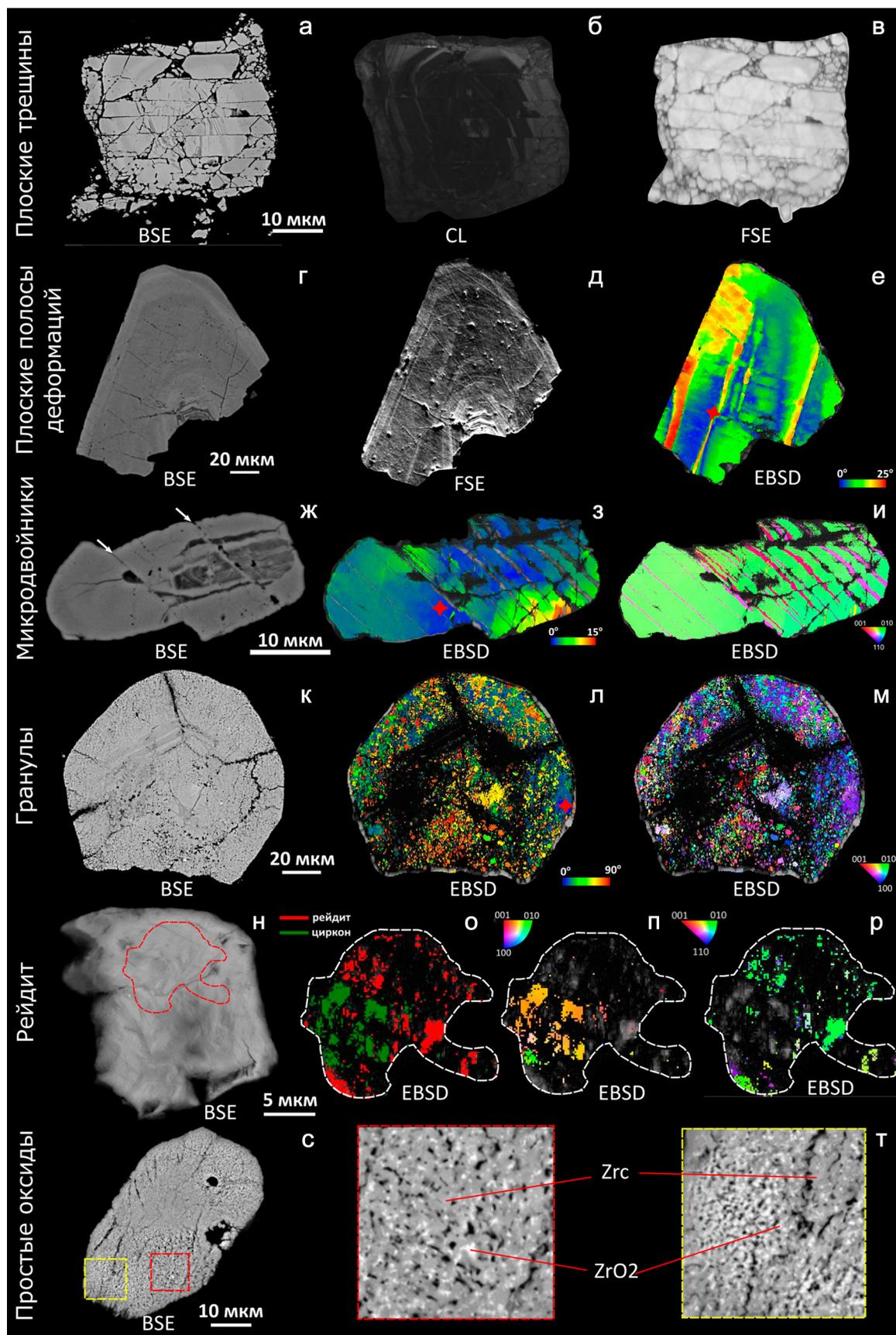


Рис. 6. Зерна циркона из импактитов кратеров Вредефорт и Кара с типами деформаций.

а-в – плоские трещины (а – BSE-изображение; б – CL-изображение; в – FSE-изображение); г-е – плоские полосы деформаций (г – BSE-изображение; д – FSE-изображение; е – карта отклонения ориентации в цирконе относительно точки (красная звездочка), где от синего до красного 25°); ж-и – микродвойники (ж – BSE-изображение; з – карта отклонения ориентации во вмещающем цирконе относительно точки (красная звездочка), где от синего до красного 15°; и – карта ориентаций циркона, цветовая кодировка задана обратной полюсной фигурой); к-м – гранулы (к – BSE-изображение; л – карта отклонения ориентации относительно точки (красная звездочка), где от синего до красного 90°; м – карта ориентаций циркона, цветовая кодировка задана обратной полюсной фигурой); н-р – рейдит с цирконом (н – BSE-изображение; о – карта фаз, где красный – рейдит, зеленый – циркон; п – карта ориентаций циркона, где цветовая кодировка задана обратной полюсной фигурой; р – карта ориентаций рейдита, где цветовая кодировка задана обратной полюсной фигурой); с, т – простые оксиды (с – BSE-изображение, т – увеличенные фрагменты BSE-изображения размером 10 × 10 мкм).

Fig. 6. Zircon grains from Vredefort and Kara crater impactites with deformation types.

а-в – planar fractures (а – BSE; б – CL; в – FSE); г-е – planar deformation bands (г – BSE; д – FSE; е – orientation deviation map relative to a reference point (red star), with blue to red representing 0–25°); ж-и – microtwins (ж – BSE; з – orientation deviation map relative to a reference point (red star), with blue to red representing 0–15°; и – orientation map with inverse pole figure color coding); к-м – granular structures (к – BSE; л – orientation deviation map relative to a reference point (red star), with blue to red representing 0–90°; м – orientation map with inverse pole figure color coding); н-р – reidite with zircon (н – BSE; о – phase map, red – reidite, green – zircon; п – zircon orientation map with inverse pole figure color coding; р – reidite orientation map with inverse pole figure color coding); с, т – simple oxides (с – BSE; т – magnified 10 × 10 μm BSE fragments).

б) плоские полосы деформаций в виде ступенчатых изменений ориентировок, образующие клинья, выявляются узкими полосами разориентаций (рис. 6г-е); образуются при 5–10 Па (Moser et al., 2011; Cavosie et al., 2015), обнаружено 1 зерно;

в) “шахматная доска” возникает, при разделении зерна двумя перпендикулярными наборами псевдопараллельных плоскостей на блоки с малыми углами разориентациями; образуется от 0.4 ГПа (Kovaleva, Zamyatin, 2021), обнаружено 1 зерно;

г) микродвойники – закономерные плоскости, ориентированные вдоль плоскости {112} кристалла, формирующиеся путем поворота кристаллической структуры на угол 65° вокруг вектора {110} кристалла циркона (рис. 6ж-и); образуются при 20–35 ГПа (Cavosie et al., 2010; Moser et al., 2011; Erickson et al., 2013), обнаружено 1 зерно.

(2) К гранулярным и/или пористым микроструктурам относятся:

д) гранулярный циркон представлен гранулами округлых или вытянутых форм размер от десятых долей мкм до десятков мкм (рис. 6к-м); образуются от 1000°C (Bohor et al., 1993; French, 1998; Timms et al., 2012; Cavosie et al., 2018), обнаружено 26 зерен;

е) поры наблюдаются в виде множество пор или минеральных включений размером от десятых долей нм до десятков мкм (Wittmann et al., 2006; Martell et al., 2021), обнаружено 3 зерна.

(3) Полиморфные модификации ZrSiO₄:

ж) рейдит – высокобарическая модификация циркона в виде ламелей или гранул, с определенной ориентировкой относительно вмещающего зерна: {001}_{рейдит}//{110}_{циркон}, {110}_{рейдит}//{110}_{циркон} и {001}_{циркон}, {100}_{рейдит}//{112}_{циркон}, {112}_{рейдит}//{112}_{циркон} и {100}_{циркон} (рис. 6н-р), имеет размер от единиц нанометров до десятков мкм; образуются при P > 30 ГПа и от 900°C (Cavosie et al., 2015; Erickson et al., 2017a), обнаружено 9 зерен;

з) простые оксиды (SiO₂ и ZrO₂) представлены в виде гранул или минеральных включений в

цирконе размером от единиц нм до десятков мкм (рис. 6с-у); образуются при T > 1673°C (Timms et al., 2017; Chinchalkar et al., 2024), обнаружено 14 зерен.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В настоящей работе продемонстрировано, что метод EBSD крайне требователен к качеству полировки образцов. Оработана методика пробоподготовки шлифов для EBSD-метода, рассмотрены методы обработки EBSD-данных, позволяющих повысить качество индексирования дифракционных изображений. Повышена эффективность обнаружения и анализа ударно-преобразованных зерен циркона с использованием сканирующего электронного микроскопа SEM Tescan MIRA LMS, Oxford Instruments EDS X-max80 и EBSD Nordlys Nano, оптимизированы условия регистрации BSE-, SE-, FSE-, CL-изображений и EBSD-карт; разработан алгоритм поиска минералов в шлифах, изготовленных из отобранных образцов кратеров. Методика апробирована на серии из 50 шлифов импактных пород Кара и Вредефорта, в результате чего обнаружено 436 зерен циркона, среди которых выявлены все известные типы микродеформаций зерен циркона.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ REFERENCES

- Фельдман В.И. (2018) Импактитогенез. (Ред. Л.И. Глазковская). М.: КДУ; Университетская книга, 154 с.
(Feldman V.I. (2018) Impactitogenesis. (Ed. L.I. Glazkovskaya). Moscow, KDU; Universitetskaya Kniga, 154 p.)
Bohor B.F., Betterton W.J., Krogh T.E. (1993) Impact-shocked zircons: Discovery of shock-induced textures reflecting increasing degrees of shock metamorphism. *Earth Planet. Sci. Lett.*, **119**(3), 419-424.
Cavosie A.J., Erickson T.M., Timms N.E., Reddy S.M., Ta-

- lavera C., Montalvo S.D., Moser D. (2015) A terrestrial perspective on using ex situ shocked zircons to date lunar impacts. *Geology*, **43**(11), 999-1002.
- Cavosie A.J., Quintero R.R., Radovan H.A., Moser D.E. (2010) A record of ancient cataclysm in modern sand: Shock microstructures in detrital minerals from the Vaal River, Vredefort Dome, South Africa. *Bulletin*, **122**(11-12), 1968-1980.
- Cavosie A.J., Timms N.E., Ferrière L., Rochette P. (2018) FRIGN zircon – The only terrestrial mineral diagnostic of high-pressure and high-temperature shock deformation. *Geology*, **46**(10), 891-894.
- Chinchalkar N.S., Osinski G.R., Erickson T.M., Cayron C. (2024) Zircon microstructures record high temperature and pressure conditions during impact melt evolution at the West Clearwater Lake impact structure, Canada. *Earth Planet. Sci. Lett.*, **636**, 118714.
- Corfu F., Hanchar J.M., Hoskin P.W., Kinny P. (2003) Atlas of zircon textures. *Rev. Miner. Geochem.*, **53**(1), 469-500.
- Erickson T.M., Pearce M.A., Reddy S.M., Timms N.E., Cavosie A.J., Bourdet J., Nemchin A.A. (2017) Microstructural constraints on the mechanisms of the transformation to reidite in naturally shocked zircon. *Contrib. Miner. Petrol.*, **172**, 1-26.
- Erickson C.A., Wink L.K., Ray B., Early M.C., Stiegelmeier E., Mathieu-Frasier L., McDougale C.J. (2013) Impact of acamprosate on behavior and brain-derived neurotrophic factor: An open-label study in youth with fragile X syndrome. *Psychopharmacology*, **228**, 75-84.
- Finch R.J., Hanchar J.M. (2003) Structure and chemistry of zircon and zircon-group minerals. *Rev. Miner. Geochem.*, **53**(1), 1-25.
- French B.M. (1998) Traces of catastrophe: A handbook of shock-metamorphic effects in terrestrial meteorite impact structures (No. LPI-Contrib-954).
- Kovaleva E., Zamyatin D.A. (2021) Revealing microstructural properties of shocked and tectonically deformed zircon from the Vredefort impact structure: Raman spectroscopy combined with SEM microanalyses.
- Le Roux H., Reimold W.U., Koeberl C., Hornemann U., Doukhan J.C. (1999) Experimental shock deformation in zircon: A transmission electron microscopic study. *Earth Planet. Sci. Lett.*, **169**(3-4), 291-301.
- Moser D.E., Cupelli C.L., Barker I.R., Flowers R.M., Bowman J.R., Wooden J., Hart J.R. (2011) New zircon shock phenomena and their use for dating and reconstruction of large impact structures revealed by electron nanobeam (EBSD, CL, EDS) and isotopic U–Pb and (U–Th)/He analysis of the Vredefort dome. *Canad. J. Earth Sci.*, **48**(2), 117-139.
- Timms N.E., Erickson T.M., Pearce M.A., Cavosie A.J., Schmieder M., Tohver E., Wittmann A. (2017) A pressure-temperature phase diagram for zircon at extreme conditions. *Earth-Sci. Rev.*, **165**, 185-202.
- Timms N.E., Reddy S.M., Healy D., Nemchin A.A., Grange M.L., Pidgeon R.T., Hart R. (2012) Resolution of impact-related microstructures in lunar zircon: A shock-deformation mechanism map. *Meteor. Planet. Sci.*, **47**(1), 120-141.