

**Parallel Session Xa, June 1, Thursday**
**L45**
**MICROSTRUCTURE IN AM SAMPLES STUDIED BY NEUTRON DIFFRACTION AND IMAGING**

**Premysl Beran<sup>1,4,\*</sup>, Victor Pacheco<sup>5</sup>, Jithin James Marattukalam<sup>5</sup>, Dennis Karlsson<sup>1</sup>,  
 Luc Dessieux<sup>2</sup>, Khanh Van Tran<sup>3</sup>, Ingo Manke<sup>3</sup>, Nikolay Kardjilov<sup>3</sup>, Martin Sahlberg<sup>1</sup>,  
 Robin Woracek<sup>4,5</sup>,**

<sup>1</sup> Nuclear Physics Institute, Czech Academy of Sciences, 250 68, Řež, Czech Republic

<sup>2</sup> Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, TN 37831, USA

<sup>3</sup> Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie (HZB), Hahn-Meitner-Platz 1, 14109 Berlin, Germany

<sup>4</sup> European Spallation Source ERIC, Box 176, 22100 Lund, Sweden

<sup>5</sup> Department of Physics, Materials Physics, Uppsala University, Box 530, SE- 75121 Uppsala, Sweden

<sup>6</sup> Bundesanstalt für Materialforschung und -Prüfung (BAM), Unter den Eichen 87, 12205 Berlin, Germany

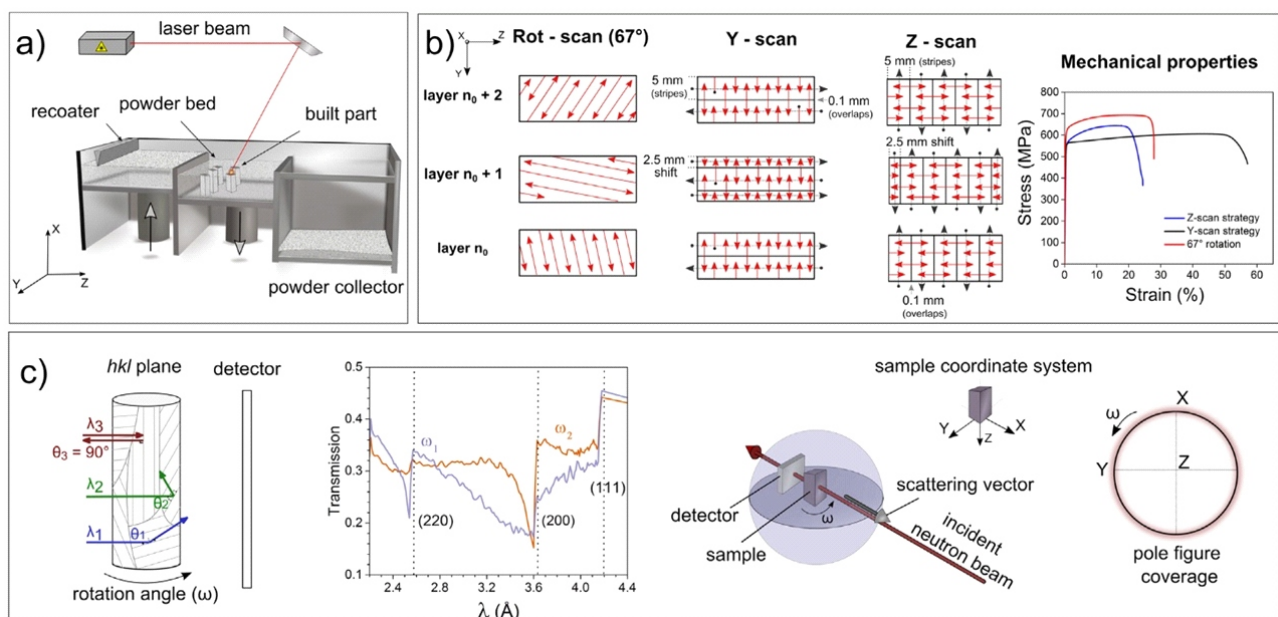
\*premysl.beran@ess.eu

In the manufacturing industry, a common experience for designers and engineers is that the complex geometries and designs that they conceive cannot be realized in practice due to limitations in the manufacturing techniques at their disposal. Additive manufacturing (AM) or 3D printing is a group of novel techniques that can overcome the design constraints of conventional methods [1]. Among metal AM techniques, laser powder-bed fusion (LPBF) is the most widely used method [2]. In LPBF, a laser is used to selectively melt areas of a powder-bed according to a digital model.

Besides the advantages of LPBF for the creation of complex designs, its distinctive solidification conditions (high cooling rates and thermal gradients) [3] offer unique possibilities for the development of materials with tailored

microstructures and properties. This can be exploited, for instance, to produce non-equilibrium phases, such as amorphous metals [4], to tailor the preferential orientation of grains [5] (also known as texture) and even to produce complex microstructures that resemble ancient Damascus steel [6]. Texture and microstructure control is especially relevant, as they can be used as additional design tools, capable of tuning and enhancing material properties and performance for various uses.

In recent years tremendous progress has been made in understanding the microstructure and texture formation mechanism that takes place in LPBF [7,6]. Although the laser path and heat transfer have been shown to play a central role, the local microstructural variations that could be produced by some commonly used laser-scan strategies, such



**Figure 1.** a) Basic setup and components of the LPBF process. b) The three laser scan strategies used for the production of the 316L stainless steel samples and their mechanical properties. c) The principle of diffraction contrast neutron imaging. Transmission spectra are shown for face-centred cubic iron, where preferred grain orientation (texture) leads to distinct spectral differences as a function of sample orientation  $\omega$ . The imaging geometry, with the relevant scattering vector corresponding to a Bragg edge, is illustrated.



as chess, stripes with shift, and islands with shift, have not been properly investigated across cm-length scales. Even though local microstructural variations could affect the mechanical and functional properties of a material, the topic has been largely overlooked. Understanding the effect of the scan strategy on the local microstructure and texture development is especially relevant to produce intricate components, which often require complex scan strategies. In this study, texture differences between 316L stainless steel components that were produced with different – relatively simple – scan strategies are visualized and characterized. More importantly, we reveal localized microstructure and texture alterations within the same samples and establish a connection to the scanning strategy. This was only possible by employing diffraction contrast neutron imaging, and the analysis of the results provides a comprehensive interpretation of the imaging data, which elucidates the relation between the laser movement and the local texture and microstructure evolution during the LPBF process. Moreover, by in-situ tensile testing, the study revealed that the local alterations have a notable effect on the failure mechanism.

Neutron pole figures were measured on the MEREDIT instrument at the Nuclear Physics Institute, Czech Republic. The texture was evaluated as an average from the sample volume of  $10 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$ . An Euler goniometer allowed the rotation of the samples around the  $(0 - 360^\circ)$  and  $(0 - 90^\circ)$  angles, with a step size of  $5^\circ$ . The variation of the diffracted intensities as a function of different orientations was obtained for four reflections, namely (311), (220), (200) and (111).

The diffraction contrast neutron imaging measurements were conducted at the CONRAD-2 beamline in Helmholtz-Zentrum Berlin (HZB). For the main line of investigation, three distinct wavelengths were selected (namely  $\lambda = 2.58, 3.34$  and  $3.8 \text{ \AA}$ ) in order to investigate the lattice plane families corresponding to (220), (200) and (111), respectively.

1. S.A.M. Tofail, E.P. Koumoulos, A. Bandyopadhyay, S. Bose, L. O'Donoghue, C. Charitidis, *Mater. Today* 21 (2018) 22–37, doi:10.1016/j.mattod.2017.07.001.
2. J.O. Milewski, *Additive Manufacturing of Metals*, Springer International Publishing, Cham, 2017, doi:10.1007/978-3-319-58205-4.
3. M.S. Pham, B. Dovggy, P.A. Hooper, C.M. Gourlay, A. Piglione, *Nat. Commun.* 11 (2020) 1–12, doi:10.1038/s41467-020-14453-3.
4. S. Pauly, L. Löber, R. Petters, M. Stoica, S. Scudino, U. Kühn, J. Eckert, *Mater. Today* 16 (2013) 37–41, doi:10.1016/j.mattod.2013.01.018.
5. J.J. Marattukalam, D. Karlsson, V. Pacheco, P. Beran, U. Wiklund, U. Jansson, B. Hjörvarsson, M. Sahlberg, *Mater. Des.* (2020) 193, doi:10.1016/j.matdes.2020.108852.
6. P. Kürsteiner, M.B. Wilms, A. Weisheit, B. Gault, E.A. Jägle, D. Raabe, *Nature* 582 (2020) 515–519, doi:10.1038/s41586-020-2409-3.
7. T. Niendorf, S. Leuders, A. Riemer, H.A. Richard, T. Tröster, D. Schwarze, *Metall. Mater. Trans. B Process Metall. Mater. Process. Sci.* 44 (2013) 794–796, doi:10.1007/s11663-013-9875-z.

L46

## ABNORMAL CRYSTALLITE GRAINS IN TWINED ScN/MgO THIN FILMS

E. de Prado, J. Duchoň, J. More Chevalier, S. Cichoň, L. Fekete, J. Lančok

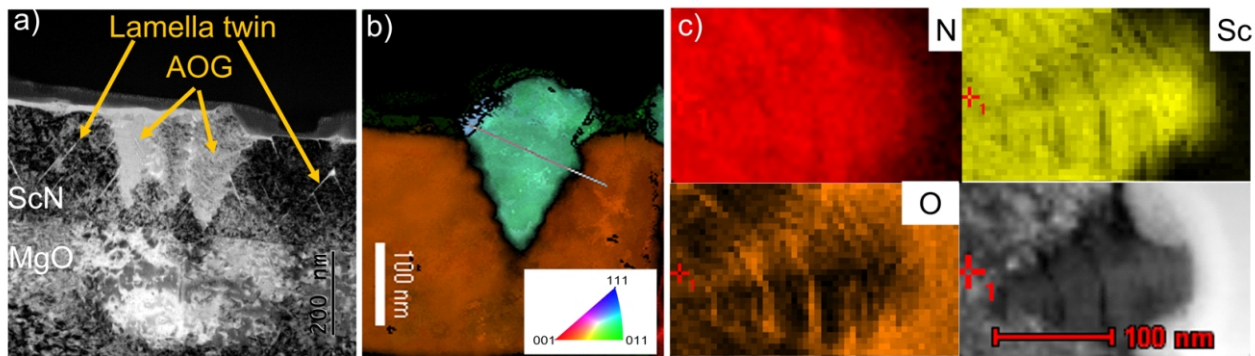
FZU-Institute of Physics of the Czech Academy of Sciences, Na Slovance 2, 18200 Praha 8, Czechia  
prado@fzu.cz

Rock-salt-structured scandium nitride thin films are of high interest in material science due to their physical properties such as high melting point and high electron mobility [1-3]. It has been demonstrated that the presence of defects and impurities affects thermoelectric properties [4]. Planar defects, such as twins, have been reported for ScN thin films grown with different orientations. While the (111) oriented films have been thoroughly studied [5,6], the (001) and (001)+(111) bi-oriented cases still lack comprehensive research. Furthermore, larger defects, such as abnormally oriented grains (AOGs), were widely analyzed for the ternary  $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$  films [7-10], but their presence in pure ScN films has not been fully studied yet.

In this work, we fill the gap and present the study of the AOGs in (001) and (111)+(001) bi-oriented twinned ScN films deposited on MgO (001) substrates by DC reactive magnetron sputtering. Transmission electron microscopy (TEM) measurements confirmed the presence of twin lamellas of several nanometers (3-6 nm) thickness and also revealed that some of the AOGs are growing from the twins present in the films. In addition, energy-dispersive X-ray

spectroscopy (EDX) measurements indicated increased concentration of oxygen around these AOGs, which is of great importance since the presence of oxygen defects affects the ScN films properties [11].

1. D. Gall, I. Petrov, N. Hellgren, L. Hultman, J.E. Sundgren, J.E. Greene, *J. Appl. Phys.* **84** (1998), pp. 6034–6041.
2. A.R. Smith, H.A.H. AL-Britthen, D.C. Ingram, D. Gall, *J. Appl. Phys.* **90** (2001), pp. 1809–1816.
3. J.P. Dismukes, W.M. Yim, V.S. Ban, *J. Cryst. Grow.* **13-14**, (1972), pp. 365–370.
4. S. Kerdsonpanya, B. Alling, and P. Eklund, *Phys. Rev. B*, **86**, (2012), 195140.
5. M. A. Moram, T. B. Joyce, P. R. Chalker, Z. H. Barber, and C. J. Humphreys, *Appl. Surf. Sci.*, **252** (2006), pp. 8385–8387.
6. S. Acharya, A. Chatterjee, V. Bhatia, A.I.K. Pillai, M. Garbrecht, B. Saha, *Mater. Res. Bull.*, **143**, (2021), 111443.



**Figure 1.** TEM measurements for the (001) oriented ScN film. a) Bright field image showing the abnormal oriented grains (AOGs) and lamella twins; b) ASTAR-TEM orientation map; c) EDX performed around one AOG.

7. C. S. Sandu, F. Parsapour, S. Mertin, V. Pashchenko, R. Matloub, T. LaGrange, B. Heinz, P. Murali *Phys. Status Solidi A*, **216**, (2019), 1800569.
8. M. Li, K. Hu, H. Lin, and Y. Zhu, *IEEE Int. Ultrason. Symp.* (2021).
9. M. Li, J. Xie, B. Chen, N. Wang, and Y. Zhu, *IEEE Int. Ultrason. Symp.* (2019), pp. 1124–1126.

10. C. Liu, M. Li, B. Chen, Y. Zhang, Y. Zhu, and N. Wang, *J. Micromech. Microeng.* **32**, (2022), 034002.
11. J. More-Chevalier, U.D. Wdowik, D. Legut, S. Cichoň, E. de Prado, I. Gregora, J. Bulíř, M. Novotný, L. Fekete, J. Lančok, *Appl. Surf. Sci.*, **615**, (2023), 156203.

The work has been supported by the Ministry of Education, Youth and Sports, Czech Republic, project no. SOLID21 CZ.02.1.01/0.0/0.0/16\_019/0000760. Authors acknowledge Petr Svora for the preparation of the lamellas.

L47

## UNORTHODOX DETERMINATION OF THE MODULATION FUNCTION IN 10M MODULATED MARTENSITE OF Ni-Mn-Ga(-Fe)

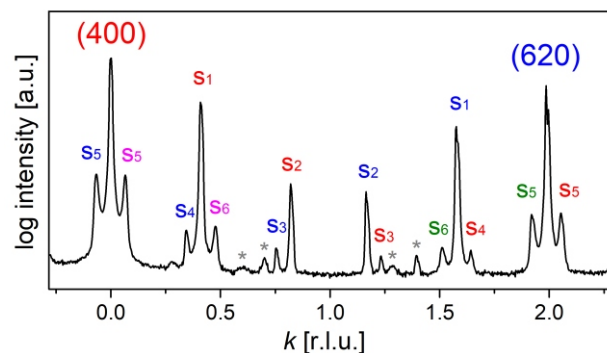
P. Veřtát, L. Straka, O. Heczko

FZU - Institute of Physics of the Czech Academy of Sciences, 182 21 Praha 8, Czech Republic  
vertat@fzu.cz

The structure of low-symmetry phases (martensites) of Ni-Mn-Ga-based magnetic shape memory (MSM) alloys still represents a unique crystallography challenge. Not only do these alloys possess complex and practically inevitable *twined microstructure* [1,2], but they also feature still not fully understood structural *modulation* [3]. The modulated nature of the Ni-Mn-Ga-based alloys is not only of academic interest as the presence of modulation seems to be strongly connected with extreme mobility of twin boundaries and thus magnetically induced reorientation of martensite (resulting in giant magnetic field induced strain).

We recently showed that the modulation within the 10M martensite phase continuously evolves from commensurate to incommensurate [3]. Still, the not-very-common presence of high-intensity high-order satellites (up to the 6<sup>th</sup> order), Figure 1, remained puzzling.

We continued our previous studies by analysis of the structural modulation based on the comparison of our high-resolution XRD and ND data with simulations employing DISCUS [4]. Our results indicate a strongly anharmonic character of the modulation function and reveal its direct interaction with the twinned microstructure, particularly with the *a/b* twins.



**Figure 1.** Representative q-scan in the (110)\* direction. High-intensity satellites of up to the 6<sup>th</sup> order are marked s1..s6. For clarity, satellites belonging to the (400), (620), (2-20), and (840) reflections are marked red, blue, violet, and green, respectively. Peaks marked with grey asterisks originate from the sample holder. Adapted from [3].

1. L. Straka, J. Drahokoupil, P. Veřtát, J. Kopeček, M. Zelený, H. Seiner, O. Heczko, *Acta Mater.*, **132**, (2017), 335-344.





2. L. Straka, J. Drahokoupil, P. Veřtát, M. Zelený, J. Kopeček, A. Sozinov, O. Heczko, *Scientific Reports*, **8**, (2018), 11943.
3. P. Veřtát, H. Seiner, L. Straka, M. Klicpera, A. Sozinov, O. Fabelo, O. Heczko, *J. Phys.: Condens. Matter*, **33**, (2021), 265404.

4. T. Proffen, R. B. Neder. *J. Appl. Crystallogr.*, **30**, (1997), 171–175.

*This work was supported by the Czech Science Foundation grant no. 21-06613S.*

L48

## VYUŽITÍ RTG TOMOGRAFIE A 3D ZOBRAZOVÁNÍ

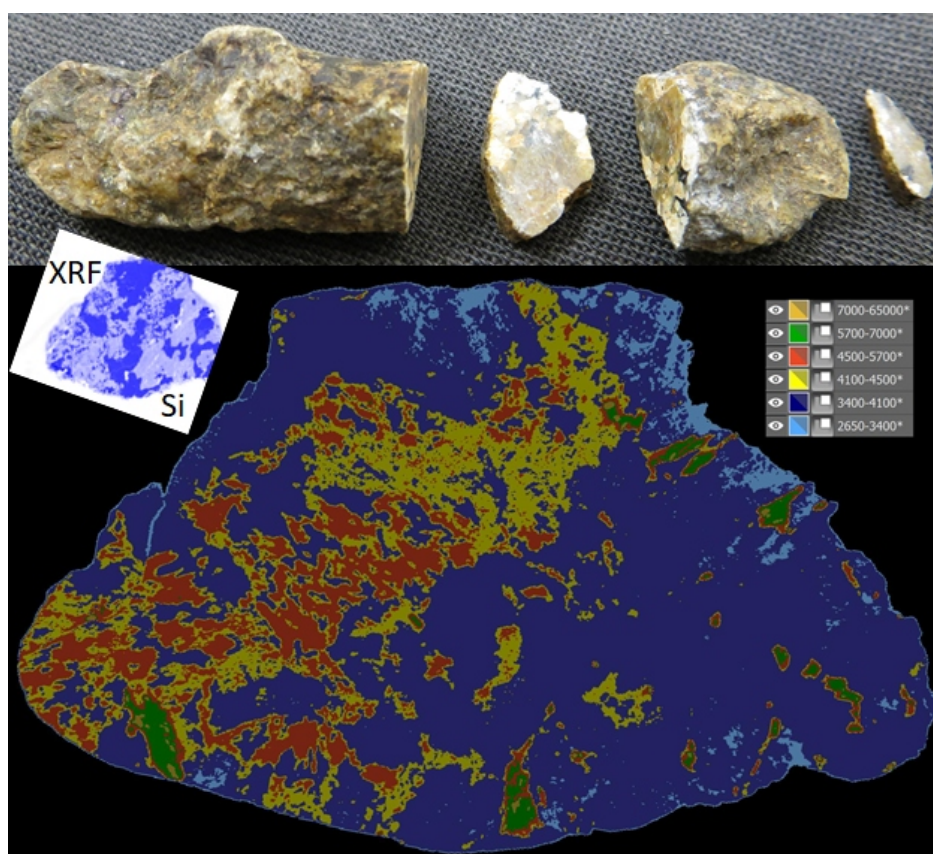
J. Drahokoupil

*Fyzikální ústav, Akademie věd České Republiky, Na Slovance 2, 182 21 Praha 8, Česká Republika  
draho@fzu.cz*

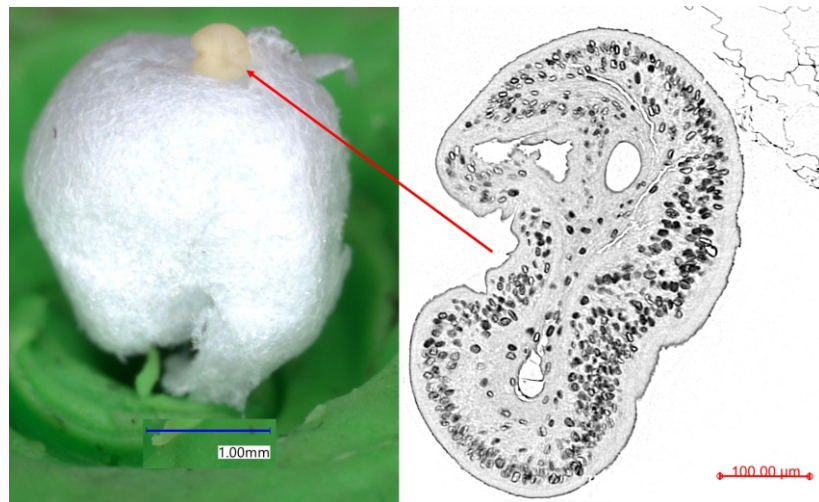
Rentgenová tomografie umožňuje nahlížet do vnitřní struktury objektů bez jejich porušení. Presentace bude takovým přehledem zajímavých měření provedených v minulém roce na rentgenovém tomografu Xradia 610 Versa od firmy ZEISS.

Tento systém umožňuje studovat vzorky od absorpčně slabých organických materiálů po vzorky kovů o tlouš kách několika mm. V případě, že jednotlivé fáze vzorku mají rozdílnou hustotu, jde provádět i období

fázové analýzy známé z rtg difrakce. Přes zřejmé komplikace přiřazení intenzity zčernání jednotlivým fázím je jasnou výhodou možnost provádět analýzu i na hrubozrnných, texturovaných či dokonce nekystalických vzorcích. Experiment je vhodné doplnit o další měření, která pomohou s přiřazením intenzity zčernání jednotlivým fázím jako např. rentgenová fluorescence či přímo rtg difrakce.



**Obrázek 1.** Fotografie a segmentace řezu “kamene z vltavy” z 3D obrazu získaného pomocí rtg tomografie, v levém výřezu je rozložení křemíku získaného mapováním metdou XRF na povrchu prostředního kousku vzorku.



Obrázek 2. Vysušená larva cizopasníka na kuličce polystyrénu a její řez získaný pomocí rtg tomografie.

Na obr. 1 je „kámen z Vltavy“, kde bylo měření pomocí rtg tomografie doplněno o měření rentgenové fluorescence (XRF) a rentgenové difrakce. Kromě kovových materiálů jsme se zabývali i studiem larev a cyst parazitů ovcí. Na

obr. 2 je řez a fotografie této larvy. Ač je principiálně možné studovat tyto organizmy v kapalném prostředí, výrazně většího kontrastu bylo dosaženo po jejich vysušení.

L49

## MICROSTRUCTURE OF STRUCTURED GaN LAYERS STUDIED BY SYNCHROTRON RADIATION

Petr Cejpek<sup>1</sup>, David Rafaja<sup>1</sup>, Christian Schimpf<sup>1</sup>, Awais Qadir<sup>1</sup>, Maik Förste<sup>2</sup>, C. Röder<sup>3</sup>, Olf Pätzold<sup>2</sup>, Alexandros Charitos<sup>2</sup>, Martin Tolkiehn<sup>4</sup>, Leila Noohinejad<sup>4</sup>

<sup>1</sup>Institute of Materials Science, TU Bergakademie Freiberg, Gustav-Zeuner-Str. 5, 09599 Freiberg, Germany

<sup>2</sup>Institute of Nonferrous Metallurgy and Purest Materials, TU Bergakademie Freiberg, Leipziger Straße 34, 09599 Freiberg, Germany

<sup>3</sup>Institute of Applied Physics, TU Bergakademie Freiberg, 09599 Freiberg, Leipziger Straße 23, Germany

<sup>4</sup>PETRA III: P24 beamline, DESY Synchrotron, Notkestraße 85, 22607 Hamburg, Germany

GaN is one of the most widely used III/V semiconductor in optoelectronic applications. Single crystals of GaN are usually grown as the thick layers on foreign substrates. However, these substrates have typically different lattice parameters and this lattice misfit leads to the creation of microstructure defects, mostly threading dislocations (TDs). For (001) sapphire substrate ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), the in-plane misfit between GaN layer and substrate is almost 15 %.

High-temperature vapor phase epitaxy (HTVPE) is a very suitable deposition technique for production of specific microstructure features, which interact with TDs and can lead to their bunching and annihilation [1]. The most promising way to reduce the TD density was to produce a multilayer structure starting with GaN which was then covered by another structured GaN layer and overgrown by a GaN top layer [2]. The microstructure and morphology of individual layers is controlled mainly by the temperature of the gallium melt, by the temperature of substrate and by growth rate. By this procedure, the density of microstructure defects in the very top GaN layer should be low.

To probe the depth dependence of dislocation density, residual stresses and lattice parameters, the synchrotron

X-ray diffraction reciprocal space mapping in reflection mode was performed on various samples prepared by the abovementioned procedure. The idea of the experiment was to use three different wavelengths of the primary beam to modify the absorption coefficient and thus to probe different depths of the samples. The change of the lattice parameters affects the position of diffraction peaks in reciprocal space and the dislocation density influences the line broadening. Moreover, the influence of threading and screw dislocation is distinguishable, since their effect on the line broadening is different with respect to the corresponding Burgers vector and position of the peak in reciprocal space. The synchrotron experiment was performed at PETRA III: P24 beamline in Hamburg, Germany.

1. M. Barchuk, M. Motylenko, T. Schneider, M. Förste, C. Röder, A. Davydok, S. Lazarev, C. Schimpf, C. Wüstefeld, O. Pätzold, D. Rafaja, *J. Appl. Phys.* 126, 85301 (2019), doi: 10.1063/1.5092284.
2. T. Schneider, M. Förste, G. Lukin, P. Fischer, M. Barchuk, C. Schimpf, E. Niederschlag, O. Pätzold, D. Rafaja, M. Stelter, *J. Cryst. Growth* 533, 125465 (2020), doi: 10.1016/j.jcrysgro.2019.125465.



L50

## RENTGENOVÁ DIFRAKČNÍ CHARAKTERIZACE MATERIÁLŮ PO NEUTRONOVÉM OZÁŘENÍ

O. Nechypor, C. Aparicio, V. Rosnecký

Centrum výzkumu Řež, Hlavní 130, 250 68 Husinec Řež  
oksana.nechypor@cvrez.cz

Intenzivní záření a vysoká teplota mají velký vliv na normální funkci a životnost materiálů používaných v jaderných zařízeních. K pochopení vlivu záření na vlastnosti materiálů a k identifikaci jejich poškození lze použít metodu analýzy rentgenové difrakce (XRD). Pro XRD analýzu radioaktivních materiálů se měření provádějí v transmisním režimu s využitím automatického podavače vzorků a uzavřených jednorázových plastových držáků. Tento způsob měření je cenově dostupný a poměrně rychlý. Pro měření v transmisním režimu potřebujeme malé množství analyzovaného materiálu a tím se výrazně snižuje dávka ozáření personálů při manipulaci s radioaktivními materiály [1].

Příprava vzorků pro XRD měření se provádí metodou nakapávání lihové suspenze práškového materiálu do uzavřených jednorázových plastových držáků [1], které zabraňují nežádoucí kontaminaci v důsledku úniku prášku [2, 3]. Veškeré manipulace s radioaktivními materiály a následně jejich mletí provádí se uvnitř hermeticky uzavřeného stíněného rukavicového boxu pod podtlakem [4].

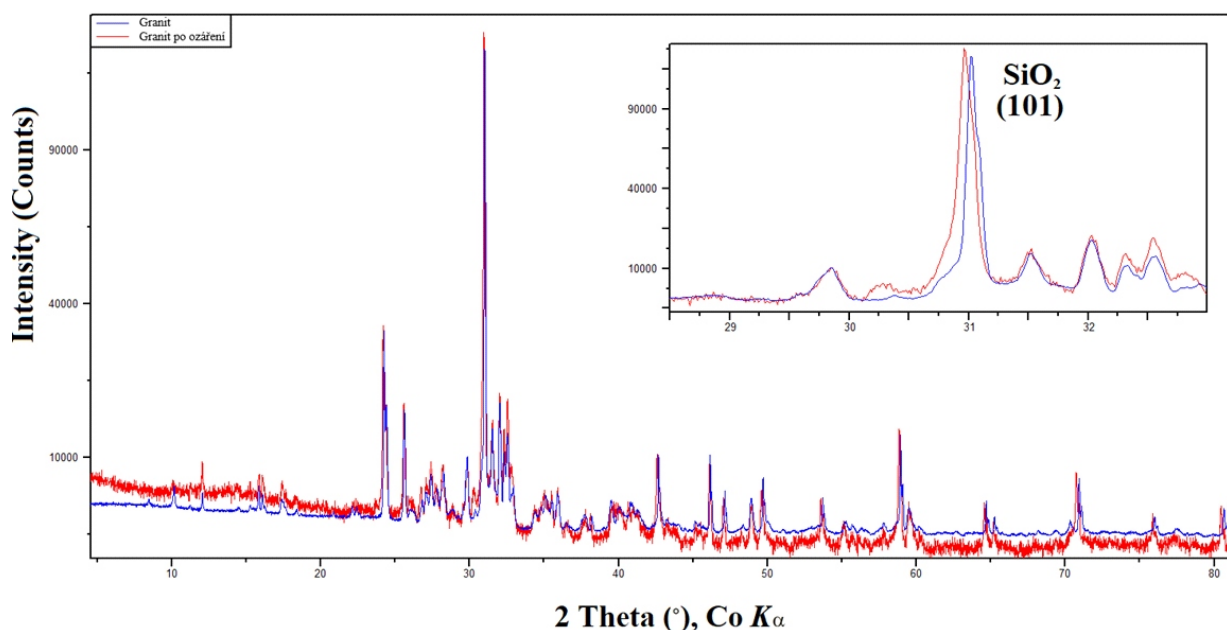
Práce je zaměřená na výzkumu vlivu neutronového ozáření na přírodní materiály. Na obrázku jsou difraktogramy granitu před a po ozaření při nízké dávce (neutronová fluence  $8.22 \times 10^{18}$  n/cm<sup>2</sup>). Vliv radiace na materiály není stejný. Nejvíce viditelná změna je ve fázi

křemíku. Posun piku křemíku směrem do nižších uhlů naznačuje o zvětšení rozměru základní buňky.

Tato práce ukazuje že po vlivu radiace na horniny dochází ke změnám mřížkových parametrů základní buňky a taky zpozorována degradace krystalické struktury do amorfni hlavně ve fázi křemenu. Takové změny by mohly způsobit změnu mechanických vlastností materiálu zejména jeho křehkosti a tvrdosti.

1. Sprouster, D. J., Weidner, R., Ghose, S. K., Dooryhee, E., Novakowski, T. J., Stan, T., Wells, P., Almirall, N., Odette, G. R. & Ecker, L. E. (2018). Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A 880, 40.
2. Schiferl, D. & Roof, R. B. (1978). Adv. X-Ray Anal. 22, 31.
3. Metcalf, S. G. & Winters, W. I. (1975). Appl. Spectrosc. 29, 519.
4. Sprouster, D. J., Weidner, R., Ghose, S. K., Dooryhee, E., Novakowski, T. J., Stan, T., Wells, P., Almirall, N., Odette, G. R. & Ecker, L. E. (2018). Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A 880, 40.

Tato práce byla provedena se státní podporou Technologické agentury ČR v rámci Programu TREND v rámci projektu č. FW01010115.



Obrázek 1. Difraktogramy granitu před a po ozaření při nízké dávce s neutronovou fluencí  $8.22 \times 10^{18}$  n/cm<sup>2</sup>.



## INKLUZE MINERÁLŮ V AUSTRALSKO-ASIJSKÝCH TEKTITECH TYPU MUONG NONG Z LAOSU

R. Skála<sup>1</sup>, Š. Křížová<sup>1</sup>, M. Klementová<sup>2</sup>, L. Palatinus<sup>2</sup>

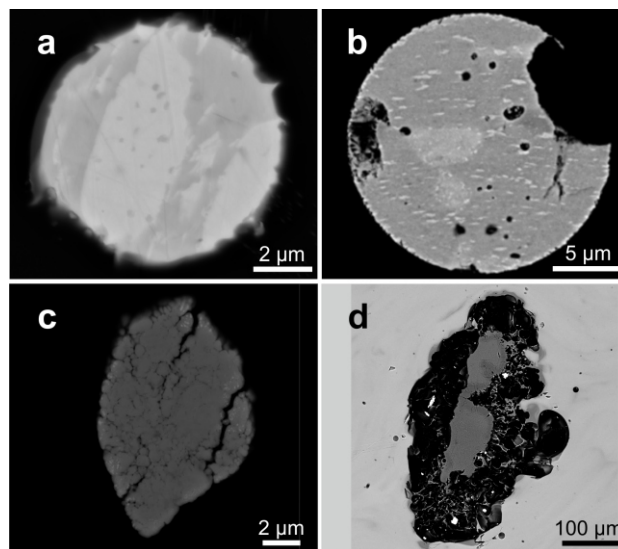
<sup>1</sup>Geologický ústav AVČR, v. v. i., Rozvojeová 269, 16500 Praha 6 – Lysolaje

<sup>2</sup>Fyzikální ústav AVČR, v. v. i., Na Slovance 2, 18200 Praha 8  
skala@gli.cas.cz

Tektity (z řeckého  $\tau\acute{o}$  = tavený) jsou přírodní skla vyskytující se v relativně plošně rozsáhlých geograficky vymezených oblastech, tzv. pádových polích. Aktuálně je v literatuře [1] uváděno 5 takových pádových polí, přičemž jejich stáří se pohybuje mezi 35 milióny a 780 tisíci let. Panuje obecná shoda, že tato skla jsou produktem hypervelocity dopadů extraterestrických těles do pozemských sedimentárních nebo zvětralínových povrchových sekvencí [2,3]. Podle vnějšího vzhledu a vnitřní stavby se tektity tradičně dělí na tzv. tvarované (angl. splashform), ablatované (angl. ablated/aerodynamically shaped) a tektity typu Muong Nong (někdy označované rovněž jako vrstevnaté, níže zkráceno jako MNT). Název posledního typu je odvozen od jména městečka Muong Nong (někdy uváděno jako Muang Nong) v provincii Savannakhet v jižním Laosu, přibližně 15 km záp. od hranice s Vietnamem, odkud byly tyto tektity poprvé popsány [4]. Tektity s velikostí do cca 2 mm v průměru se označují jako mikrotektity a obvykle jde o tektity tvarované. Kromě jejich charakteristického výskytu v pádových polích jsou dalšími výraznými znaky tektitů např. vysoký obsah  $\text{SiO}_2$  (s výjimkou některých mikrotektitů obvykle nad 70 hm.%), absence nebo jen extrémně nízký obsah krystalických fází, nízký obsah meteoritové komponenty, obsah vody maximálně v nižších stovkách ppm, a přítomnost částic křemenného skla – lechatelieritu.

V průběhu chemického a strukturně-texturního studia MNT pocházejících z lokality cca 10 km sev. od města Muong Nong prováděného pomocí optické mikroskopie, SEM, EPMA a Ramanovy spektrometrie byly ve sklovitém materiálu nalezeny (1) drobné, do cca 10  $\mu\text{m}$  v průměru velké, globulární útvary dominantně složené ze sulfidů Fe, Ni a Cu; (2) nepravidelně omezené do cca 500  $\times$  300  $\mu\text{m}$  velké, silně napěněné domény složené z hmot  $\text{SiO}_2$ : nízkého křemene, coesitu (vysokotlaký polymorf) a křemičitého skla – lechatelieritu a (3) nepravidelná granulární zrna budovaná zirkonem a  $\text{ZrO}_2$  (Obr. 1). Sulfidické inkluze jsou přítomny dvou typů: (A) s doménami Fe- a (Fe,Ni)-sulfidů a nepravidelným okrajem lemovaným silikátem Mg a Fe, stechiometrií odpovídajícím minerálu ze skupiny pyroxenů a (B) s drobnými „červíky“ sulfidu Fe a Ni v základní hmotě tvořené FeS.

Z inkluzí byly následně technikou SEM-FIB připraveny tenké lamely, které byly studovány metodami transmisní elektronové mikroskopie (TEM: TEM s vysokým rozlišením (HRTEM), elektronovou difrakcí (SAED a 3D ED) pro určení struktury, mapováním fází a jejich krystalografické orientace pomocí ED(ACOM) a



Obr. 1. Inkluze složené převážně ze sulfidů Fe a Ni (a,b), zirkonu (c), a hmot  $\text{SiO}_2$  (d) ve zpětně odražených elektronech.

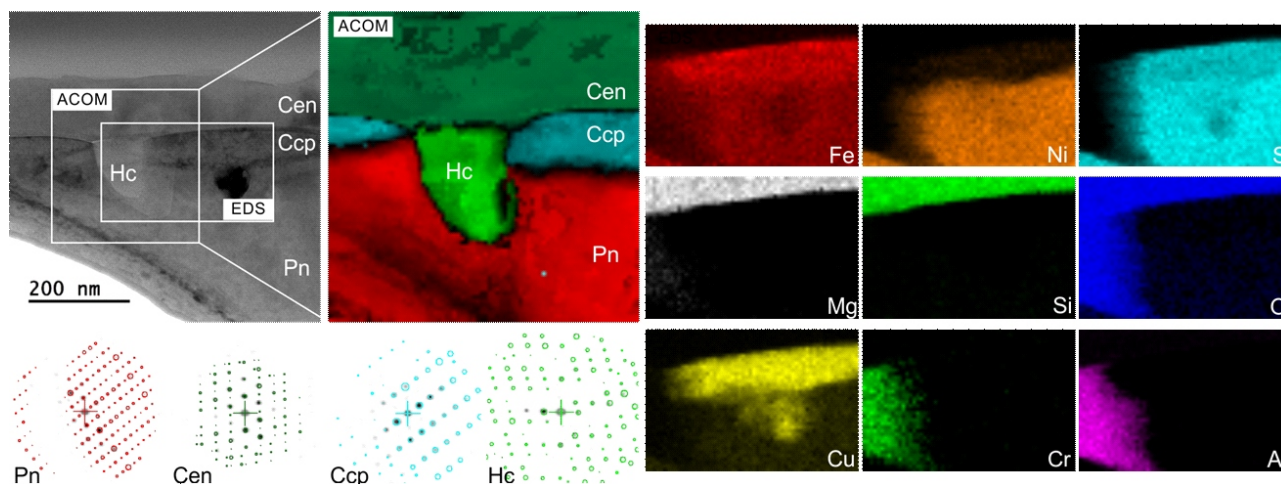
energieově disperzní spektroskopii (EDS) pro zjištění prvkového složení.

Sulfidické inkluze typu (A) mají komplexní mineralogii. Jako hlavní konstituenty byly identifikovány pentlandit a pyrrhotin. Pyrrhotin byl nalezen jako 4C polytyp. Pro tento typ inkluzí je typický lem minerálu ze skupiny pyroxenů o tloušťce 100–150 nm. Empirický vzorec fáze odpovídá  $\text{M}_2(\text{Mg}_{0,97}\text{Ca}_{0,03}\text{Fe}_{0,01})$

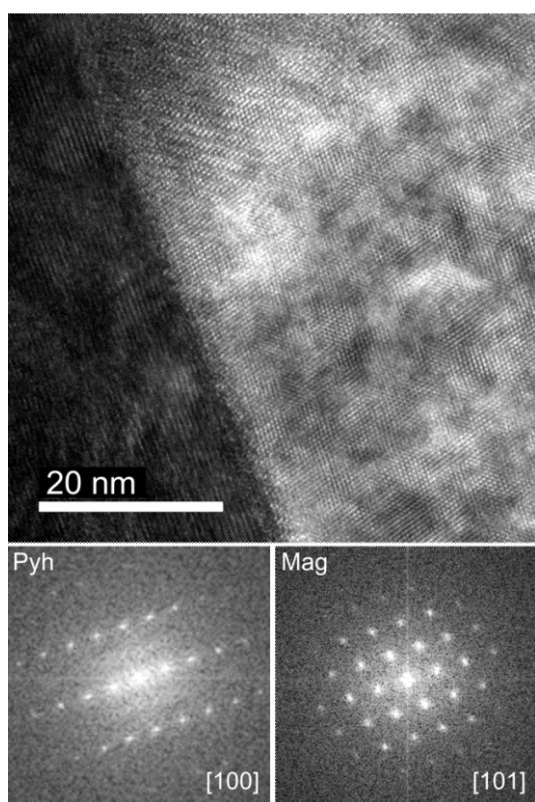
$\text{M}^1(\text{Fe}_{0,93}\text{Al}_{0,05}\text{Mn}_{0,02})\text{T}(\text{Si}_{0,96}\text{Al}_{0,04})_2\text{O}_6$ . Strukturně se podařilo v různých oblastech lemu určit fázi jak monoklinickou ( $P2_1/c$ ) tak ortorombickou ( $Pbca$ ). Jde tak o vysoce železnatý klineostatit resp. enstatit. Mezi lemem a sulfidickou fází inkluze bývá přítomna rovněž vrstva chalkopyritu do cca 100 nm silná a vzácně domény hercynitu (Obr. 2). Dalším ze spinelidů je magnetit v podobě domén o velikosti do 500 nm uzavřených v pentlanditu. Hercynit obsahuje navíc nízké koncentrace Ti, Cr a Zn a magnetit chrómu.

Hlavní součástí sulfidických inkluzí typu (B) je pyrrhotin. Dalšími sulfidy zjištěnými v těchto inkluzích jsou pentlandit a chalkopyrit. Mimo sulfidických minerálů je v inkluzích přítomen rovněž magnetit (Obr. 3). Ten je na rozdíl od inkluzí typu A čistý a neobsahuje příměsi žádných dalších prvků. Dále se v těchto inkluzích nachází také ryzí měď.

Inkluze tvořené polymorfy  $\text{SiO}_2$  a sklovitou fází o stejném složení jsou výrazně větší než inkluze sulfidické. Byla v nich jednoznačně potvrzena přítomnost křemene,



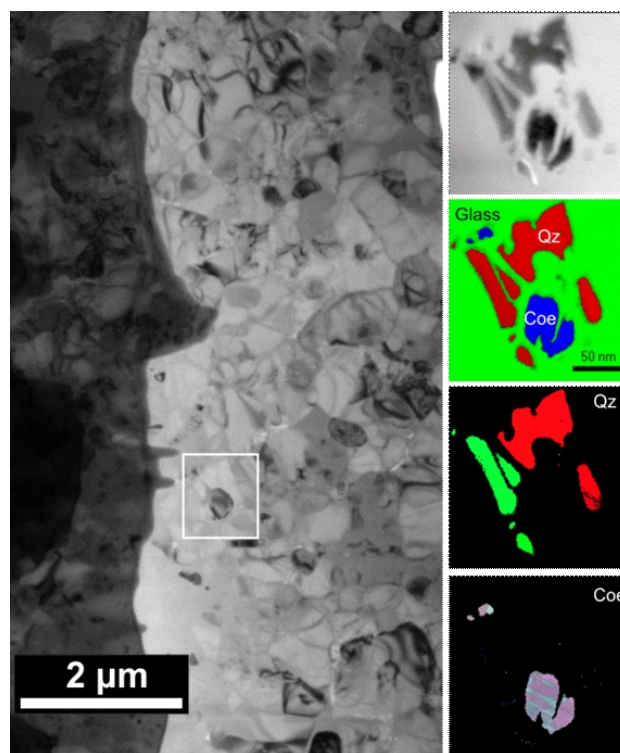
**Obr. 2.** Detail lemu sulfidické inkluze typu (A) budovaný klinopyroxenem (Cen), chalkopyritem (Ccp) a hercynitem (Hc). Sulfidická fáze odpovídá pentlanditu (Pn). Fázová mapa (ACOM) a prvkové mapy (EDS).



**Obr. 3.** Koexistující pyrrhotin (Pyh) a magnetit (Mag) v sulfidické inkluzi typu (B).

coesitu a skelné fáze. Krystalické fáze se vyskytují v podobě agregátu drobnějších zrn, kdy i v těchto jednotlivých zrnech existují domény vykazující vzájemně odlišnou orientaci. V coesitu bylo zjištěno polysyntetické dvojčatění (Obr. 4).

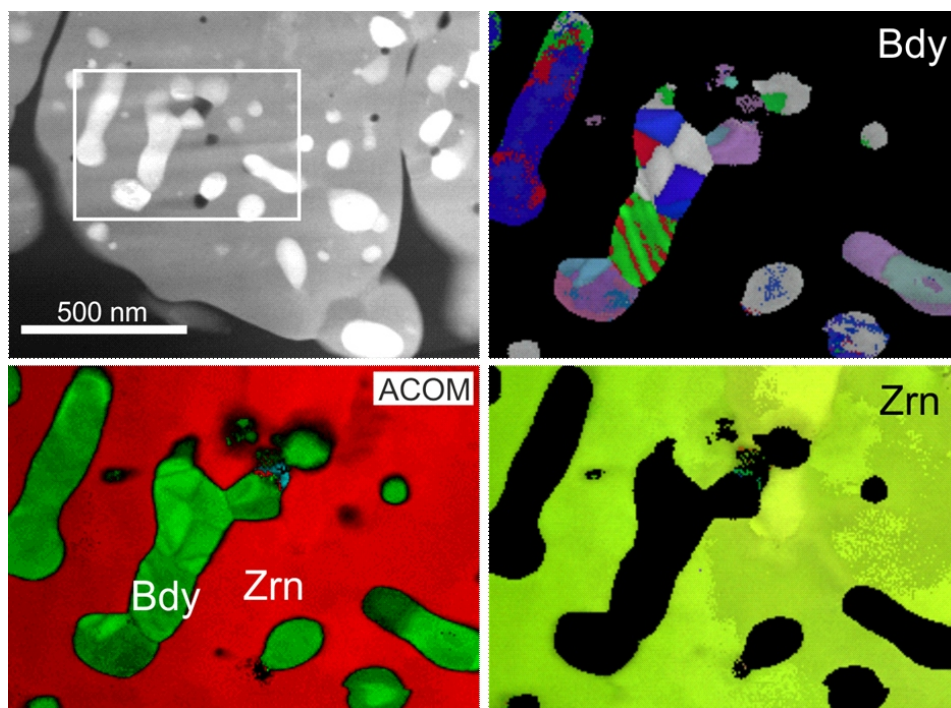
V granulárních inkluzích zirkonu se vyskytují domény baddeleyitu o velikosti do cca 250 nm. Zatímco zirkon v jednotlivých granulích se zdá mít jednu krystalografickou orientaci, domény  $m\text{-ZrO}_2$  jsou složeny z menších navzájem disorientovaných oblastí, z nichž některé dokonce vykazují polysyntetické dvojčatění (Obr. 5). Jednotlivé granule zirkonu buď navzájem přiléhají anebo jsou odděleny amorfní hmotou o složení  $\text{SiO}_2$ .



**Obr. 4.** Lamela zastihující rozhraní mezi křemenem a oblastí obsahující vedle křemene (Qz) coesit (Coe) a skelnou fázi. Fázová mapa a mapy krystalografické orientace v jednotlivých fázích (Qz a Coe).

Prezentovaný výzkum představuje vůbec první detailní strukturní studium sulfidických inkluzí v tektitech *typu Muong Nong*. V minulosti byly z australsko-asijských tvarovaných tektitů z ostrova Luzon (Filipíny) a lokality Dalat ve Vietnamu popsány tzv. „kovové sférule“ [5,6]. Jednalo se o kulovité objekty řádově větších rozměrů než zde popisované inkluze (až 500  $\mu\text{m}$  v průměru). Jejich složení bylo stanoveno pomocí EPMA a fázová identifikace provedena práškovou rtg. diffrakcí. Fázové složení zahrnovalo železo ( -Fe, „kamacit“), schreibersit a troilit. S ohledem na tuto fázovou asociaci byly tyto sférule jistý čas považovány za příměs mimozemské hmoty v tektitech a brány jako podpora pro jejich původ





**Obr. 5.** Granulární inkluze složená ze zrn zirkonu (Zrn) s drobnými doménami baddeleyitu (Bdy), vykazujícími lokálně polysyntetické dvojčatění. Fázová mapa a mapy krystalografické orientace v jednotlivých fázích (Bdy a Zrn).

v průběhu impaktních událostí a nikoliv třeba vulkanismu. Nicméně identifikace troilitu je v tomto případě nejistá s ohledem na použití práškové difrakce v kombinaci s dostupným celkovým množstvím vzorku a obsahem sulfidu v něm, které ve výsledku vedlo k pozorování pouze 4 difrakčních maxim odpovídajících případnému troilitu, a může se v podstatě jednat o jakýkoliv polytyp  $Fe_{1-x}S$ . Stejně tak ke zpochybnění kosmického původu sférulí popsáných v [5,6] vedl nízký obsah Ni v železe [7,8]. Přítomnost popisovaných sulfidických inkluzí se také nezdá odpovídat příměsi extraterrestrické hmoty ve studovaných tektitech, naopak poskytuje podporu pro zahrnutí (ultra)bazických magmatických hornin nebo jejich zvětralin do tektitové taveniny na základě jejich podobnosti s inkluzemi sulfidů z pozemských magmatických hornin [např. 9,10].

Mikrostruktury pozorované zde v inkluzi zirkonu jsou analogické materiálu zdokumentovanému z trinititů (skel vzniklých při prvním nukleárním testu v Novém Mexiku v r. 1945) [11]. Inkluze křemene s coesitem a lechatelieritem potom vykazují značnou podobnost s  $SiO_2$ -bohatými vzorky z vrstvy podmořských sedimentů o stejném stáří jako australsko-asijské tektity [12]. Na základě těchto podobností je možno odhadnout minimální tlaky a teploty, za nichž tektity vznikaly jako 30 GPa a 1500 °C.

*Tento výzkum byl realizován v rámci projektu GAČR 22-28249S a je součástí výzkumného plánu RVO 67985831 Geologického ústavu AVČR. Příprava a charakterizace vzorků pomocí FIB-SEM a TEM byla podpořena v rámci projektu výzkumné infrastruktury CzechNanoLab financovaným MŠMT ČR (LM2023051).*

1. P. Rochette, P. Beck, M. Bizzarro et al., *Commun. Earth Environ.*, **2**, (2021), 94.
2. C. Koeberl in *Large Meteorite Impacts and Planetary Evolution*, edited by B.O. Dressler, R.A.F. Grieve & V.L. Sharpton, *Geological Society of America Special Paper*, **293**, (1994), pp. 133-151.
3. C. Koeberl in *Treatise on Geochemistry (Second Edition)*, edited by H. D. Holland & K. K. Turekian (Elsevier), 2014, pp. 133-151.
4. A. Lacroix, *Compt. Rend. Acad. Sci. Paris*, **200**, (1935), 2129.
5. E. C. T. Chao, I. Adler, E. J. Dwornik, J. Littler, *Science*, **135**, (1962), 97.
6. E. C. T. Chao, E. J. Dwornik, J. Littler, *Geochim. Cosmochim. Acta*, **28**, (1964), 971.
7. R. Ganapathy, J. W. Larimer, *Earth Planet. Sci. Letters*, **65**, (1983), 225.
8. J. A. O'Keefe, *J. Non-Crystalline Solids*, **67**, (1984), 371.
9. M. Zelenski, V. S. Kamenetsky, N. Nekrylov et al., *Lithos*, **318-319**, (2018), 14.
10. A. A. Georgatou, M. Chiaradi, *Solid Earth*, **11**, (2020), 1.
11. A. J. Lussier, S. Rouvimov, P. C. Burns, A. Simonetti, *American Mineralogist*, **102**, (2017), 445.
12. F. Campanale, E. Mugnaioli, L. Folco et al., *Geochim. Cosmochim. Acta*, **264**, (2019), 105.