

A Técnica de Difração de Elétrons Retro-Espalhados (EBSD) em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) e sua Aplicação no Estudo de Rochas Deformadas

LUIZ FERNANDO GRAFULHA MORALES ¹, RUTH HINRICHES ²
LUÍS ALBERTO D'ÁVILA FERNANDES ²

1. Programa de Pós-Graduação em Geociências, Instituto de Geociências, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Av. Bento Gonçalves 9500, Bairro Agronomia, Porto Alegre, RS – Brasil. CEP: 91501-000. E-mail: luiz_grafulha@yahoo.com.br

2. Instituto de Geociências, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Av. Bento Gonçalves 9500, Bairro Agronomia, Porto Alegre, RS – Brasil. CEP: 91501-000.

(Recebido em 04/07. Aceito para publicação em 09/07)

Abstract - The electron backscattered diffraction technique in the scanning electron microscope (EBSD/SEM) is based on the diffraction of a high-energy electron beam by the crystalline structure of a given material, in all possible directions within the sample. Some of the diffracted electrons escape from the specimen with virtually the same initial energy, interact with a phosphorescent screen and the generated EBSD pattern can be picked up with a low-luminosity charge couple device (CCD) camera. These patterns can be indexed using pre-determined patterns for a large variety of minerals, which allows the determination of complete orientation of each single mineral within an aggregate. In this paper we briefly discuss the physical aspects related to the diffraction of an electron beam by crystalline matter and how the EBSD patterns are generated. We also present a short introduction of the necessary instruments to acquire EBSD data, as well as the calibration procedures, acquisition and indexing software of EBSPs. The pitfalls of the technique and possible error sources are also discussed with examples. Considering the scarce availability of literature on geological sample preparation, the polishing method of silicate-rich rocks for EBSD is described in detail in the last part of this paper.

Keywords - EBSD; deformed rocks; specimen preparation.

INTRODUÇÃO

A técnica de difração de elétrons retro-espalhados (*electron back-scattered diffraction* - EBSD – Randle 1992; Dingley *et al.* 1995; Prior *et al.* 1999) em um microscópio eletrônico de varredura (MEV), oferece a possibilidade de mapear a orientação cristalográfica e microestrutura de grãos individuais de um agregado policristalino como uma rocha, um metal ou uma cerâmica. Isto permite vislumbrar uma grande variedade de aplicações no estudo de propriedades regidas por esses dois fatores. Em Geologia uma aplicação importante é o estudo de rochas deformadas de forma dúctil ou no limite dúctil/rúptil de deformação, em cujas microestruturas e orientação cristalográfica preferencial estão registrados os processos responsáveis pela acomodação da deformação, durante determinado evento tectônico. Anteriormente a orientação da rede cristalina de minerais dentro da microestrutura só podia ser obtida em magnificações de microscópio óptico, com auxílio da Platina Universal. Apesar de estar sendo progressivamente abandonado por ser muito

trabalhosa, essa técnica ainda é útil em alguns estudos específicos (*e.g.* determinação das orientações de limites de grãos – Castro & Lagoeiro 2005). Porém não permite determinar orientações de minerais opacos e no caso do quartzo, por exemplo, permite determinar a orientação de apenas um dos eixos cristalográficos. Dados estatisticamente significativos de orientação preferencial em agregados de minerais são obtidos através de difratômetros de raios X (ou de nêutrons) com goniômetros duplos, mas com esses equipamentos a orientação preferencial é obtida a partir do agregado como um todo, e se perde a relação com a microestrutura associada. Dessa forma a técnica de EBSD vem preencher uma lacuna e vai contribuir de forma significativa para um entendimento cada vez melhor dos fenômenos governados pela microtextura de minerais.

A difração de elétrons é bem conhecida desde os primórdios da microscopia eletrônica. No Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET) é utilizada através do imageamento do plano focal, que permite identificar a orientação cristalográfica da área que contribui para a difração. Utilizando MEV,

a orientação cristalográfica pode ser obtida através do método de EBSD ou por canalização de elétrons (*electron channeling e.g.* Lloyd & Hall 1981; Lloyd *et al.* 1992; Mainprice *et al.* 1993). Inicialmente limitada à análise de grãos individuais de metais (*e.g.* Venables & Harland 1973; Dingley 1981; Randle 1992; Dingley *et al.* 1995; Randle & Engler 2000), essas metodologias foram sendo progressivamente adaptadas para o uso em cerâmicas, minerais e finalmente em rochas. O mapeamento da orientação cristalográfica da microestrutura só foi possível a partir da evolução de métodos computacionais suficientemente ágeis, para interpretar os milhares de padrões gerados em um mapeamento de alta resolução. Atualmente EBSD tem sido uma metodologia importante na aquisição de dados de orientação cristalográfica em materiais geológicos (*e.g.* Randle 1992; Prior *et al.* 1999; Wheeler *et al.* 2001; Lloyd 2004). Só recentemente essa ferramenta foi introduzida no Brasil para a aplicação em estudos geológicos, e possui um grande potencial para solução de diversos problemas relacionados ao estudo de deformação de rochas.

Esse trabalho visa facilitar a utilização dessa técnica em amostras geológicas. Apresenta uma revisão sobre os processos físicos envolvidos, discute a formação dos padrões de difração de elétrons retro-espalhados (ou EBSPs, *electron backscattered patterns*), a calibração do equipamento, a aquisição dos dados de mapeamento, a indexação, o armazenamento e as fontes de erro inerentes à metodologia. No final desse artigo descreve-se detalhadamente o procedimento de polimento necessário para obtenção de bons padrões EBSP em amostras quartzofeldspáticas, tendo em vista a pouca literatura disponível com essas informações.

DIFRAÇÃO POR CRISTAIS E A FORMAÇÃO DE EBSPs

A difração de elétrons no MET é feita com feixe paralelo, gerando padrões de difração semelhantes aos difratogramas de Lãue (raios X), ou com feixe de elétrons convergente, gerando padrões de Kikuchi. Como a amostra é muito fina e elétron-transparente, observa-se o espalhamento para frente (*forward scattering*), que é capturado na tela fosforescente do MET.

No MEV, quando o feixe de elétrons interage com o volume de amostra atingido por esse feixe, forma-se um volume de interação denominado de "pêra de ionização". Nesse volume, uma fração signi-

ficativa dos elétrons não perde energia, mas apenas muda de direção dentro da amostra (sofrem espalhamento elástico). Quando a superfície da amostra se encontra fortemente inclinada, a probabilidade desses elétrons conseguirem escapar da amostra é bastante grande e pode-se descrever sua trajetória como se fossem emitidos por uma fonte pontual, situada dentro da pêra de ionização, próximo à superfície. Esse "feixe divergente de elétrons", ao percorrer as dezenas de nanômetros até a superfície, espalha-se coerentemente nos planos cristalinos por causa de sua natureza ondulatória, e sofre o fenômeno de interferência que denominamos de difração. A difração de elétrons retro-espalhados obedece à Lei de Bragg, que está enunciada abaixo (Equação 1), onde d_{hkl} é a distância interplanar, θ é o ângulo de incidência da onda nesse conjunto de planos hkl , n é um número inteiro e λ é o comprimento de onda dos elétrons (elétrons com energia de 20 a 30 keV têm comprimento de onda de aproximadamente 0,1 Å).

$$2 d_{hkl} \sin \theta = n \lambda \quad (1)$$

A figura 1a mostra a pêra de ionização de um feixe de elétrons de 30 keV em uma amostra inclinada 70° em relação à horizontal. O feixe incide de forma quase rasante e cerca de 50% dos elétrons são retro-espalhados. Sobre as trajetórias dos elétrons simuladas por um programa Monte Carlo (em preto) está desenhada a "fonte virtual de elétrons" (em cinza), mostrando que os elétrons saem do interior da amostra em todas as direções. Na figura 1b está mostrado um conjunto de planos hkl . Aqueles elétrons que saem da fonte virtual com o ângulo correto, vão difratar nesses planos e produzir os cones de Kossel, cuja intersecção com a tela fosforescente vai produzir uma banda de Kikuchi.

Como os elétrons se deslocam em todas as direções a partir da fonte virtual, para cada conjunto de planos hkl a condição de difração de Bragg será satisfeita por elétrons que se aproximem desses planos, tangenciando um "cone de difração" cujo eixo é perpendicular ao plano. Desta forma, todos os planos contribuem com linhas de Kikuchi para o padrão de EBSP. A linha mediana dos cones representa o plano cristalino que difratou o feixe. Dessa maneira, cada banda de Kikuchi (par de cones) captada pela tela fosforescente possui a mesma orientação do plano cristalino da amostra, e as relações geométricas entre bandas são idênticas às aquelas apresentadas pelos planos no cristal. O conjunto de bandas de Kikuchi forma o EBSP que mostrará to-

das as características de simetria do cristal analisado.

Os elétrons que escapam da amostra podem ser separados em dois grandes grupos: aqueles que sofreram (poucas) colisões elásticas e não perderam energia e aqueles que retornam à superfície com energias mais baixas (resultado de colisões inelásticas). Os elétrons com energias baixas têm outro comprimento de onda e não difratam com os elétrons elasticamente espalhados, porém contribuem para uma fosforescência de *background* na tela de captação do padrão (*e.g.* Goldstein *et al.* 1984; Reed 1996). Os elétrons que retro-espalharam perto da superfície têm boa chance de terem conservado sua energia e de contribuir para a formação dos padrões de difração (Randle 1992; Dingley *et al.* 1995; Prior *et al.* 1999). O padrão de difração geralmente representa apenas 10% da intensidade do sinal. Na figura 2 estão mostradas as intensidades relativas do EBSP em relação ao *background*. O *background*

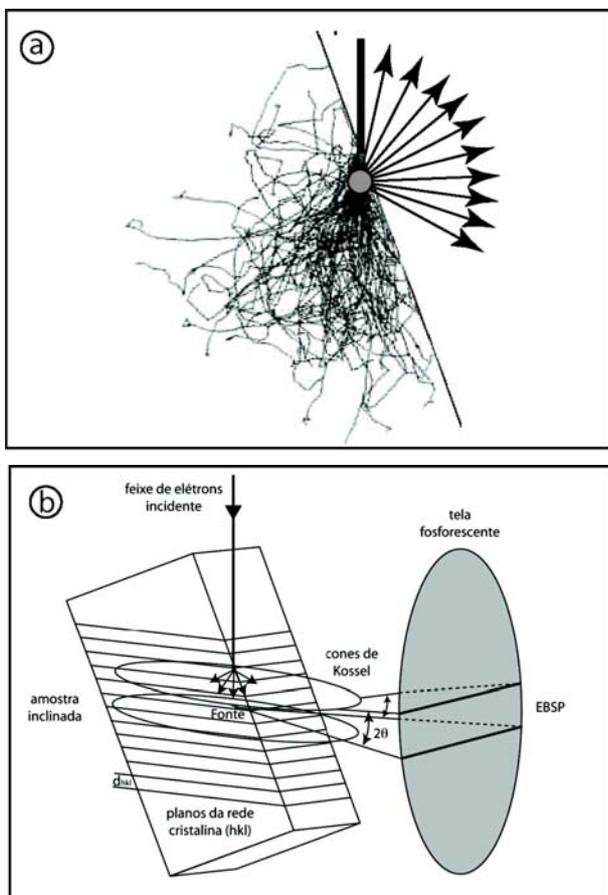


Figura 1 - a) Simulação Monte Carlo das trajetórias de elétrons no interior da amostra. A dimensão da pêra depende do número atômico médio e da densidade da amostra; a fonte virtual fica a menos de meio micron de profundidade em minerais silicáticos b) Desenho esquemático da formação dos cones duplos de Kossel por difração de um feixe de elétrons nos planos cristalinos e sua intersecção com a tela fosforescente formando uma banda de Kikuchi. Modificado de Randle (1992).

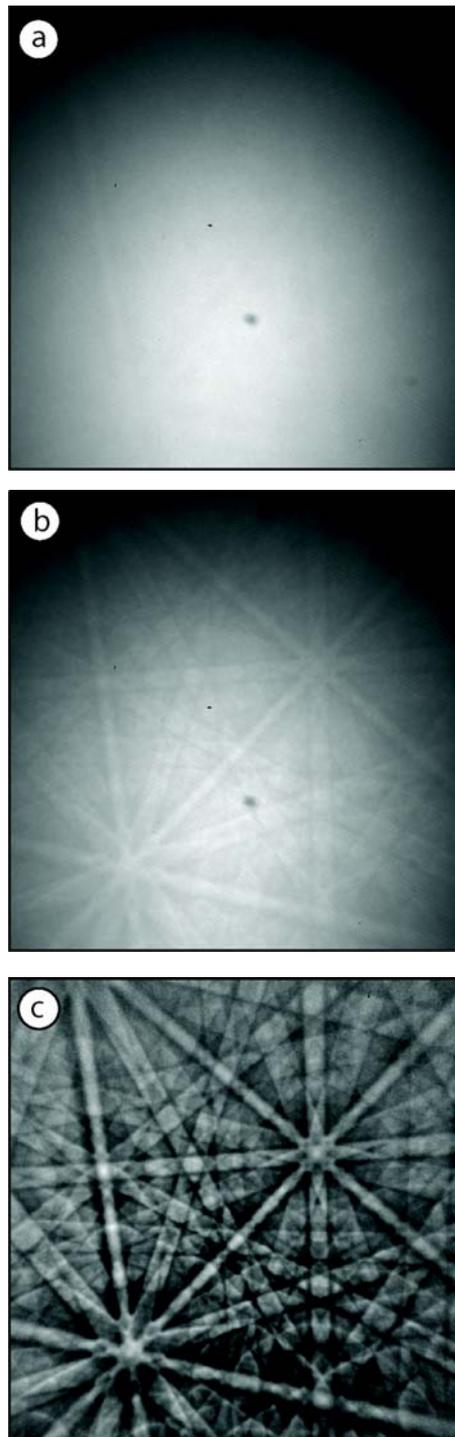


Figura 2 - Imagem da tela fosforescente mostrando (a) o *background* (com feixe desfocado), (b) o padrão de linhas de Kikuchi como foi adquirido e (c) efeito de correção (subtração do *background*).

“puro” é obtido com o feixe desfocado. Essa imagem é então utilizada para correção e é subtraída dos padrões subsequentes.

Se obtém padrões de difração em amostras inclinadas entre 60° e 80° da horizontal, de modo que sua superfície tenha um ângulo entre 30° e 10°

com o feixe de elétrons. Nesse intervalo de ângulos, a probabilidade de retro-espalhamento é bem maior do que quando a amostra está na horizontal, como no caso da técnica de *electron channeling*. Em amostras geológicas em geral não se utiliza ângulos maiores que 70°, pois acima disso é difícil de manter em foco uma fração suficiente da microestrutura. Como a área a ser observada em rochas frequentemente precisa abranger várias centenas de micrômetros, é necessário trabalhar com ampliações relativamente baixas e neste caso uma varredura sobre 0,5 mm implica uma variação da profundidade de foco de 1,4 mm. Com as correções “*dynamic focus*” é possível corrigir o foco, porém em ampliações muito baixas, às vezes necessárias em petrologia, se chega no limite dessa correção. Isso está exemplificado na figura 3, que mostra pontos de contaminação com carbono sobre uma amostra, ocasionados pelo longo tempo de permanência do feixe no local. A ampliação utilizada é de 250x (a varredura em X é de aproximadamente 500 μm e em Y de 400 μm). Devido à inclinação de 70° da amostra, a borda superior fica 1,1 mm mais elevada que a borda inferior, de modo que o equipamento consegue manter o foco apenas nas linhas centrais.

INSTRUMENTAÇÃO

Para obter EBSPs é necessário inserir na câmera de vácuo do MEV uma tela fosforescente em que impactam os elétrons difratados. Uma câmera de captação de baixas luminosidades (CBL) externa ao vácuo captura a imagem do padrão de Kikuchi através de uma janela de quartzo e a transfere para um monitor, onde pode ser visualizada em tempo real. A figura 4 mostra como a amostra é posicionada no interior do MEV e como o padrão EBSP se projeta sobre a tela fosforescente, cuja luminosidade é capturada por uma câmera de alta sensibilidade (CBL).

Usualmente a tela fosforescente é montada na parte de trás da coluna do MEV, numa posição vertical e perpendicular ao plano formado pelo feixe e a normal da amostra. A tela é aproximada da amostra apenas quando a técnica de EBSD é utilizada. Em geral existe um batente no trilho de deslocamento da tela, que evita a aproximação excessiva. Se o MEV possuir uma câmera infra-vermelha para observação, é de bom alvitre observar a tela fosforescente durante a movimentação para evitar acidentes (e.g. colisão do detector de EBSD com outros

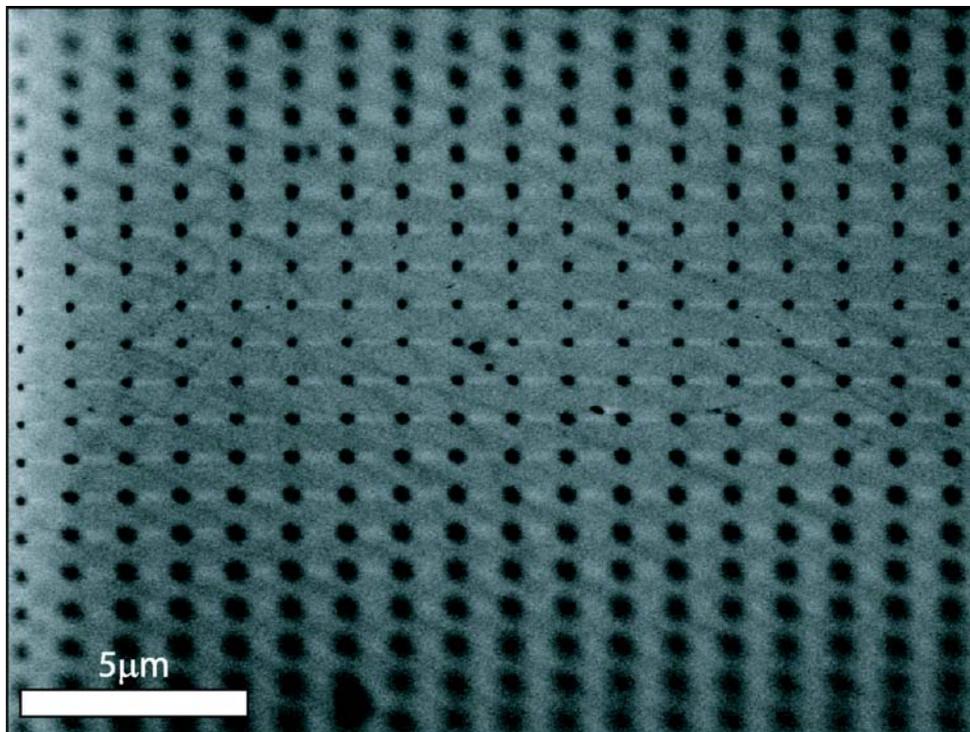


Figura 3 - Visualização da grade de obtenção de pontos de padrões EBSP 20x18 através dos *spots* de contaminação de carbono. Apenas as 5 linhas centrais estão em foco, acima e abaixo o *spot* aumenta por estar em *underfocus* ou em *overfocus*. A profundidade de foco total teria de ser 1,1 mm para permitir o foco em toda a área varrida.

detectores no MEV, danificação da tela, etc.), que podem acontecer devido às limitações de espaço no interior da câmara. A distância da tela até a amostra deve ser adequada para captura de um bom padrão. Quanto mais próximo a tela estiver do ponto de incidência do feixe na amostra, maior será o ângulo de captura e mais completo será o padrão. Contudo, maiores serão também as aberrações nas laterais da tela decorrentes da projeção gnomônica. Por outro lado, se a tela ficar a uma distância muito grande, interceptará apenas uma fração reduzida do padrão de Kikuchi.

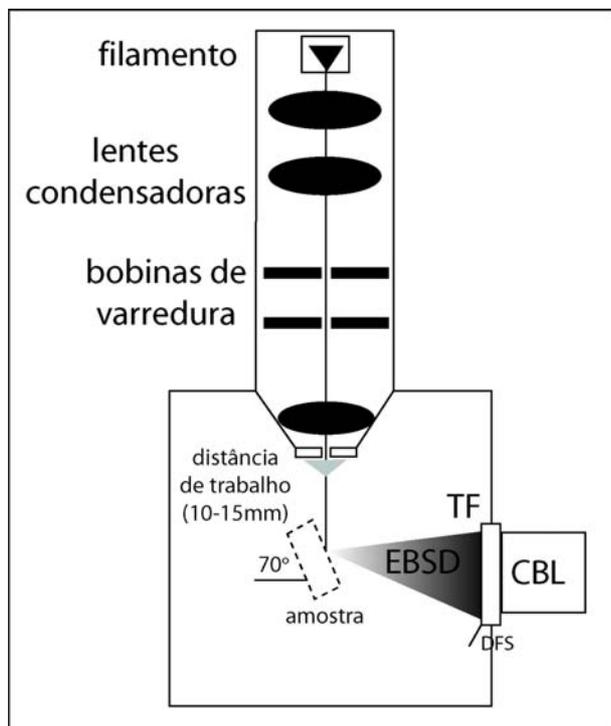


Figura 4 - Esquema da instalação da tela fosforescente (TF) e da câmera de baixa luminosidade (CBL) junto à amostra inclinada por 70°. São indicadas também as lentes de controle na coluna de elétrons (adaptado de <http://www.jeol.com.jp>).

Para inclinação da amostra pode-se utilizar o próprio porta- amostra do MEV (caso ele permita a inclinação tão elevada), ou utilizar pequenos cubos pré-chanfrados em ângulo de 70°. Para a obtenção de mapas de orientação, é necessária a instalação de uma placa eletrônica de controle de varredura do feixe, que permite o posicionamento do feixe sobre os pontos de uma grade, conforme a magnificação e a resolução desejados. O feixe fica estacionário nesse ponto até que o padrão seja adquirido, depois vai para o próximo ponto, percorrendo todos os pontos da grade e adquirindo um padrão em cada ponto durante a varredura da região selecionada. Um *software* de indexação e armazenamento precisa ma-

nipular o grande número de dados gerados. Num mapa de alta resolução, que consiste de vários milhares de padrões, essa varredura pode demorar várias horas.

Antes de poder identificar amostras desconhecidas através dos padrões EBSP, é necessário calibrar o equipamento em que os padrões serão adquiridos. Os passos de calibração são descritos a seguir.

CALIBRAÇÃO

A distância entre a fonte do padrão de difração na amostra e o centro do padrão na tela depende da proximidade da tela da amostra, sendo que usualmente é em torno de 24 mm. Antes de começar com a aquisição dos dados de uma amostra, é necessário conhecer as distâncias específicas da configuração da tela fosforescente, da amostra, do ponto de impacto do feixe de elétrons e da distância de trabalho (*working distance*) no equipamento a ser utilizado.

Para isso executa-se uma rotina de calibração do sistema, que consiste na montagem de um cristal de orientação conhecida em um porta-amostra inclinado em determinado ângulo. A análise das amostras deverá ser realizada num arranjo de geometria idêntica (Randle 1992; Dingley *et al.* 1995, <http://www.hkltechnology.com>).

Três parâmetros devem ser obtidos durante o processo de calibração

- (i) A posição da fonte do padrão na amostra (SP – *source point*), ou seja, o ponto onde incide o feixe de elétrons e onde é gerado o padrão.
- (ii) A posição do centro do padrão (PC – *pattern center*) na tela, ou o centro do padrão de Kikuchi. Depende da distância de trabalho.
- (iii) A distância entre esses dois pontos ou comprimento de difração (L).

Esses parâmetros estão mostrados na figura 5, em que a amostra recebe a incidência do feixe no ponto que vai dar origem ao padrão (SP *source point*). As coordenadas desse ponto no sistema de referência da amostra são (Xs, Ys Zs). Definem-se as coordenadas da amostra no microscópio (Xm, Ym e Zm) e as coordenadas do padrão de difração na tela (x, y, z). Durante a calibração essas coordenadas são correlacionadas. SP e PC por definição ficam à mesma altura, e a distância entre os dois pontos é denominada comprimento de difração (L).

No caso de se utilizar um monocristal de silício metálico (sistema isométrico) para calibração,

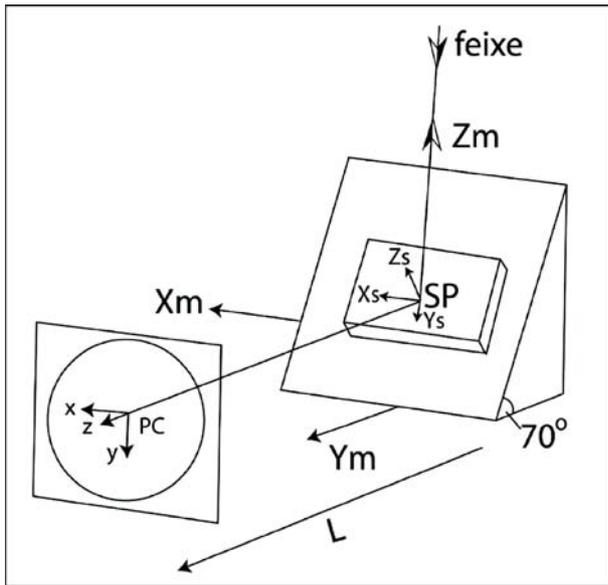


Figura 5 - Figura esquemática mostrando os eixos de referência e os parâmetros padrão da configuração do sistema MEV/EBSD com tela vertical. X_m , Y_m e Z_m são os eixos do microscópio eletrônico de varredura, enquanto X_s , Y_s e Z_s são os eixos da amostra e x , y e z os eixos da tela. SP refere-se a "fonte" do padrão, enquanto PC refere-se ao centro desse padrão na tela (a origem para os eixos x , y e z). L é a distância entre SP e PC.

pode-se facilmente clivar o cristal ao longo das direções $\langle 110 \rangle$. Orienta-se então a direção $[110]$ da amostra paralelamente ao X_s , e Y_s paralelamente a $[-110]$. Como o plano (001) está sobre o porta amostra, Z_s fica orientado paralelamente a direção $[001]$.

Os eixos de referência da amostra em relação aos eixos do microscópio estão relacionados pela inclinação do porta-amostra. X_s está paralelo a X_m ,

Y_s e Z_s estão rotacionados por 70° em torno do eixo $X_s = X_m$ em relação a Y_m e Z_m (Fig. 5). Portanto a orientação da amostra no sistema de coordenadas do microscópio é conhecida.

Nessas condições, o eixo $[114]$ do silício metálico está praticamente horizontal ($70^\circ + 19,47^\circ = 89,47^\circ$, portanto meio grau de desvio) e o pólo $[114]$ marcará na tela o centro do padrão (PC). Essa localização do PC sobre a foto servirá como calibração para todas as medidas subseqüentes de amostras desconhecidas. Na figura 6 está mostrado o padrão de difração do Si e estão identificados os pólos principais. Ao lado, uma simulação das bandas de Kikuchi, obtida com o *software* de demonstração da Oxford-HKL (<http://www.hkltechnology.com>), onde o retângulo desenhado sobre a esfera marca aproximadamente os limites da tela no padrão à esquerda.

O centro do padrão PC na tela geralmente está um pouco acima do centro da imagem, e permanece lá enquanto não houver mudança na distância de trabalho (WD). Se a WD é aumentada, o PC desce pelo mesmo valor na tela (já que por definição o ponto de impacto e o PC ficam na mesma altura). Isto significa que para baixas magnificações, onde devido ao deslocamento do feixe sobre a amostra pode haver diferenças de vários mm na distância de trabalho, é necessário fazer ajustes de calibração no PC em um mesmo mapa para indexação correta dos EBSPs.

Para determinar a distância do PC até o ponto de incidência do feixe (comprimento de difração

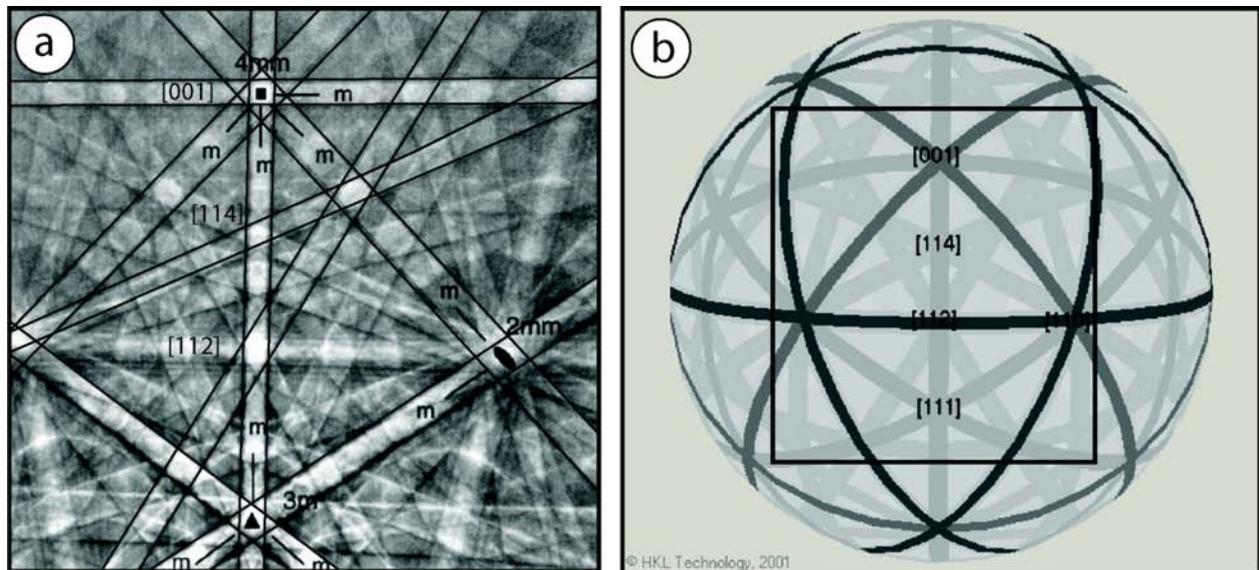


Figura 6 - (a) Padrão de difração de silício metálico (Si 100) orientado com o eixo $[110]$ na horizontal. Se a amostra estiver inclinada a 70° , o pólo $[114]$ mostra o PC. (b) Simulação do padrão de difração do silício sobre uma esfera obtida com o simulador HKL (<http://www.hkltechnology.com>), mostrando na área do retângulo os mesmos pólos da projeção gnomônica da esquerda.

L), mede-se sobre o padrão a distância entre os pólos [112] e [114], que diferem de $15,79^\circ$. A distância medida (w) entre os pólos na tela está relacionada com o ângulo (θ) e com o comprimento de difração (L) através da equação 2:

$$w = L \operatorname{sen} \theta \quad (2)$$

e portanto a distância L será 0, 2721 vezes a distância medida entre os pólos [112] e [114]. Essa relação linear simples entre distâncias na imagem e o $\operatorname{sen} \theta$ pode ser aplicada a todas as distâncias medidas sobre o padrão. Por exemplo é fácil mostrar que a largura das bandas de Kikuchi está relacionada inversamente à distância interplanar, isto é bandas estreitas são relacionadas com distâncias interplanares grandes (índices de Miller baixos), enquanto que bandas largas são associadas com distância interplanares menores.

ORIENTAÇÃO DA AMOSTRA NO MEV

Quando o mapa de orientações cristalográficas deverá ser correlacionado com a orientação da amostra no campo, é fundamental um bom posicionamento da amostra no porta-amostra. Quando o objetivo é uma análise estrutural macroscópica de um terreno, a orientação segundo um determinado plano já deve ser feita no campo. Nesses casos, é importante que a foliação (bandamento gnáissico, foliação milonítica) e a lineação (estiramento/mineral) sejam medidos na própria amostra, ou em uma área adjacente cuja orientação seja consistente com a orientação das mesmas estruturas na amostra. Com esses dados estruturais é possível correlacionar os dados do mapa de orientação com as orientações geográficas originais, permitindo inferir relações entre as estruturas macroscópicas regionais e as orientações cristalográficas preferenciais. Normalmente os dados são obtidos em um sistema de coordenadas que apresenta uma foliação vertical de direção E-W e uma lineação horizontal com a mesma direção (e.g. Schmid & Casey 1986; Passchier & Trouw 2006), não representando a posição espacial original da amostra em campo.

O corte da amostra é feito levando em consideração os objetivos a serem atingidos com a identificação da trama cristalina. Geralmente, utiliza-se o corte paralelo à lineação de estiramento e perpendicular à foliação (superfície XZ). Esse corte permite a visualização dos indicadores cinemáticos microscópicos, além da identificação da grande maioria das

microestruturas nos diferentes minerais e os prováveis processos materiais responsáveis por seu desenvolvimento. Se não é possível obter o corte em XZ, existe a possibilidade das medidas de EBSD serem realizadas em outros planos (e.g. XY, YZ) e posteriormente serem rotacionadas para o sistema de referência desejado, através da determinação dos ângulos de Euler para trazer as medidas de um sistema de coordenadas para outro. A determinação da orientação geográfica da superfície XZ pode ser realizada após o corte da amostra, reorientando a mesma em caixa de areia (ou em massa de modelar), ou utilizando uma rede estereográfica de igual área, determinando o grande círculo que contenha o pólo da foliação e a direção de caimento da lineação. O processo de orientação na amostra é essencial durante a obtenção das medidas de orientação cristalográfica, pois erros simples, como o espelhamento da amostra na hora do corte, podem ocasionar erros significativos posteriormente na interpretação desses dados.

As amostras são montadas no MEV com a lineação paralela ao eixo X do microscópio (X_m), e com a normal da foliação paralela ao eixo Y do microscópio (Y_m). Conseqüentemente o eixo Z do microscópio ficará contido no plano que contém a lineação da amostra (Fig. 5). A posição dos eixos da amostra em relação ao porta-amostra só não é importante se as orientações a serem obtidas forem apenas relativas, como por exemplo na obtenção da diferença de ângulos entre limites de grãos.

RECONHECIMENTO DOS PADRÕES

Os EBSD são identificados pelo *software* através das larguras das linhas de Kikuchi e dos ângulos entre as linhas, característicos do sistema cristalino fornecido para comparação. Devido à pequena distância entre a amostra e a tela, a projeção gnomônica do padrão apresenta uma aberração esférica significativa que é centrada em torno do PC. Os erros devidos a essa distorção serão discutidos na sessão seguinte.

A identificação dos eixos de zona (cruzamento entre as linhas de Kikuchi) geralmente é feita pela sua simetria e por sua posição relativa a outros eixos. Uma ferramenta útil para identificação são os mapas de Kikuchi, compostos por duas ou mais unidades triangulares em que planos e eixos de zona estão identificados (Dingley 1995). No caso de minerais cúbicos apenas 1/24 da esfera precisa ser considerada para uma descrição completa do siste-

ma, com isso o triângulo projetado na tela é pequeno e pode-se utilizar a região em torno do PC que praticamente não apresenta distorção gnomônica. Em minerais de simetria mais baixa o triângulo para identificação é maior e com isso aumenta a aberração devido à projeção. O simulador mencionado na figura 6 é útil para se familiarizar com o aspecto das linhas de Kikuchi esperadas para um mineral de determinada simetria e com as mudanças no mapa devidas a alterações de orientação do mineral.

É interessante observar que materiais pertencentes ao mesmo sistema cristalino podem apresentar diferenças no padrão de difração. Minerais do sistema cúbico apresentam os mesmos ângulos interplanares e intrazonais, mas a intensidade das bandas varia com o fator de estrutura, dependendo se o mineral pertence ao grupo espacial P, I ou F. Em um padrão de cristal cúbico de face centrada (F), a linha mais proeminente é a do plano (111), enquanto que no padrão de um cristal cúbico de corpo centrado (I) a linha mais intensa é a do plano (110).

A utilização de bandas menos intensas para a identificação das fases minerais é necessária quando se precisa distinguir entre minerais com EBSPs muito semelhantes (Randle 1992; Prior *et al.* 1999; Randle & Engler 2000; Lloyd 2006).

Os programas de indexação de EBSD foram desenvolvidos primeiramente em materiais cúbicos. Com o aumento da sensibilidade das telas de captura, mesmo as linhas de Kikuchi menos intensas tem sido utilizadas na identificação dos sistemas cristalinos menos simétricos e atualmente é possível identificar e indexar materiais em todos sistemas cristalinos (Randle 1992; Prior *et al.* 1999; Randle & Engler 2000).

É necessário ensinar ao *software* de identificação que padrão de difração é esperado para o mineral estudado. Isso pode ser feito por introdução dos parâmetros de Wyckoff do grupo espacial específico e pode ser bastante trabalhoso para minerais com estrutura complexa. Em geral um *software* especializado em amostras geológicas contém uma biblioteca com os grupos espaciais dos principais minerais e basta especificar o mineral.

Um problema importante é a identificação de minerais isomórficos, onde soluções sólidas de composições variáveis possuem a estrutura cristalográfica variando gradacionalmente em decorrência da substituição de elementos de raio iônico semelhante (*e.g.* Randle 1992; Dingley *et al.* 1995; Prior *et al.* 1999; Randle & Engler 2000; Lloyd 2004). No caso dos plagioclásios existe uma solução sólida entre o extremo sódico (albita) e o extremo cálcico (anor-

tita). Para a indexação correta desses minerais são necessários seis padrões de difração (G. Lloyd, comunicação pessoal). Isso ocorre porque as mudanças progressivas nas composições dessa solução sólida provocam mudanças nos parâmetros de rede. Nesse caso é importante uma caracterização química anterior (microsonda eletrônica), para que se utilize o padrão de referência correto (Prior & Wheeler, 1999).

FONTES DE ERRO NA UTILIZAÇÃO DO EBSD

Provavelmente o maior gerador de erros na obtenção de dados de orientação em minerais é a baixa razão entre o sinal e o ruído nos EBSP's de minerais. Isso se deve ao fato de o feixe de elétrons alcançar profundidades maiores em minerais do que na maioria dos metais, por terem os minerais em geral um número atômico médio mais baixo. A fração de elétrons retro-espalhada sem perda de energia é pequena e só esta fração contribui para as linhas de Kikuchi. Os demais elétrons retro-espalhados elevam o *background*. Contorna-se esse problema com correções matemáticas de *background*, aumentando o contraste através de um intensificador de sinal ou utilizando correntes de feixe mais altas. O problema de alto *background* é agravado quando os elétrons retro-espalhados perdem sua coerência ondulatória, indispensável para o fenômeno de difração. Isso pode ocorrer quando os elétrons tem de atravessar uma camada superficial parcialmente amorfizada (ocasionada pelo corte e polimento mecânico), ou quando existem muitos defeitos na mesma (Randle 1992; Randle & Engler 2000). Pode-se minimizar esse problema através de um acabamento mecano-químico da superfície da amostra, como será descrito na próxima sessão.

Quando o sistema está mal calibrado, ou seja, quando o PC não está corretamente identificado na imagem, o *software* não consegue fazer as correções necessárias e eventualmente é induzido a uma identificação incorreta. Também a orientação do mineral é calculada erroneamente devido a calibração incorreta. Quando um EBSP é adquirido em um mineral, ele é automaticamente identificado e indexado segundo o padrão de difração de um cristal ideal. Se o sistema está descalibrado, as bandas calculadas não coincidem com as bandas geradas pela difração dos elétrons rétro-espalhados na amostra, como esquematicamente mostrado na figura 7.

Os erros de localização do PC e a conse-

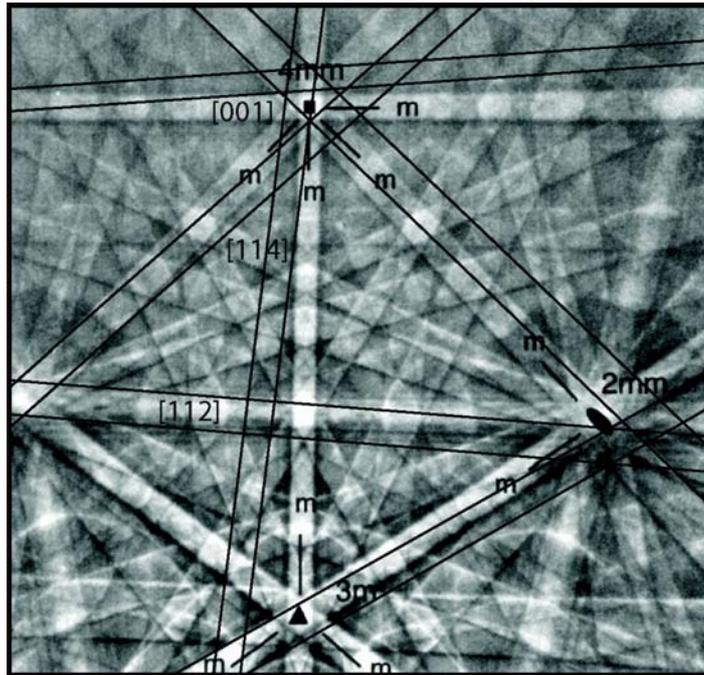


Figura 7 - Figura esquemática mostrando o mesmo EBSD da figura 6 (a) com a indexação incorreta das bandas de Kikuchi devido a uma mudança da *working distance* sem recalibração posterior. Note como as linhas pretas que marcam essa indexação estão em ângulo com as bandas do EBSD.

quente indexação errada podem prejudicar gravemente a aquisição dos dados de orientação. Na figura 8 são mostrados dois conjuntos de mapas de orientação para uma amostra de moscovita-quartzo milonito. As figuras 8a e 8b foram geradas a partir de EBSFs obtidos com o sistema MEV/EBSD descalibrado devido a mudança da distância de trabalho, e 8c e 8d com o sistema corretamente calibrado. A amostra analisada possui cerca de 80% de quartzo (cinza) e 20% de moscovita (branco). Contudo, com a descalibração do sistema, a indexação é incorreta, e muitos dos cristais que deveriam ser indexados como quartzo são erroneamente interpretados como cristais de moscovita, como mostrado nas figuras 8a e 8b. Nestas, a percentagem modal entre os dois minerais é de aproximadamente 50% de quartzo e 50% de moscovita, ou seja, ocorre uma superestimação da fase menos presente na amostra, mesmo no caso de minerais pertencentes a sistemas cristalográficos distintos.

Com a indexação incorreta das fases também a distribuição dos pólos cristalográficos fica profundamente alterada. Na figura 9 são mostradas as figuras de polo obtidas para a amostra da figura 8. Na figura 9a estão as figuras de pólo de quartzo e de moscovita indexadas com o sistema desconfigurado, enquanto na figura 9b são mostradas as figuras de pólo para a mesma amostra de moscovita-quartzo milonito indexada corretamente. Nota-se uma significativa diferença para as distribuições de eixos-c, dos pólos de prismas de primeira e segunda ordem e

dos romboedros de quartzo e dos eixos $\langle 100 \rangle$, $\langle 010 \rangle$ e $\langle 001 \rangle$ de moscovita, bem como na localização dos seus máximos e mínimos de orientação preferencial.

Observa-se que a ocorrência de pontos não indexados é muito maior com o sistema não-calibrado (bandas cinza escuro nos mapas 8b, indicando “soluções zero”). Os *softwares* de tratamento dos mapas de orientação possuem ferramentas que permitem a correção matemática desses pontos não-indexados, atribuindo a esse ponto a mesma orientação dos pontos circundantes. Contudo, essa ferramenta de correção deve ser usada com cautela e serve apenas para pequenas correções, para não gerar mapas de orientação geologicamente irreais.

Durante a calibração a localização dos eixos de zona deve ser feita com muito cuidado. O ângulo típico entre as linhas de Kikuchi é de aproximadamente 2° , e o cursor deve estar com erro menor de $0,25^\circ$ no momento da indicação do eixo de zona, para não prejudicar a indexação automática dos padrões.

Além das distorções provenientes da projeção gnomônica, defeitos no sistema de captação podem produzir distorções nos extremos da tela. O nível de erro pode ser verificado através do imageamento de uma grade ortogonal (papel milimetrado) em vez da tela fosforescente. Como isso implica a remoção da tela, este teste só deve ser feito por pessoal capacitado. Alguns sistemas de manipulação de imagens oferecem uma rotina de correção que

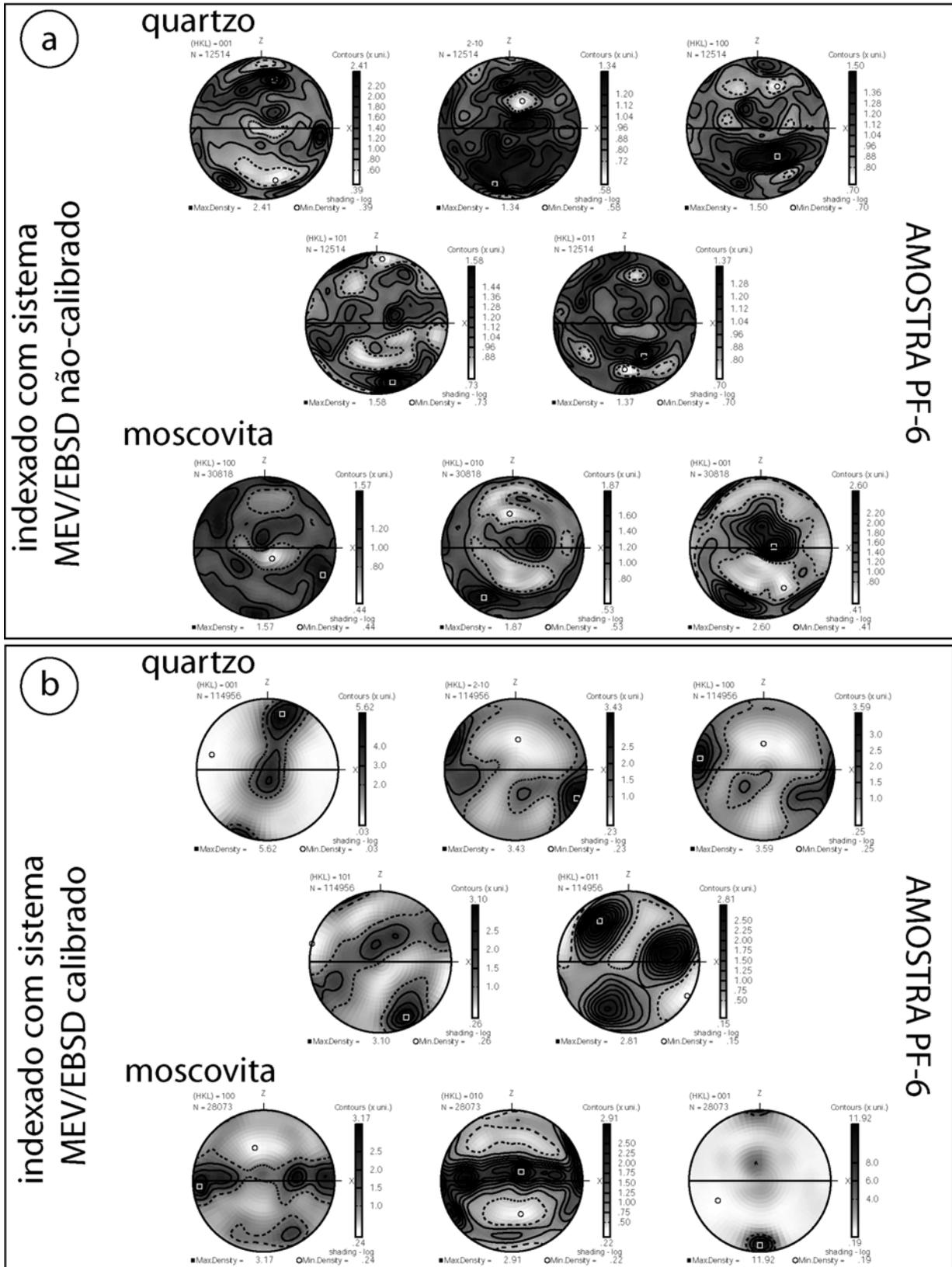


Figura 8 - Figuras de pólo de quartzo e moscovita obtidas para a mesma amostra de moscovita-quartzo milonito, sendo que (a) foi obtida em um sistema MEV/EBSD descalibrado devido a uma mudança da *working distance* e (b) padrões indexados corretamente. Dados plotados com o auxílio do programa PFch5.exe (<http://www.isteeem.univ-montp2.fr/PERSO/mainprice/>).

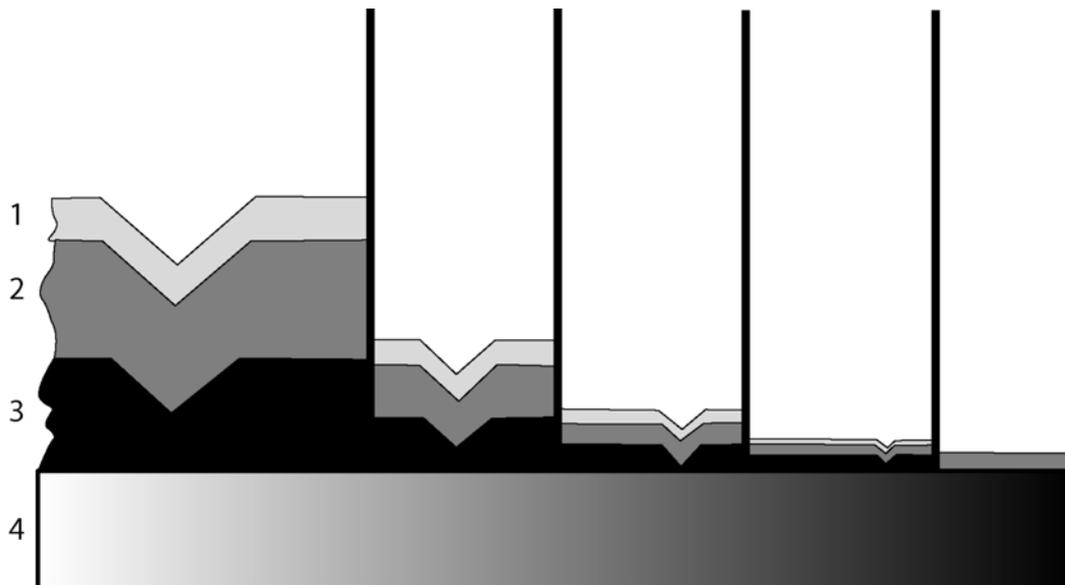


Figura 9 - Desenho esquemático mostrando o efeito na superfície da amostra ocasionado pelo polimento com abrasivos mecânicos (e.g. pasta de diamante) de diferentes tamanhos de grãos. Estão indicadas 1: camada amorfizada; 2: camada fortemente alterada; 3: camada levemente alterada; 4: material original. A camada total a ser removida está relacionada com a alteração provocada pelo grão mais grosso (desbaste inicial). Os passos utilizando abrasivos com grãos sucessivamente menores eliminam essa camada alterada, provocando menor profundidade de dano no material (modificado de Schneider *et al.*, 1991).

pode ser aplicada para corrigir aberrações esféricas e tipo “almofada” na imagem.

Outra dificuldade de indexação ocorre em regiões onde o cristal é tão fino que dois padrões de cristais distintos se sobrepõem no mesmo EBSP. A indexação automática não leva isso em consideração e pode identificar ou indexar equivocadamente. Dependendo do número de ocorrências, pode gerar um erro importante no resultado final da análise.

Em alguns casos, diferentes minerais podem possuir padrões de difração muito parecidos, não podendo ser diferenciados devido a um eixo de rotação aparente de n -graus. O quartzo, por exemplo, mostra um comportamento pseudo-hexagonal devido a uma rotação de 180° em torno do seu eixo- $\langle c \rangle$, o que faz com que seus romboedros positivos e negativos não possam ser identificados, pelo menos nos EBSPs com indexação automática (Lloyd 2006). Esse mesmo comportamento é ocasionado pelas maclas Dauphiné e podem ocasionar problemas de não-indexação das orientações ou mesmo indexações incorretas, principalmente no modo automático, tendo em vista que essa separação só pode ser feita pela indexação manual de linhas difusas no padrão.

Também é comum a indexação errada ou não-indexação de minerais com estruturas e/ou composições similares. Apenas a presença de bandas pouco intensas permite distinguir os minerais, o que exige tempos de aquisição altos para melhorar a discriminação do *background*. Isso tem sérias implicações, principalmente na utilização da indexação

automática dos dados de orientação. Idealmente, com os erros minimizados, é possível obter uma precisão de 1° - 2° para as orientações absolutas e precisão de $0,5^\circ$ para orientações relativas.

PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS

O tamanho das amostras depende do tamanho de grão da rocha, do tipo e tamanho do porta - amostra do MEV e da necessidade de impregnação antes da análise. Geralmente as amostras são fatiadas em blocos de 10 mm x 10 mm x 4 mm (espessura), o que resulta em uma superfície de análise de 1 cm². Amostras de granulação mais grossa são preparadas na forma de cilindros com aproximadamente 13 mm de raio, e aproximadamente com a mesma espessura. Esses blocos são embutidos em resina e polidos, como será descrito em detalhe na próxima sessão.

O objetivo da preparação da amostra para EBSP é obter uma amostra o mais plana possível, com a região sub-superficial (onde estará a “fonte virtual de elétrons”) não distorcida, livre de amorfização e livre de contaminações (Fynn & Powell 1979). Por exemplo, as superfícies de crescimento de um quartzo hidrotermal não necessitam de nenhuma preparação adicional: são planas e cristalinas por natureza. Porém na preparação de uma rocha, que precisa ser planificada por desbaste mecânico, o mais difícil é remover o volume de ma-

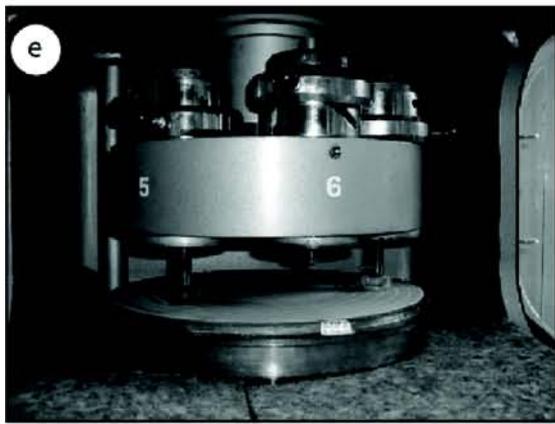


Figura 10 - Exemplo de polimento progressivo de um conjunto de amostras (a), passando por todos os estágios físicos de abrasão e químico-físico (última amostra). As figuras (b, c, d, e & f) referem-se as politrizes utilizadas nos diferentes tamanhos de grão de abrasivo (230 grit, 50 grit, pasta de diamante de 9, 3 e 1 μm , respectivamente). A foto (g) mostra a politriz utilizada no processo químico-físico de ataque com sílica coloidal (SYTON®).

terial amorfizado ocasionado por esse processo.

As deformações superficiais artificiais geradas pelo processo de corte e polimento mecânico dependem do tamanho do grão abrasivo utilizado no processo. A profundidade de alteração na amostra será aproximadamente três vezes maior que o diâmetro do abrasivo. A figura 10 mostra os defeitos gerados pela abrasão mecânica da superfície onde se formam camadas amorfizadas, além de camadas, forte ou levemente alteradas, sobre o material original, dependendo do tamanho de grão do abrasivo utilizado. Se o desbaste inicial foi feito com uma serra *sieve mesh* 60 (diâmetro de grão 0,25 mm), é necessário remover pelo menos 0,75 mm da superfície da amostra com abrasivos sucessivamente mais finos, tendo o cuidado de remover em cada passo os arranhões provocados pela granulometria anterior. O acabamento final deve ser dado com uma solução coloidal de sílica ou de alumina, que, além da abrasão mecânica, provoca uma leve dissolução química da superfície da amostra.

A preparação das amostras tem um papel importante na qualidade dos dados de orientações cristalográficas, porém os procedimentos detalhados para preparação de amostras geológicas raramente são descritos na literatura. O procedimento descrito a seguir mostrou-se útil na preparação de amostras silicáticas miloníticas. Algumas rochas, com variação extrema entre a dureza dos minerais, ou rochas que contém minerais hidrofílicos podem necessitar de soluções peculiares no polimento final. Nesses casos o procedimento descrito pode servir de base para aperfeiçoamentos específicos.

O tempo de polimento em cada uma das etapas pode variar, dependendo da velocidade de rotação das politrizes, da pressão exercida, do grau de intemperismo das amostras, da presença de minerais de baixa dureza e/ou friáveis, etc. Os tempos indicados em cada passo são aproximados e a finalização é determinada por checagem visual, verificando a eliminação de todos os arranhões grosseiros, provenientes do polimento com o grão do passo anterior.

Procedimento para corte e polimento de amostras geológicas

Amostras geológicas que tenham em sua textura lineações e foliações, devem ser cortados preferencialmente paralelamente à uma lineação (mineral ou de estiramento) e perpendicular ao plano de foliação dessa rocha.

Tanto os blocos como as amostras cilíndricas são montadas em um molde de poliéster cilíndrico com cerca de 15 mm de raio e 14 mm de altura (Fig. 11 a). Devem-se passar as orientações da amostra de campo para o bloco cortado e deste para o molde de embutimento. A amostra deve ser centralizada no interior do molde para evitar arredondamento das bordas. Amostras friáveis ou muito porosas deverão ser impregnadas com resina epóxi em vácuo.

Os passos do processo de polimento estão descritos detalhadamente a seguir:

- 1) Após o embutimento em poliéster, expor totalmente a amostra desbastando a superfície em uma politriz com disco de ferro (Fig. 11 b), utilizando carbeto de silício (*grit* 230). Remover material suficiente para remover a camada alterada pelo corte com serra.
- 2) Nesse mesmo tamanho de grão, fazer um chanfrado na borda do molde de resina ou poliéster, para facilitar o deslizamento da amostra durante o polimento subsequente;
- 3) Lavar a amostra em água corrente, limpar em banho de ultra-som e lavar de novo em água corrente, para eliminar os resíduos do abrasivo de grão grosso;
- 4) Utilizando carbeto de silício mais fino (*grit* 500/600), passar a amostra em um outro disco de metal (se for utilizado o mesmo disco, deve-se limpar cuidadosamente o mesmo, de modo a retirar todos os restos de abrasivo de grão mais grosso – Fig. 11 c). Remover todos os arranhões do *grit* 230;
- 5) Lavar amostra como no passo 3;
- 6) Polir entre 15 e 30 minutos com pasta de diamante de 9 μm em pano sintético não entrelaçado, usando óleo lubrificante (Fig. 11 d). Deve-se cuidar a quantidade de pasta de diamante utilizada, pois além de ser um material de alto custo, sua utilização em excesso acaba interferindo no polimento, pois a amostra acaba não sofrendo o atrito necessário com a superfície de tecido. Também é importante que a partir desse estágio a politriz permita a rotação aleatória das amostras, de modo que o dano causado pelo processo de polimento seja distribuído homogeneamente por toda superfície. É importante usar superfícies de tecido diferentes para cada tamanho de grão, evitando contaminações com os abrasivos de grão mais grosso;
- 7) Lavar amostra como no passo 3 e em seguida, observar a qualidade do polimento em um microscópio de luz transmitida. Nessa verifica-

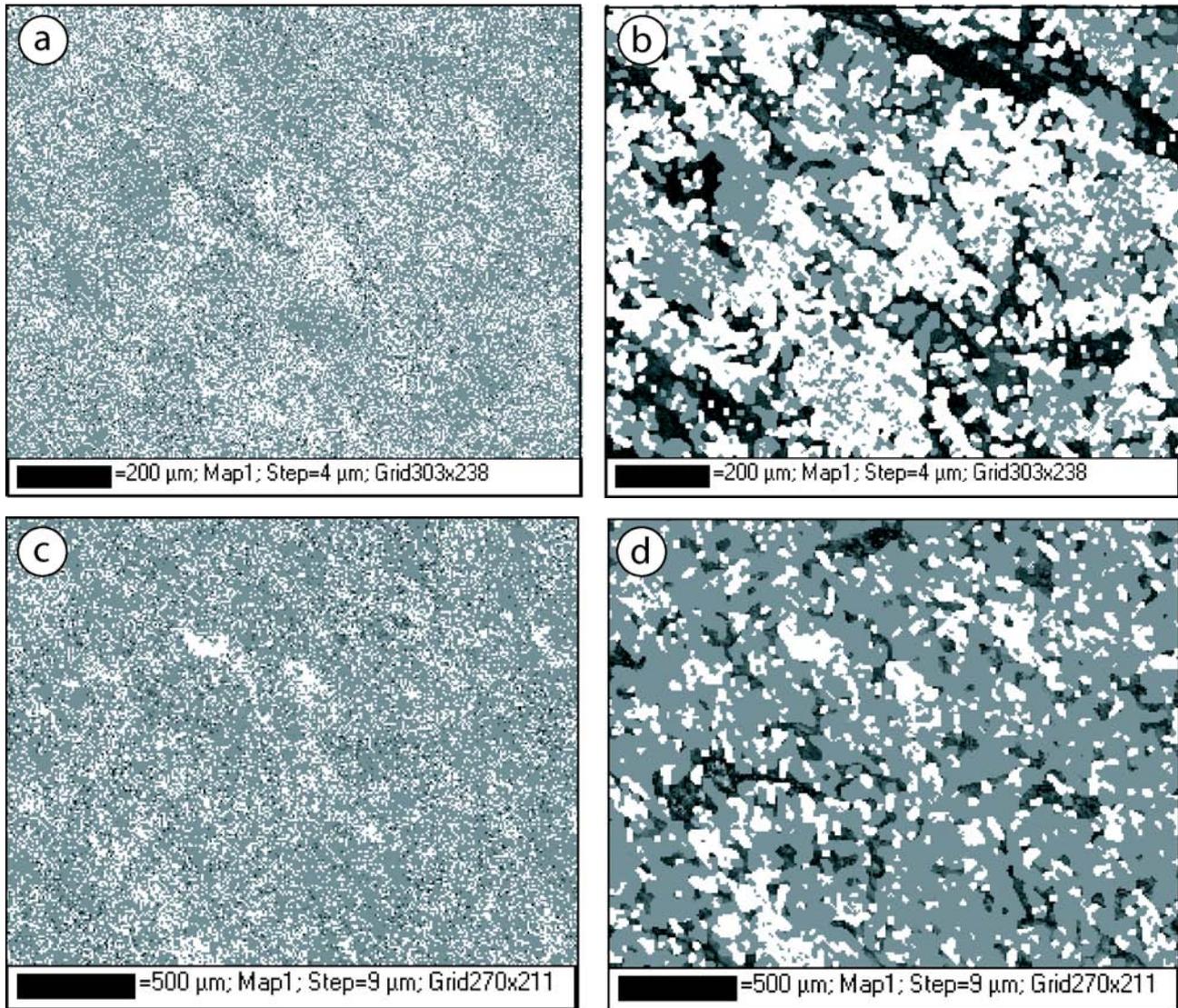


Figura 11 - Mapas de fases gerados com o sistema MEV/EBSD desconfigurado (a & b) e configurado (c & d). As figuras a & c mostram o mapa com os pontos indexados como moscovita (branco) e quartzo (cinza), sem a utilização da ferramenta de redução de ruído, enquanto b & d mostram o mesmo mapa, agora com a redução de ruídos. Os pontos cinza escuros são EBSPs não indexados ou com alto MAD, o que significa que não são considerados na geração do mapa. Note como a porcentagem modal entre quartzo e moscovita é contrastante entre os dois conjuntos de mapas devido a desconfiguração do sistema por mudança na distância de trabalho, e como essa desconfiguração ocasiona um aumento irreal da quantidade de moscovita, nas figuras a & b.

ção é importante observar se o dano causado pela abrasão anterior foi removido pelo último passo de polimento (só são visíveis arranhões finos);

- 8) Polir de 15 a 30 minutos com pasta de diamante de 3 μm em pano sintético próprio, utilizando o mesmo lubrificante do passo 6. (Fig. 11 e);
- 9) Limpar a amostra e observar (repete-se passo 7)
- 10) Polir com pasta de diamante de 1 μm em pano sintético próprio, utilizando etanodiol como lubrificante (Fig. 11 f).
- 11) Limpar a amostra e observar (repete-se passo 7). Coloca-se a amostra a secar e, depois de

seca, armazena-se em dessecador. Com isso, encerra-se a parte mecânica do polimento;

- 12) Polimento mecano-químico que utiliza como abrasivo uma solução alcalina de sílica coloidal (partículas de 20 nm), comercialmente conhecida como SYTON (Fynn & Powell 1979), em uma politriz de baixa rotação em um tecido sintético não-trançado (Fig. 11 g). Se em todas as etapas o dano causado pelo abrasivo mais grosso foi removido, esse último passo deverá deixar a amostra livre de danos, minimizando a amorfização na superfície causada pelo abrasivo. Para rochas quartzo feldspáticas o tempo estimado por amostra nesse último estágio de polimento é de 10 a

18 horas. A sílica coloidal pode ser utilizada em quase todas os silicatos, embora alguns tipos de micas, feldspatos potássicos e todos argilo-minerais hidratados sejam dissolvidos rapidamente por esse fluido (Fynn & Powell 1979; Prior *et al.* 1999). Minerais de dureza muito baixa (galenas, alguns sais, etc) podem requerer procedimentos particulares de preparação.

Após o final do polimento, deve-se armazenar as amostras em lugar limpo, pois partículas na superfície provocam carregamento, encobrendo parte dos detalhes da amostra no mapeamento. Topografia na amostra, gerada tanto na etapa de desbaste (chanfros involuntários de baixo ângulo) como no polimento final (dissolução preferencial de alguns minerais) podem ocasionar efeitos semelhantes.

CONCLUSÕES

A breve revisão da técnica de MEV/EBSD aplicada ao estudo de materiais geológicos apresentada se justifica pelas peculiaridades de amostras geológicas, tanto no que tange sua complexidade cristalográfica como no que concerne a preparação dessas amostras.

O grande número de minerais silicáticos e a enorme variedade de grupos espaciais representados em amostras de rocha exige do usuário de EBSD um aprofundamento na cristalografia dos minerais de interesse. Se o estudo abrange minerais usuais como p.ex. quartzo, a configuração cristalográfica provavelmente já está incluída nos programas de análise. Porém os arquivos auxiliares que contêm os dados de ocupação da célula unitária de minerais são incompletos por causa do imenso número de minerais existentes. Eventualmente o usuário precisa construir esses arquivos, ensinando o *software* a distinção cristalográfica entre minerais semelhantes e especificando o número de bandas de Kikuchi necessárias para a diferenciação, fazendo uso até da análise das bandas difusas.

O processo de polimento com abrasivos de diferentes tamanhos de grão e a remoção da última camada amorfizada com sílica coloidal é essencial para obter um número grande de identificações positivas, evitando a necessidade de interpolações matemáticas em regiões de não-indexação.

A calibração correta do sistema de EBSD evita indexação equivocada de fases e proporciona figuras de distribuição de pólos dos eixos cristalográficos corretas. Erros em análise de séries isomórficas

podem ser evitados utilizando padrões determinados pela caracterização química do mineral a ser analisado. A sobreposição é evitada através da utilização de magnificações maiores. O efeito de *background*, por outro lado, pode ser corrigido através do aumento do tempo de aquisição do padrão ou aumento da corrente do feixe de elétrons.

Agradecimentos - Os autores agradecem ao *Microgeodynamics Laboratory* da *School of Earth and Environment* da *University of Leeds* (L.F.G.M.), à FAPERGS (01/0391.6), ao LME do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (1637 - R.H.) e aos revisores anônimos que muito contribuíram para a versão final do presente artigo. L.F.G.M. agradece a Geoffrey E. Lloyd, Martin Casey, Eric Condliffe e Robert Marshall pelo apoio na obtenção dos dados, a David Mainprice, pela utilização do programa PFch5.exe para plotagem de figuras de pólo a partir de dados de EBSD, e a CAPES (BEX0092/03-7) e ao CNPq (140740/2002-3 e 151648/2006-9) pelas bolsas de estudo.

REFERÊNCIAS

- Castro, C.; Lagoeiro, L. 2005. A new tool to obtain metamorphic information from microstructures: an example from iron oxide-quartz tectonites. In: Simpósio Nacional de Estudos Tectônicos. 10, 2005, Curitiba. **Boletim de Resumos Expandidos**, 488-490.
- Dingley, D.J. 1981. A comparison of diffraction techniques for the SEM. **Scanning Electron Microscopy**, 4, 273-286.
- Dingley, D.J.; Baba-Kishi, K.Z.; Randle, V. 1995. **Atlas of Backscattering Kikuchi Diffraction Patterns**. Institute of Physics Publishing, Bristol and Philadelphia. 135 p.
- Fynn, G.W.; Powell, W.J.A. 1979. **The Cutting and Polishing of Electro-Optic Materials**. Adams Hilger, London. 216 p.
- Goldstein, J.I.; Newbury, D.E.; Echlin, P.; Joy, D.C.; Fiori, C.; Lifshin, E. 1981. **Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis**. Plenum Press, New York. 673 p.
- Lloyd, G.E. (1987) Atomic number and crystallographic contrast images with the SEM: a review of backscattered electron techniques. **Mineralogical Magazine**, 51: 3-19.
- Lloyd, G.E. 2004. Microstructural evolution in a mylonitic quartz simple shear zone: the significant roles of dauphine twinning and misorientation. In: Alsop, G.I., Holdsworth, R.E., McCaffrey, K. and Hand, M. (eds.) **Transports and Flow Processes in Shear Zones**. 39-61. (Geological Society London Special Publication, n. 224).
- Lloyd, G.E. 2006. <http://www.see.leeds.ac.uk/research/igt/people/lloyd/sem.htm>. Acesso em novembro de 2006.
- Lloyd, G.E., Law, R.D., Mainprice, D., and Wheeler, J. 1992. Microstructural and crystal fabric evolution during shear zone formation. **Journal of Structural Geology**, 14: 1079-1100.
- Lloyd, G.E.; Hall, M.G. 1981. Application of scanning electron microscopy to the study of deformed rocks. **Tectonophysics**, 78: 687-698.
- Mainprice, D.; Lloyd, G.E.; Casey, M. 1993. Individual orientation measurements in quartz polycrystals: advantages and limitations for texture and petrophysical property determinations. **Journal of Structural Geology**, 15(9/10): 1169-1187.
- Mainprice, D. 2006. Petrophysical software (Unicef Careware) pfch5.exe, disponível em : ftp://www.gm.univ-montp2.fr/mainprice/CareWare_Unicef_Programs. Acesso em julho /2006
- Passchier, C.W.; Trouw, R.A.J. 2006. **Microtectonics**. 2nd edition, Springer-Verlag, Berlin. 366 p.
- Prior, D. J. & Wheeler, J. 1999. Feldspar fabrics in a greenschist facies albite-rich mylonite from electron backscatter diffraction. **Tectonophysics**, 303: 29-49.
- Prior, D.J.; Boyle, A.P.; Brenker, F.; Cheadle, M.C.; Day, A.; Lopez,

- G.; Potts, G.J.; Reddy, S.; Spiess, R.; Timms, N.; Trimby, P.; Wheeler, J.; Zetterstrom, L. 1999. The application of electron backscatter diffraction and orientation contrast imaging in the SEM to textural problems in rocks. **American Mineralogist**, **84**: 1741-1759.
- Randle, V. 1992. **Microtexture Determination and its Applications**. The Institute of Materials, London. 174 p.
- Randle, V. Engler, O. 2000. **Introduction to Texture Analysis: Macrotecture, Microtexture and Orientation Mapping**. CRC, London. 408 p.
- Reed, S.J.B. 1996. **Electron Microprobe Analysis and Scanning Electron Microscopy in Geology**. Cambridge University Press, Cambridge. 201 p.
- Schmid, S.M.; Casey, M. 1986. Complete fabric analysis of some commonly observed quartz C-axis patterns. In: Hobbs, B.E.; Heard, H.C. (eds.) **Mineral and Rock Deformation: Laboratory Studies – The Paterson Volume**. Geophysical Monograph. p. 263-286. (American Geophysical Union Special Publication, n. 36).
- Schneider, S.J. 1991. **Engineered Materials Handbook: Glass and Ceramics**, ASM International, USA.
- Venables, J.A.; Harland, C.J. 1973. Electron back scattering patterns - new technique for obtaining crystallographic information in the scanning electron microscope. **Philosophical Magazine**, **27**:1193-1200.
- Wheeler, J., Prior, D. J., Jiang, Z., Spiess, R. & Trimby, P. J. 2001. The petrological significance of misorientations between grains. **Contributions to Mineralogy and Petrology** **141**: 109-124.