

УДК 549.514.51:539.264:539.25

## ИЗМЕРЕНИЕ ИНДЕКСА КРИСТАЛЛИЧНОСТИ ВЫСОКОЧИСТОГО КВАРЦА НА РАЗЛИЧНЫХ ЭТАПАХ ОБОГАЩЕНИЯ И ИССЛЕДОВАНИЕ ЕГО СТРУКТУРЫ МЕТОДАМИ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА И ДИФРАКЦИИ ОБРАТНО РАССЕЯННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ

© 2022 г. М. Д. Зимин<sup>а</sup>, \*, А. П. Жабоедов<sup>а</sup>, С. С. Колесников<sup>б</sup>, А. И. Непомнящих<sup>а</sup>

<sup>а</sup>Институт геохимии им. А.П. Виноградова Сибирского отделения Российской Академии Наук,  
Иркутск, 664033 Россия

<sup>б</sup>Иркутский национальный исследовательский технический университет,  
Иркутск, 664074 Россия

\*e-mail: zima.dom@mail.ru

Поступила в редакцию 12.08.2021 г.

После доработки 14.10.2021 г.

Принята к публикации 14.10.2021 г.

Методами рентгеноструктурного анализа и дифракции обратно рассеянных электронов исследована структура высокочистого природного кварца (суперкварцита). Установлено изменение индекса кристалличности, полученного по методике Мураты и Нормана, и примесного химического состава суперкварцита на различных технологических этапах обогащения: термодробления, ситования, химического травления, высокотемпературной прокали. Обнаружено, что обогащение кварца при травлении смесью соляной и плавиковой кислот повышает индекс кристалличности на всех этапах, кроме предварительного термодробления и высокотемпературной прокали (при 1300 и 1400°C). Максимального значения индекса кристалличности кварца достигают на первом этапе химического травления. Наибольшее очищение от примесей также происходит на первом этапе химического травления. Методом дифракции обратно рассеянных электронов обнаружены области повышенной локальной разориентации кристаллитов, которые сосредоточены на границах зерен, “малоугловых” границах (с углом разориентации менее 7°) и областях с повышенным содержанием флюидных включений, которые возможно наблюдать в оптическом микроскопе. “Ориентационная карта” и карта областей локальной разориентации кристаллитов были построены и проанализированы с помощью набора инструментов программного обеспечения MTEX для MATLAB. Определено, что макродефекты, имеющие дислокационную природу, обуславливают изменения индекса кристалличности.

**Ключевые слова:** индекс кристалличности, высокочистый кварц, суперкварцит, масс-спектрометрия, дифракция обратно рассеянных электронов, локальная разориентация.

**DOI:** 10.31857/S1028096022070196

### ВВЕДЕНИЕ

Индекс кристалличности, полученный методом рентгеноструктурного анализа, широко используется для оценки структурного совершенства различных минералов (каолинита, слюды, кварца) и кристаллической фазы целлюлозы [1–11]. В случае кварца он применяется при исследовании кварцсодержащих пород, пыли и материалов как для чисто геологических задач, так и для технологической оценки кварцевого сырья [4–11]. Методически он является количественной оценкой степени уширения рефлексов квинтуплета 212, 203, 031 в диапазоне брэгговских углов 67°–69°, подобранного эмпирически Муратой и Норманом при изучении различных кварцсодержащих

пород методом порошковой рентгеновской дифракции [4]. С помощью рентгеновской дифракции можно исследовать различные параметры кварцевых материалов: определить постоянные элементарной ячейки, рассчитать микронапряжения и плотность дислокаций (требуется гораздо больше времени на одно измерение [5–7, 12]), уширение рефлексов по Гауссу и Коши, область когерентного рассеяния (среднего размера кристаллитов) [5, 8, 12], измерить полуширину рефлексов 101, 110 [6, 9].

Физический механизм уширения линий дифракции рентгеновских лучей может варьироваться в зависимости от типоморфизма породы и различных этапов технологической обработки.

Вклад в уширение могут давать размеры, ориентация и деформация зерен, плотность дислокаций, количество структурных примесей Al, Ti, OH-групп, щелочных металлов. Установить вклад каждого из перечисленных факторов в отдельности, применяя метод индекса кристалличности, — сложная задача. Поэтому оценка индекса кристалличности используется как вспомогательный метод [6] для исследования групп месторождений одного генезиса [10].

Суперкварциты являются нетрадиционным сырьем для высокочистых кварцевых концентратов и кварцевых стекол. Суммарное количество основных примесей в кварцевом концентрате из суперкварцитов менее 20 мд. Поэтому кварц из суперкварцитов содержит минимальное количество дефектов, связанных со структурными примесями, в сравнении с другими кварцевыми породами [13].

Для получения кварцевых концентратов из высокочистого кварца требуется проведение технологической обработки и обогащения в несколько этапов, таких как травление смесью растворов соляной и плавиковой кислот, высокотемпературная прокатка и высокотемпературное хлорирование [14]. Влияние данных процессов на индекс кристалличности кварца не исследовано. Известно, что при продолжительном истирании во время пробоподготовки перед измерениями индекс кристалличности образцов уменьшается. При выщелачивании в водном растворе Na(OH) кварцевого сырья наблюдается увеличение индекса кристалличности [6]. Но в этих работах было исследовано сырье для производства цемента, технологические требования к которому во много раз меньше, чем к высокочистому кварцу, и основной интерес представляла щелочная реакционная способность кварца.

Несмотря на относительно широкое использование индекса кристалличности и описание его связи с микронапряжениями, плотностью дислокаций и дефектами структуры, в литературе не продемонстрирована его связь с конкретными дефектами в структуре, кроме петрографического описания изображений шлифов кварцсодержащих пород в оптическом микроскопе и различного анализа данных порошковой рентгеновской дифракции [5–7].

Настоящая работа посвящена изучению индекса кристалличности высокочистого кварца из суперкварцитов при химическом травлении и высокотемпературной прокатке с целью связать его величину с конкретными дефектами структуры.

## МЕТОДИКА И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Предварительная подготовка высокочистого кварца из суперкварцитов заключалась в дроблении породы до выделения фракции с кристаллитами размером менее 25 мм. Индекс кристалличности был измерен на следующих этапах технологической подготовки высокочистого кварца: термодробления в дистиллированной воде после нагрева в муфельной печи до 900°C в течение 30 мин, выделения фракции с кристаллитами размером 100–300 мкм с отсеиванием кристаллитов меньшего размера, химического травления в смеси растворов кислот 20% HCl : 10% HF в соотношении 3 : 1 (массовое соотношение жидкого к твердому 2 : 1) при 60°C в течение 2 ч, прокатки при температурах 1300 или 1400°C в течение 2 ч в чашке из кварцевого стекла. Если высокотемпературная прокатка происходила после химического травления, то проводили повторное химическое травление.

Дифрактограммы были получены на порошковом дифрактометре Bruker D8 ADVANCE. Условия съемки: излучение CuK $\alpha$  (зеркало Геббеля),  $U = 40$  кВ,  $I = 40$  мА, пределы измерений по  $2\theta$  67°–69°, шаг 0.01°, время экспозиции 5 с. На основании полученных данных был рассчитан индекс кристалличности по методике Мураты и Нормана:

$$\text{Индекс кристалличности} = 10aF/b, \quad (1)$$

где  $F$  — показатель нормировки, равный единице,  $a$  — разность между интенсивностями дифракционного максимума  $K_{\alpha 1}$  и локального минимума между максимумами  $K_{\alpha 1}$  и  $K_{\alpha 2}$  отражения 212 кварца,  $b$  — полная интенсивность дифракционного максимума  $K_{\alpha 1}$  отражения 212 кварца (рис. 1). Показатель нормировки равен единице, поскольку рассматривали относительные значения индекса кристалличности, а единый стандарт кварца для его измерения отсутствует, что затрудняет сравнение индексов кристалличности из различных работ. Для оценки погрешности  $2\sigma$  были проведены три измерения образца кварца с максимальным индексом кристалличности. Порошки для измерений дифрактограмм истирали вручную в кварцевой ступке в одинаковых условиях.

Концентрация примесей была определена в индуктивно-связанной плазме на масс-спектрометре Perkin Elmer NexION 300D. Метод основан на предварительном концентрировании примесей путем удаления основного элемента — кремния в виде тетрафторида, получением из раствора в азотной кислоте и последующим измерением интенсивности ионного тока (количества импульсов в единицу времени), возникающего при ионизации полученного раствора в индуктивно-связанной плазме масс-спектрометра [15].

Картирование поверхности суперкварцита методом дифракции обратно рассеянных электронов осуществлено в растровом электронном микроскопе Oxford Instruments JEOL JIB-Z4500. Шаг сканирования 2 мкм. Образец представлял собой полированную пластинку толщиной 0.5 мм без предварительного напыления, но с однородными следовыми количествами электропроводящего углеродного скотча на поверхности. Участки изображения, которые не идентифицировались как кварц, были экстраполированы по соседним значениям с помощью программного обеспечения HKL Channel 5. “Ориентационная карта” и карта областей локальной разориентации кристаллитов были построены и проанализированы с помощью набора инструментов программного обеспечения MTEX для MATLAB [16]. Локальная разориентация кристаллитов была рассчитана по формуле:

$$\begin{aligned} \text{Локальная разориентация}_{i,j} &= \\ &= \frac{1}{|N(i,j)|} \sum_{(k,l) \in N(i,j)} \omega(o_{i,j}, o_{k,l}), \end{aligned} \quad (2)$$

где  $|N(i,j)|$  – обозначение всех соседних пикселей,  $\omega(o_{i,j}, o_{k,l})$  – угол разориентации между ориентацией в выбранной точке  $o_{i,j}$  и в соседней области  $o_{k,l}$ . Для построения карты областей локальной разориентации кристаллитов учитывали пиксели, образующие ячейку размером  $5 \times 5$  вокруг центрального пикселя.

Оптические изображения пластинки были получены с помощью микроскопа Olympus BX51.

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Изменение индекса кристалличности на различных этапах технологической подготовки изображено на рис. 2. На этапе термодробления изменение индекса кристалличности не обнаружено. На этапе выделения фракции с кристаллитами размером 100–300 мкм индекс кристалличности уменьшается, в том числе и при отсеивании частиц размером менее 100 мкм, но на величину, близкую к границе погрешности измерений. Это можно объяснить появлением пылевидных частиц. Отсутствие изменения индекса кристалличности при выделении различных фракций показывает, что микронные размеры зерен не влияют на уширение линий рентгеновской дифракции. На первом этапе химического травления смесью кислот индекс кристалличности достигает максимального значения, что говорит о его чувствительности как к поверхностным дефектам, так и к наиболее растворимым кислотой областям. При последующей высокотемпературной прокатке индекс кристалличности уменьшается: при температуре

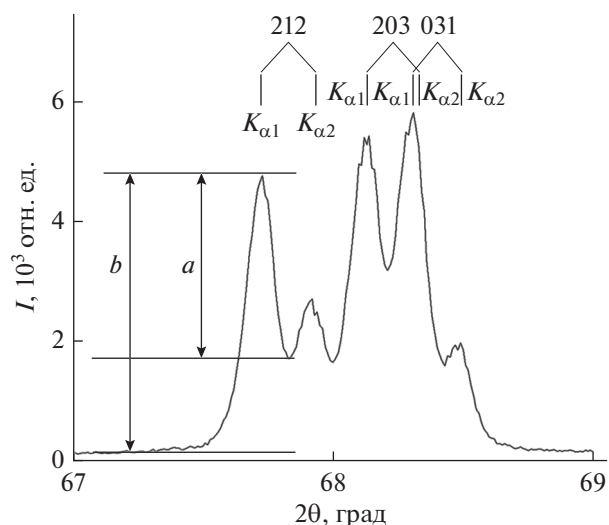
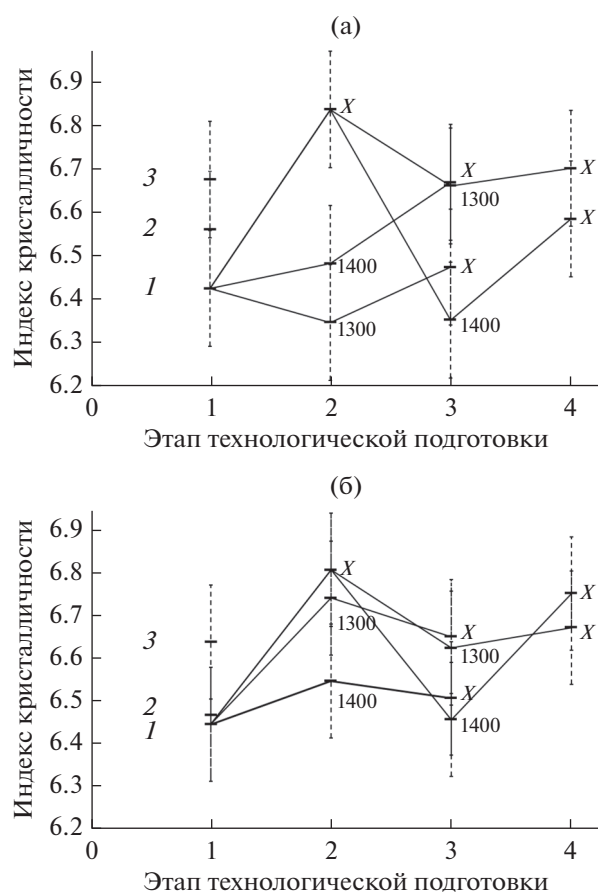


Рис. 1. Параметры для измерения индекса кристалличности по методике Мураты и Нормана по формуле (1).

1400°C до исходного значения, при температуре 1300°C – в меньшей степени (рис. 2).

При температуре, близкой к 1400°C, наблюдается фазовый переход кварца в кристобалит. Трансформация начинается с поверхности, что может обуславливать уширение линий дифракции. Ранее было изучено изменение области когерентного рассеяния вблизи плоскости (101) при фазовом переходе кварца в кристобалит [17]. Авторы установили, что в начале фазового перехода в порошках с большим средним размером зерен область когерентного рассеяния увеличивалась. Повторное химическое травление после высокотемпературного отжига снова увеличивает индекс кристалличности, но уже в меньшей степени, чем при первом химическом травлении. При высокотемпературной прокатке без термодробления и предварительного травления индекс кристалличности практически не меняется, но незначительно увеличивается при последующем химическом травлении. При высокотемпературной прокатке с термодроблением, но без предварительного травления, индекс кристалличности увеличивается, что является исключением в рамках данного эксперимента. При последующем травлении также не наблюдается его изменение. Это означает, что продолжительная термическая обработка может нивелировать влияние химического травления кислотами на индекс кристалличности.

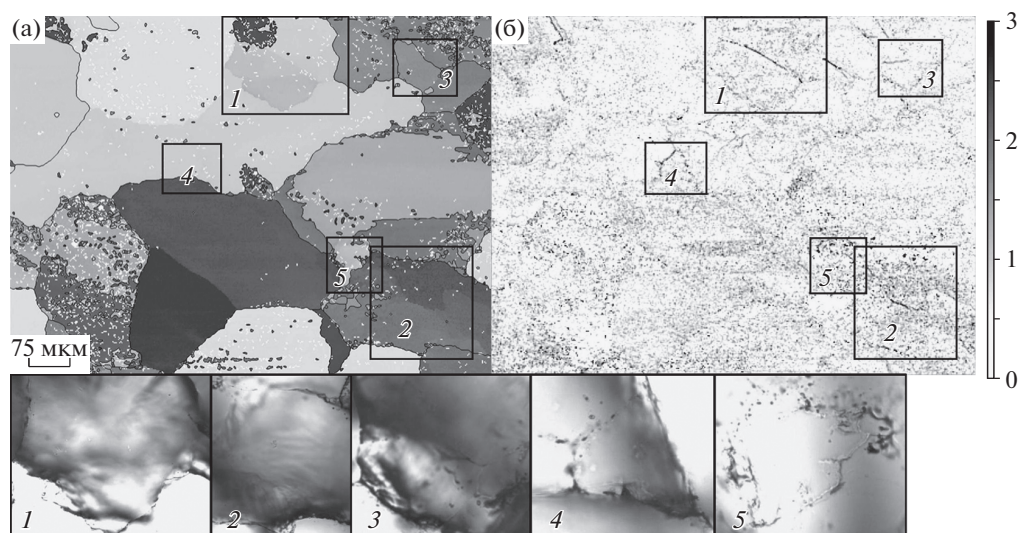
В настоящей работе на каждом этапе технологической подготовки с прокаткой при 1400°C был определен примесный состав образцов (табл. 1). Самое большое количество примесей сконцентрировано во фракции с размером кристаллитов менее 100 мкм, что объясняется отсеиванием



**Рис. 2.** Индекс кристалличности фракции кварца с размерами кристаллитов 100–300 мкм (1) на различных этапах технологического обогащения: без термодробления (а) и после него (б) (X – химическое травление; 1300, 1400 – температура прокалики в °С). Для сравнения приведены индексы кристалличности фракций с зернами размером менее 100 (2) и 300 мкм (3).

минеральных примесей (в основном серицита  $KAl_2(AlSi_3O_{10})(OH)_2$ , в котором сосредоточена большая часть примесей K и Al) [18]. Высокотемпературная прокалка почти не влияет на примесный состав, кроме небольшого увеличения концентрации Ca и Al, которые, вероятно, попадают в кварц из огнеупорного материала печи. Химическое травление заметно снижает суммарное количество примесей, особенно при повторном травлении, до менее 20 мд. Между этапами высокотемпературной прокалики как с термодроблением, так и без него, несмотря на разницу индексов кристалличности, не обнаружено изменений в составе примесей. Это означает, что чувствительности метода оценки индекса кристалличности недостаточно для анализа примесей, которые могут изоморфно встраиваться в структуру кварца при нагреве. Ранее было отмечено увеличение индекса кристалличности при нагреве пород кремния и агата до 600°C, которое авторы [19] связывали с процессом перекристаллизации. Незначительное уменьшение концентрации Na на последних этапах химического травления было объяснено растворением областей с повышенным содержанием флюидных включений, в которых концентрируется Na [20].

Изображение суперкварцита, полученное в растровом электронном микроскопе (рис. 3), демонстрирует концентрацию локально разориентированных областей (рис. 3б) на границах и внутри зерен: на “малоугловых” границах с углом разориентации менее 7° (области 1 и 2), которые определяют по контрасту изображения на “карте областей ориентации” (рис. 3а), и в областях с повышенным содержанием флюидных включений (области 3–5). Флюидные включения, вероятно,



**Рис. 3.** Изображения поверхности суперкварцита, полученные в растровом электронном микроскопе и оптическом микроскопе: а – ориентационная карта; б – карта областей локальной разориентации. На шкале справа указан угол разориентации в град.

**Таблица 1.** Количество химических примесей после различных технологических этапов

Этапы	Элемент	фр. 300 мкм	фр. 100 мкм	фр. 100–300 мкм	1400°C	1400°C, X	X	X, 1400°C	X, 1400°C, X
		Количество вещества, мд							
а	Al	111	185	86.3	90.4	7.4	14.1	16.8	8.1
	Ti	3.2	4.1	2.5	3.0	1.1	2.0	2.0	1.6
	Na	8.0	9.2	8.2	7.3	1.5	5.6	4.5	3.0
	K	42.8	73.2	31.7	28.0	2.3	3.6	3.3	1.5
	Mg	5.7	8.7	4.3	4.2	1.0	1.5	1.6	0.9
	Li	0.32	0.27	0.30	0.84	0.74	0.27	0.60	0.58
	Fe	2.9	6.6	1.7	2.0	1.0	0.4	0.4	0.3
	Ca	2.7	7.6	1.7	1.8	4.6	2.0	2.6	2.4
	Σ	176.2	294.4	136.7	137.6	19.7	29.4	31.8	18.4
б	Al	96.1	164	74.3	75.6	7.6	7.5	7.6	6.3
	Ti	1.8	3.0	1.7	1.7	1.6	1.1	1.2	0.9
	Na	8.0	8.9	6.6	7.5	1.6	4.8	3.9	3.0
	K	34.9	67.7	29.7	27.5	2.3	1.8	1.6	1.3
	Mg	4.3	6.7	3.6	4.0	1.1	0.6	0.6	0.4
	Li	0.31	0.30	0.29	0.73	0.68	0.29	0.50	0.55
	Fe	2.1	4.5	1.5	2.0	0.8	0.2	0.3	0.2
	Ca	2.6	4.9	2.2	2.4	4.3	1.9	3.3	3.0
	Σ	150.1	259.8	119.8	121.4	20.0	18.2	18.9	15.6

Примечание: а – этап без термодробления, б – этап после термодробления, фр. – фракция, размер кристаллитов, X – химическое травление, 1400°C – температура прокалики.

захватываются при “залечивании” трещин в процессе метаморфизма. Скорее всего, эти макродефекты отвечают, в первую очередь, за величину индекса кристалличности кварца, так как растворение кварца при кислотном травлении происходит вдоль зерен и межзеренных “малоугловых” границ. Связь индекса кристалличности с этими макродефектами также объясняет его увеличение при щелочном травлении, описанное в работе Маринони и Брукманса [6]. В работе Ресслера и соавторов [21] показано, что растворение кварца при травлении гидроксидом натрия (рН 13.5) происходит вдоль зерна кварца и межзеренных границ. Поскольку природа образования “малоугловых” границ и большинства “высокоугловых” границ дислокационная, существует взаимосвязь индекса кристалличности с плотностью дислокаций.

## ВЫВОДЫ

Показано, что химическое травление кварца смесью соляной и плавиковой кислот повышает индекс кристалличности на всех технологических этапах получения высокочистого кварцевого концентрата, кроме предварительной высокотемпературной прокалики после термодробления. Это может быть объяснено началом фазового пе-

рехода кварц–кристобалит. В процессе химического травления происходит очищение кварца как от минеральных, так и флюидных включений. Наибольшие области локальной разориентации кристаллитов в исходных суперкварцитах сосредоточены на границах зерен, “малоугловых” границах и участках с повышенной концентрацией флюидных включений. Увеличение индекса кристалличности в процессе химического травления можно объяснить более быстрым растворением кварца в областях с повышенной локальной разориентацией кристаллитов.

## БЛАГОДАРНОСТИ

Исследование выполнено в рамках госзадания (проект № 0284-2021-0004 “Материалы и технологии для разработки радиационных детекторов, люминофоров и оптических стекол”).

**Конфликт интересов:** Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Aparicio P., Galan E. // *Clays and Clay Minerals*. 1999. V. 47. № 1. P. 12.  
<https://doi.org/10.1346/CCMN.1999.0470102>

2. *Guggenheim S., Bain D.C., Bergaya F. et al.* // *Clays and Clay Minerals*. 2002. V. 50. № 3. P. 406.  
<https://doi.org/10.1346/000986002760833783>
3. *Park S., Baker J.O., Himmel M.E., Parilla P.A., Johnson D.K.* // *Biotechnol. Biofuels*. 2010. V. 3. № 1. P. 1.  
<https://doi.org/10.1186/1754-6834-3-10>
4. *Murata K.J., Norman M.B.* // *Amer. J. Sci.* 1976. V. 276. № 9. P. 1120.  
<https://doi.org/10.2475/ajs.276.9.1120>
5. *Садовничий П.В., Михайлина А.А., Рожкова Н.Н., Инина И.С.* // *Тр. КарНЦ РАН*. 2016. № 2. С. 73.  
<https://doi.org/10.17076/geo126>
6. *Marinoni N., Broekmans M.A.* // *Cement and Concrete Res.* 2013. V. 54. P. 215.  
<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2013.08.007>
7. *Sharib Ahmed S.A.A. Abu, Abukhadra M.R.* // *Silicon*. 2021. V. 13. № 3. P. 653.  
<https://doi.org/10.1007/s12633-020-00458-6>
8. *Песков А.В., Алекина Е.В., Тарасова Е.Ю.* // *Успехи современного естествознания*. 2020. № 11. С. 95.  
<https://doi.org/10.17513/use.37521>
9. *Takagi H., Takahashi K., Shimada K., Tsutsui K., Miura R., Kato N., Takizawa S.* // *J. Struct. Geol.* 2012. V. 35. P. 64.  
<https://doi.org/10.1016/j.jsg.2011.11.008>
10. *Жабоедов А.П., Зимин М.Д., Непомнящих А.И., Сапожников А.Н.* // *Обогащение руд*. 2020. № 1. С. 36.  
<https://doi.org/10.17580/or.2020.01.07>
11. *Nagashima K., Tada R., Tani A., Toyoda S., Sun Y., Isozaki Y.* // *Geochem. Geophys. Geosystems*. 2007. V. 8. № 2.  
<https://doi.org/10.1029/2006GC001364>
12. *Meftah N., Mahboub M.S.* // *Silicon*. 2020. V. 12. № 1. P. 147.  
<https://doi.org/10.1007/s12633-019-00109-5>
13. *Федоров А.М., Макрыгина В.А., Непомнящих А.И., Елисеев И.А.* // *География и природные ресурсы*. 2016. № 6. С. 55.  
[https://doi.org/10.21782/GIPR0206-1619-2016-6\(55-59\)](https://doi.org/10.21782/GIPR0206-1619-2016-6(55-59))
14. *Haus R., Prinz S., Priess C.* // *Quartz: Deposits, Mineralogy and Analytics*. 2012. P. 29.  
[https://doi.org/10.1007/978-3-642-22161-3\\_2](https://doi.org/10.1007/978-3-642-22161-3_2)
15. *Непомнящих А.И., Волкова М.Г., Жабоедов А.П. и др.* // *Физика и химия стекла*. 2018. Т. 44. № 2. С. 130.  
<https://doi.org/10.1134/S1087659618020128>
16. *Bachmann F., Hielscher R., Schaeben H.* // *Solid State Phenomena*. 2010. V. 160. P. 63.  
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.160.63>
17. *Pagliari L., Dapiaggi M., Pavese A., Francescon F.* // *J. Eur. Ceram. Soc.* 2013. V. 33. № 15–16. P. 3403.  
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2013.06.014>
18. *Федоров А. М., Макрыгина В.А., Будяк А.Е., Непомнящих А.И.* // *Докл. акад. наук*. 2012. Т. 442. № 2. С. 244.  
<https://doi.org/10.1134/S1028334X12010126>
19. *Domanski M., Webb J.A.* // *J. Archaeolog. Sci.* 1992. V. 19. № 6. P. 601.  
[https://doi.org/10.1016/0305-4403\(92\)90031-W](https://doi.org/10.1016/0305-4403(92)90031-W)
20. *Волкова М.Г., Непомнящих А.И., Федоров А.М., Махлянова А.М., Брянский Н.В.* // *Геология и геофизика*. 2017. Т. 58. № 9. С. 1324.  
<https://doi.org/10.15372/GiG20170905>
21. *Röbber C., Möser B., Giebson C., Ludwig H.M.* // *Cement and Concrete Res.* 2017. V. 95. P. 47.  
<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.02.015>

## Measurement of the Crystallinity Index of High-Purity Quartz at Various Stages of Separation and Study of Its Structure by X-Ray Diffraction and Electron Backscatter Diffraction

M. D. Zimin<sup>1, \*</sup>, A. P. Zhaboedov<sup>1</sup>, S. S. Kolesnikov<sup>2</sup>, A. I. Nepomnyashchikh<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Vinogradov Institute of Geochemistry SB RAS, Irkutsk, 664033 Russia*

<sup>2</sup>*Irkutsk National Research Technical University, Irkutsk, 664074 Russia*

\*e-mail: zima.dom@mail.ru

The structure of high-purity natural quartz (superquartzite) was investigated by the methods of X-ray diffraction and electron backscatter diffraction. The change in the crystallinity index obtained by the method of Murata and Norman and the impurity chemical composition of superquartzite at various technological stages of separation (thermal crushing, sieving, chemical etching, high-temperature calcination) was established. The quartz purification by etching with a mixture of hydrochloric and hydrofluoric acids was found to increase the crystallinity index at all stages, except for preliminary thermal crushing and high-temperature calcination (at 1300 or 1400°C). The maximum value of the quartz crystallinity index was reached at the first stage of chemical etching. The greatest purification from impurities also occurred at the first stage of chemical etching. Backscattered electron diffraction revealed areas of increased local misorientation of crystallites, which were concentrated at grain boundaries, “low-angle” boundaries (with a misorientation angle of less than 7°) and areas with an increased content of fluid inclusions, which could be observed in an optical microscope. An “orientation map” and map of local crystallite misorientation regions were constructed and analyzed using the MTEX software toolkit for MATLAB. It was determined that the macrodefects of a dislocation nature caused change in the crystallinity index.

**Keywords:** crystallinity index, high-purity quartz, superquartzite, mass spectrometry, electron backscatter diffraction, local misorientation.