Magyarhoni Földtani Társular Földtani Közlöny Hungarian Geological Society

149/2, 93–104., Budapest, 2019

DOI: 10.23928/foldt.kozl.2019.149.2.93

# Minta előszűrési vizsgálati módszer cirkonon végzett U–Pb kormeghatározás pontosságának javítására

KIS Annamária<sup>1,2\*</sup>, WEISZBURG Tamás<sup>1</sup>, BUDA György<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Eötvös Loránd Tudományegyetem, Ásványtani Tanszék, 1117 Budapest, Pázmány Péter sétány 1/C.
<sup>2</sup>Magyar Természettudományi Múzeum, Ásvány- és Kőzettár, 1083 Budapest, Ludovika tér 2.
\*levelező szerző, e-mail: annamari.kis@gmail.com

Sample prescreening methodology for increased precision U–Pb age determination of zircon

## Abstract

Nowadays zircon is the most common mineral used in the geological U–Pb dating method. Yet one of the main barriers to getting properly time-resolved and reliable zircon age data is exactly the internal heterogeneity of the zircon crystals themselves. In order to overcome this limitation a four-step pre-examination protocol was defined. This examination has to be followed before LA-ICP-MS based local geochronology-aimed data collection is carried out with respect to zircon.

The studied zircon crystals (*Table 1*) came from Variscan K-Mg-rich granitoids in southern Hungary (Mórágy) and northern Austria (Rastenberg). Earlier geochronology-aimed publications (KLÖTZLI & PARRISH 1996, KLÖTZLI et al. 2004, GERDES 2006, KOROKNAI et al. 2010) had already determined the Variscan age of the two magmatic complexes. Nevertheless, these investigations left open basic questions with respect to the whole history of the intrusions – namely, the origin of the different rock types and the age of the secondary overprinting effect. This was mainly due to the ambiguity caused by the overlooked textural heterogeneity of the studied zircon crystals.

In order to answer these open questions, the different geological processes were clarified and identified on the basis of their preserved traces in zircon textures from two intrusions. A four-step pre-examination process was applied in order to achieve this:

1. Zircon crystals of different respective morphologies were hosted by different rock-forming minerals at both localities based on light microscopy: "normal" ( $S_{24}$ ,  $S_{25}$ ), "flat" (re-defined from  $S_4$  to  $AB_5$ ) and "long" ( $P_5$ ) prismatic zircon crystals. The basis of separation was taken to be the position of the c-axis in the crystals (*Figure 2*). Zircon grains occur with the same frequency in all the rock types atof both locations (Mórágy, Rastenberg). According to the respective By morphologiesy, "normal" prismatic zircon crystals are dominant in different granitoid rocks, "flat" prismatic zircon crystals are less frequent, while "long" prismatic zircon crystals occur rarely (*Figure 3*). Analysis of a limited number of zircon crystals, in their undisturbed petrographic positions in thin sections, showed that the "normal" and "flat" prismatic zircon crystals occurred only in quartz and feldspar (*Figure 4*).

2. The determination of mineral inclusions in zircon was based on electron probe microanalyses (EPMA). Multiphase (K-feldspar, albite, quartz) and single-phase inclusions (apatite, feldspar, biotite, quartz, thorite/uranothorite) were found in zircon crystals at both localities (*Table 2*). From a genetic viewpoint, multiphase inclusions are the most relevant. This inclusion type —, consisting of Na-free K-feldspar, albite and quartz and occurring most commonly in "long" prismatic zircon crystals —, indicates lower temperature crystallization from Si-rich granite melt. This, confirming that zircon was crystallizing continuously during the solidification of the rest of the granitoid magma (*Figure 5*).

3. The primary and secondary textural patterns of zircon crystals were identified in detail by comparing the cathodoluminescence (CL) and back-scattered electron (BSE) contrasts using a scanning electron microscope (SEM). Four internal texture types of zircon could be distinguished (*Figure 6a, b*). Primary internal textures are growth zoning  $\pm$  xenocrystic core and sector zoning. The observed secondary textural feature is convolute zoning. Primary texture types occur in all rock types at both localities, but the secondary texture is observable only in zircon crystals from the Mórágy Complex.

4. The structural state of zircon zones was determined by Raman spectroscopy. Three groups of the structural state of the individual zircon zones were determined, based on the full width at half maximum (FWHM) of the  $v_3(SiO_4)$  Raman band: I. well crystallized (<5 cm<sup>-1</sup> FWHM), II. intermediate (5–15 cm<sup>-1</sup> FWHM), III. metamict (>15 cm<sup>-1</sup> FWHM) (NASDALA et al. 1995).

Accordingly, the strongly radiation-damaged zones could be excluded from the LA-dating, because these zircon zones are not too resistant with respect to the fluid-driven replacement processes (PUTNIS 2009). In the case of the alteration of previously radiation-damaged zircon zones the possibility of Pb loss during the replacement reaction had to be taken into account. Such a loss can modify and disturb the precise U–Pb age determination (NASDALA et al. 1998). The samples used for the present study were generally characterized by moderate radiation damage: FWHM values were mainly between 5 cm<sup>-1</sup> and 15 cm<sup>-1</sup> (*Figure 7*).

With regard to the four-step pre-examination of zircon crystals from all rock types (*Figure 1*) it can concluded that the areas of the primary textures (growth zoning  $\pm$  xenocrystic core and sector zoning) represent the effect of the main magmatic event. The age difference between the core and rim of the zircon gives the time interval of the main magmatic crystallization. The xenocrystic core can provide information about the crustal origin. In zircon crystals the secondary texture (convolute zoning, fluid-mediated reactions) reflects the imprint of any post-magmatic event (*Figure 8*).

Having collected these pieces of information it is possible to mark the promising spots (areas of some ten micrometres in diameter) for zircon crystals, from both localities, that can be used for reliable and geologically well-interpretable age data determination (*Table 3*). With the help of the four-step pre-examination of zircon crystals the yield of the age data was: zircon core 80%, growth and sector zoning 94%-os, convolute zoning 100%.

Keywords: zircon, morphology of zircon, texture types of zircon, structural state, mineral inclusion, Variscan granitoid

#### Összefoglaló

Habár mind a mai napig az U–Pb geokronológia legmegbízhatóbb ásványa a cirkon, mégis a belső, szöveti heterogenitása a kellő megbízhatóságú és időfelbontású korolás legfőbb akadálya lehet.

Kutatási munkánk eredményeképpen e korlát leküzdésére négylépcsős elővizsgálati eljárást alakítottunk ki, mely általánosságban véve bármely olyan esetben hatékonyan alkalmazható, ahol a geológiai kormeghatározás alapját a cirkon ásvány képezi.

A négylépcsős elővizsgálati módszer a következő lépéseket tartalmazza: 1. A cirkonkristályok morfológiai típusainak meghatározása. 2. A cirkonkristályokban található egy- és többfázisú ásványzárványok azonosítása elektronsugaras mikronanalízis alapján. 3. A cirkonkristályok (elsődleges és másodlagos) szöveti bélyegeinek nyomozása pásztázó elektronmikroszkóppal (SEM) készített katódlumineszcens (CL) és visszaszórtelektron-képek (BSE) alapján, 4. A cirkonkristályokban lévő zónák szerkezeti állapotának meghatározása Raman-spektroszkópiai vizsgálatok segítségével a v<sub>3</sub>(SiO<sub>4</sub>) rezgési sáv félértékszélessége (FWHM) alapján.

Jelen cikkben a módszer hatékonyságát bizonyítandó, hazánk területéről (Mórágy környéke) és Ausztriából (Rastenberg környéke) származó variszkuszi granitoid kőzetek járulékos elegyrészeként megjelenő cirkont vizsgáltunk. Választásunk olyan területekre esett, melyek előzetes megfigyelések alapján geokémiailag és kőzettanilag egyaránt szoros rokonságot mutatnak, így az azonosságok továbberősítése mellett a különbségek kimutatására is lehetőségünk nyílt.

A négylépcsős elővizsgálati módszert alkalmazva a szeparált cirkonkristályok részletes szöveti térképének elkészítése során lehatároltuk az elsődleges (magmás) és másodlagos (utómagmás) geológiai folyamatok által hátrahagyott szöveti bélyegeket, továbbá kizártuk az összes szerkezetileg roncsolt (metamikt) zónát, elkerülve ezzel az ólomvesztés lehetőségét és a felülbélyegzett koradatok esélyét.

Végül az összegyűjtött adatok együttes értelmezése nyomán kijelöltük a cirkonkristályokon belül azokat a néhány tíz mikrométeres, kémiailag és szerkezetileg közel homogén területeket, melyek megbízhatóan felhasználhatók az U–Pb korhatározás során, egyúttal megkaptuk a kulcsot is, mellyel a mért koradatokat geológiai folyamatokhoz köthetjük. Ezen négylépcsős módszer segítségével a cirkonmagok esetében 80%-os, növekedési és szektorzónáknál 94%-os, konvolút zónák kormeghatározása során 100%-os kihozatallal tudtuk hasznosítani koradatainkat.

Kulcsszavak: cirkon, cirkonmorfológia, belső szövet, szerkezeti állapot, ásványzárványok, variszkuszi granitoid

## Bevezetés, előzmények

A tetragonális cirkónium-szilikát (Zr[SiO<sub>4</sub>]) rendkívül ellenálló kristályos vegyület. Olvadáspontja 2550 K (BIN-DEMAN & MELNIK 2016), Vickers keménysége 17 GPa, törési szívóssága 2,1 MPam<sup>1/2</sup>, (NAKAMORI et al. 2017), kémiai korrózióképessége is csekély (KATO & ARAKI 1986).

A természetben, cirkonként a cirkónium leggyakoribb vegyülete, így ipari és technológiai jelentősége kiemelkedő. A cirkon a magmás kőzetek általánosan elterjedt járulékos ásványa, ellenállóképessége miatt azonban képes feldúsulni a törmelékes üledékes kőzetekben, ahogy a metamorf folyamatok során is jól túlél (BINDEMAN & MELNIK 2016).

A geológiai kutatásban jelentőségét az adja, hogy nemmolekuláris kristályrácsába a magmából történő kristályosodás során képes befogadni olyan HFS elemeket, mint a hafnium, az urán, a tórium vagy a ritkaföldfémek, eszközt adva a geokémikusnak, petrológusnak bizonyos magmagenetikai kérdések megválaszolásához.

További geológiai jelentősége, hogy a befogadott elemek közül több is rendelkezik olyan természetes radioaktív izotópokkal, amelyek a radiometrikus geokronológiában jól használhatóak (HOSKIN & SCHALTEGGER 2003, VALLEY 2003, HERMANN & RUBATTO 2009). Ezek közül alkalmazási gyakoriságában kiemelkedik az urán, elsődlegesen az U–Pb korhatározás révén (KEMPE et al. 2000, HANCHAR & HOSKIN 2003).

A cirkon jellegzetessége, hogy kristályosodása során érzékenyen reagál környezete geokémiai állapotára, így egykristályainak (tovább)növekedése során gyakorta megjelenik finom kémiai zónásság. Ez a zónás továbbnövekedés kötődhet egyazon, időben elhúzódó magmás eseményhez, de történhet a magmába reliktumként került, korábbi magmás folyamatok során keletkezett cirkonkristályokon is. Mindezeken felül gyakori még a szektorzónásság kialakulása is (HANCHAR & MILLER 1993, CORFU et al. 2003).

Ezen jelenségek miatt egy-egy cirkonkristály általában nem tekinthető a geológiai alkalmazás szempontjából homogénnek, tulajdonságainak leírásához nélkülözhetetlen a kristály belső szövetének megismerése. Az eredeti, keletkezéskori belső szöveti képet a fentebb felsorolt elsődleges bélyegek alkotják. Későbbi geológiai folyamatok azonban másodlagos szöveti felülbélyegzéseket (konvolút zónásság) is kialakíthatnak, tovább szűkítve a lokálisan nyert kémiai elemi, illetve izotópinformációk térbeli kiterjeszthetőségét, geokémiai és/vagy geokronológiai alkalmazhatóságát. Ugyancsak zavarhatják az eredményeket a cirkonban található ásványzárványok.

A másodlagos folyamatok ráadásul nem is egységesen érintik az elsődleges szöveti elemeket, mert — különösen az idősebb cirkonoknál — az uránban gazdagabb zónákban a kristályrács roncsolódhat. Ilyenkor a korábbi egykristály, vagy annak egy-egy zónája egyre csökkenő méretű kristályos doménekből álló, cirkon utáni "amorf" álalakká válik. Ez a metamiktizáció növeli az érintett terület kémiai átalakulási érzékenységét, gyakran nyílttá téve a kristály eredetileg zárt izotópgeokémiai rendszerét.

A geokronológiában e soktényezős, bonyolultan kölcsönható folyamatrendszer két nehézséget okoz. A rendszer nyílttá tételével növeli a nem értelmezhető mérési koradatok esélyét, ezáltal eleve csökkentve a statisztikusan jól felhasználható adatok számát egy konkrét, a kutató számára mindig korlátos számú mérést lehetővé tevő sorozatban. Ráadásul e csökkenő szám a korméréseknél megnehezíti azon kérdés feltehetőségét, hogy az eltérő koradatokat időben egy, az adott felbontás mellett "pontszerű" eseményhez kössük (jelentősebb szórással), vagy merjük azokat olyan modellben vizsgálni, ahol az adott folyamat, például egy pluton több millió éves hűlési története is megragadható.

Jelen munkánk egy olyan komplex, U–Pb cirkon geokronológiai célú műszeres elővizsgálati módszert mutat be, amellyel lényegesen növelhető a geológiailag jól értelmezhető mérések aránya, és ezen keresztül, az eredmények statisztikus feldolgozása során az időbeni szórás csökkentésének, a valós korfelbontás javításának esélye.

A kidolgozott, négylépcsős szűrési módszer hatékonyságát a variszkuszi kollíziós zóna keleti részén található délmagyarországi mórágyi intrúzió, valamint az Észak-Ausztria területén helyet foglaló rastenbergi plutont felépítő granitoid kőzetekből kikerült cirkonok elővizsgálatának példáján mutatjuk be.

Mindkét intrúzió tagja volt a Dél-Bohémiai-masszívumnak, közöttük KLötzli et al. 2004 Rb-Sr és Sm-Nd izotópmérései alapján igen közeli genetikai kapcsolat tételezhető fel. Az 1960-as évektől kezdődően több ásványon, számos módszer segítségével történtek geokronológiai célú vizsgálatok ezen granitoidokon. A vizsgálatok néhány alapkérdést, például a variszkuszi besorolást sikerrel megválaszoltak (KLÖTZLI & PARRISH 1996, KLÖTZLI et al. 2004, GERDES 2006, KOROKNAI et al. 2010). Több fontos kérdés azonban nyitva maradt az intrúziók fejlődéstörténetét illetően (mafikus zárványok genetikájának tisztázása - egyidejű keletkezéssel magmakeveredés vagy eltérő keletkezési idejű resztit eredet —, illetve a területet ért utólagos hatások azonosítása). Az e kérdések megválaszolására tett korábbi kísérleteket elemezve úgy ítéltük meg, hogy a sikeres válaszadás kulcsa az U-Pb kormeghatározás időfelbontásának javítása lehet. Ez adott ösztönzést a bemutatott előszűrési módszer kidolgozására.

# A cirkonok U–Pb korhatározásához szükséges elővizsgálatok lépései és eszközei

Eljárásunk, mely a korolni kívánt cirkonok elővizsgálataira irányul, összesen négy lépésből áll. 1. a cirkonkristályok kristálymorfológiai típusainak és ezek kőzetszöveten belüli helyzetének meghatározása, 2. a cirkonok ásványzárványainak azonosítása, 3. a cirkonkristályok belső szövetének részletes leírása, 4. a cirkonzónák szerkezeti állapotának meghatározása.

A cirkonok morfológiája változatos (PUPIN 1980), ugyanakkor a PUPIN szerinti cirkonmorfológiai osztályozás nem alkalmazható általánosan közvetlen petrogenetikai következtetések levonására (FINGER & STEYRER 1988). A kristálymorfológia megfigyelése és - több morfológiai típus jelenléte esetén - a típusok gyakoriságának, valamint kőzetszöveten belüli helyzetének statisztikai értékelése azonban értékes adatokat szolgáltat az ásványparagenezis kialakulásának részleteiről. Ez a morfológiai elemzés összetett, időt igénylő, önmagában is többlépéses feladat. Ennek oka, hogy a szöveti információt adó petrográfiai kép kétdimenziós, viszont a morfológia azonosítása, különösen hasonló morfológiai típusok esetén csak 3D-ben lehetséges. Utóbbi szeparált kristályokon valósítható meg sztereomikroszkópos előválogatás után pásztázó elektronmikroszkópos (SEM-SE) vizsgálattal. Itt viszont a szöveti kapcsolat vész el. Ennek megfelelően mind vékonycsiszolatokra, mind szeparált cirkonkristályokból készített szemcsepreparátumokra szükség van. A két vizsgálatot párhuzamosan, többszörös visszacsatolással kell végezni addig, amíg a 3D információ szöveti kapcsolatának meghatározása megnyugtatóan reprodukálható.

A cirkonok elsődleges, kogenetikus ásványzárványaira jelen kérdésfeltevésünk szempontjából kizárólag mint a cirkon lokális kémiai összetételének meghatározását zavaró tényezőre tekintünk. Különösen zavaróak azon ásványok, amelyek - a cirkonhoz hasonlóan - képesek kristályrácsukba HFS elemeket befogadni. Ilyen ásvány például az apatit. A másodlagos folyamatokhoz köthető ásványzárványok – kémiai zavarásuk mellett – jelzői lehetnek a cirkonkristályt ért utólagos folyamatoknak, így megfigyelésük különösen fontos. Az ásványzárványok esetében külön figyelmet kell fordítani arra, hogy zárványokban gazdagabb kristályokban/zónákban gyakran a zárvány nem éri el a vizsgálatkor a preparátum felszínét, szélsőséges esetben nem is látszik sem optikailag, sem a visszaszórt elektronképen (SEM-BSE), de a kémiai elemi és/vagy az izotópelemzés mélysége már eléri. Az ilyen - kivédhetetlen - zavarás hatását csak az adott zónába tervezett nagyobb számú elemzéssel tudjuk csökkenteni. A zárványok kémiai összetételének meghatározását - a számunkra fontos elemek jellemzően erős nyomelemkénti jelenlétére tekintettel --- célszerű hullámhosszdiszperzív mikroanalitikával (EPMA) végezni.

A cirkonkristályok belső szöveti képét a különböző elsődleges zónásságok, valamint másodlagos felülbélyegzések alakítják. Utóbbiba beleértjük a kristályban kialakuló repedéseket és a kristály egyes zónáinak jelentős porozitást tartalmazó szivacsos átalakulását is. Ez a szöveti kép széles méretskálán lenne leírható, de praktikus szempontból e skála alsó határát érdemes mesterségesen kijelölni. A jelenleg a geokronológiában használt lokális elemző módszerek térbeli felbontóképessége legfeljebb mikrométer körüli (SIMS, SHRIMP), ráadásul a közülük legszélesebb körben hozzáférhető lézerablációs technikák ennél is egy nagyságrenddel rosszabb felbontásúak: cirkon esetében pont-, illetve vonalelemzésnél több 10 µm körüliek. Ennek megfelelően a szövet leírásában felbontási határként a néhány mikrométert elegendő választani. Ez azért szerencsés, mert ez a felbontás még éppen elérhető olyan rutin eszközökkel, mint az optikai mikroszkóp és a pásztázó elektronmikroszkópok visszaszórt elektronos (SEM-BSE), valamint katódlumineszcens (SEM-CL) képalkotása. A szöveti képet közvetlenül a később kémiai elemi/izotópelemzésre kerülő, sík mintafelszínen vizsgáljuk. Szemcsepreparátumok esetén a műgyantába ágyazás és csiszolás/polírozás előtt minden szemcsén elvégzendő a morfológiai (SEM-SE) dokumentálás is. A visszaszórt elektronképek (BSE) esetében figyelembe kell venni azt a cirkonra egyedi jelenséget, hogy a kontrasztot nem csupán az eltérő átlagrendszám, hanem az eltérő szerkezeti állapot is befolyásolja (FINCH & HANCHAR 2003, NASDALA et al. 2006). A két tényező együttes hatásának értelmezhetősége külön feladat (KIS et al. 2014, 2015)

A cirkon kristályrácsa a beleépült radioaktív izotópok bomlása során roncsolódik, szerkezeti állapota romlik, ennek számszerűsítése — lokálisan, zónánként — elengedhetetlen a korhatározásra való előkészítés során. Ennek ez eszköze a Raman spektroszkópia (NASDALA et al. 1995, 1998). Az egyes zónák szerkezeti állapotát a  $_3(SiO_4)$  rezgési sáv félértékszélessége (FWHM) alapján három kategóriába sorolják (NASDALA et al. 1995): 1. jól kristályos (<5 cm<sup>-1</sup> FWHM), 2. átmeneti (5–15 cm<sup>-1</sup> FWHM), 3. metamikt (>15 cm<sup>-1</sup> FWHM). A vizsgálatot az elemzésre előkészített, véglegesen polírozott mintákon végezzük.

A Raman spektroszkópiával vizsgálandó területek szűkítéséhez már felhasználjuk a SEM-BSE és SEM-CL vizsgálatok alapján kialakított előzetes modellt, és a mért adatok visszacsatolásával, az eredeti modell több körös finomításával jutunk el a kívánt végeredményhez, a geokronológiai célú elemzési pontok kijelöléséhez.

# Földtani háttér a módszer alkalmazását bemutató esettanulmányhoz

A kutatásunk alapját képező, jelen munkában a módszertan bemutatásához felhasznált két geológiai terület a dél-magyarországi Mórágyi Komplexum (KIRÁLY & KOROK-NAI 2004) és az észak-ausztriai Rastenberg Pluton (KLÖTZLI & PARRISH 1996), melyek hasonló korúak (KLÖTZLI et al. 2004, KOROKNAI et al. 2010).

A rastenbergi intrúzió mintegy 170 km<sup>2</sup>-es területet lefedve a Dél-Bohémiai-masszívum keleti felén található, keresztülszeli a Moldanubikumi zóna területét. Nyugati oldalról az "*Egyveretű Sorozathoz*" (Monotonous Series), míg keleti oldalról a Dobra Gneiszhez és a "*Változékony Sorozathoz*" (Varied Series) kapcsolódik (KLÖTZLI & PARRISH 1996).

KLÖTZLI et al. (2004) szerint Rb–Sr és Sm–Nd izotópmérések alapján igen közeli kapcsolat feltételezhető a mórágyi és a rastenbergi intrúziók között. A mórágyi intrúzió a késő-palaeozoikumban a rastenbergihez képest délre, ill. délnyugatra helyezkedhetett el.

A mikrokontinens méretű Tiszai nagyszerkezeti egység Pannon-medencében elhelyezkedő legészakibb kéregdarabja a Mórágyi Komplexum (Kovács et al. 2000).

A már datált variszkuszi és mezozoikumi események alapján a Tiszai nagyszerkezeti egység a késő-palaeozoikumban még közvetlenül kapcsolódhatott a közép-európai variszkuszi orogén övhöz, ezen belül a Dél-Bohémiai-maszszívum Moldanubikumi-zónájához (KLÖTZLI et al. 2004). Így a későpalaeozoikumban a Mórágyi Komplexum variszkuszi korú, magas kálium- és magnéziumtartalmú mélységi magmás kőzetei mintegy 170 km hosszú és 20–30 km széles, DNy–ÉK csapásirányú intrúziót alkothattak a Dél-Bohémiai-masszívum Moldanubikumi-zónájának keleti felén.

A két intrúzió kőzeteit már számos publikáció kapcsán vizsgálták és jellemezték. Az eredmények azt is mutatják, hogy a mórágyi és rastenbergi kőzettípusok megegyeznek (1. *ábra*), alátámasztva ezzel rokonságukat (KLÖTZLI &



1. ábra. A mórágyi (a) és rastenbergi (b) intrúzió magmás kőzettípusai (piros körvonal: mafikus zárványok) Figure 1. Studied lithologies from Mórágy (a) and Rastenberg (b) (mafic enclaves are outlined with red)

PARRISH 1996, FINGER et al. 1997, WENZEL et al. 1997, BUDA et al. 1999, GERDES et al. 2000, BUDA & DOBOSI 2004, KIRÁLY & KOROKNAI 2004, KLÖTZLI et al. 2004, GERDES et al. 2006, KIRÁLY et al. 2008, BUDA & PÁL-MOLNÁR 2012, BUDA et al. 2014).

A kőzetek a kialakulásukat követően felső zöldpala/ amfibolit fáciesű metamorfózist szenvedtek (BÜTTNER & KRUHL 1997, HENK et al. 2000, KIRÁLY & KOROKNAI 2004, KIRÁLY et al. 2008). Ennek nyomai a mai napig megőrződtek és megfigyelhetők a különböző kőzetszövetek vizsgálata során (pl.: biotitosodás, mikroklin kiszorítási szövet). Így az elsődleges magmás folyamatok mellett mind a két terület példáján lehetőségünk nyílt a másodlagos folyamatok cirkonokban megőrződött bélyegeinek kutatására is.

#### Anyag és vizsgálati módszerek

Mindkét lelőhelyről fúrómagmintákból készültek szemcsepreparátumok és vékonycsiszolatok. A két lelőhelyen felszínen gyűjtött kiegészítő mintáinkból további vékonycsiszolatokat készítettünk (*I. táblázat*).

A minták leporítása és átszitálása után a 63-125 µm-es

I. táblázat. A vizsgált minták mennyisége és eloszlása befoglaló kőzet szerint Table I. Quantity and distribution of the investigated samples based on host rock

ronmikroszkóppal, az SE-képek és BSE-képek az ELTE Kőzettani és Geokémiai Tanszékén AMRAY 1830 I típusú pásztázó elektronmikroszkóppal készültek. A SE-képek és BSE-képek készítéséhez 15 kV gyorsítófeszültséget és 1 nA sugáráramot, míg a CL-képekhez 10 kV gyorsítófeszültséget és 1 nA sugáráramot alkalmaztunk.

A cirkonzónák szerkezeti állapotának (FWHM), meghatározásához és a fotolumineszcens (PL) térképek készítéséhez Raman-spektroszkópiát alkalmaztunk. A méréseket az ELTE TTK FFI Műszerközpont Horiba Lab-RAM HR UV-Vis-NIR típusú Raman-spektrométerével, Olympos 100× objektív segítségével készítettük. A minták gerjesztésére HeNe-lézer 632,8 nm-es és Nd:YAG frekvenciakétszerezett DPSS lézer 532 nm-es vonalait használtuk. A spektrumok illesztését LabSpec5 programmal végeztük.

A cirkonokban jelen lévő ásványzárványok fő-, mellékés erős nyomelem-összetételének meghatározása a Bécsi Egyetem Litoszférakutató Tanszékén Cameca SX100 típusú, 4 hullámhossz- és 1 energiadiszperzív spektrométerrel ellátott mikroszonda segítségével történt. A mérések készítéséhez 15 kV gyorsítófeszültséget, 20 nA sugáráramot, 1 µm sugárátmérőt alkalmaztunk.

	Mikroklin-megakristályos granitoid / Microcline megacryst-bearing granitoid	Keverékkőzet / Hybrid rock	Mafikus zárvány / <i>Mafic enclave</i>		
Mórágyi	100 szeparált cirkonszemcse /	100 szeparált cirkonszemcse /	100 szeparált cirkonszemcse /		
Komplexum /	100 separated grains	100 separated grains	100 separated grains		
Mórágy	+ 8 vékonycsiszolat /	+ 6 vékonycsiszolat /	+8 vékonycsiszolat /		
Complex	+8 thin sections	+6 thin sections	+8 thin sections		
Rastenberg	100 szeparált cirkonszemcse /	100 szeparált cirkonszemcse /	100 szeparált cirkonszemcse /		
Pluton /	100 separated grains	100 separated grains	100 separated grains		
Rastenberg	+ 8 vékonycsiszolat /	+ 6 vékonycsiszolat /	+8 vékonycsiszolat /		
Pluton	+8 thin sections	+6 thin sections	+8 thin sections		

méretfrakció nehézásványainak leválasztása történt. Az így nyert szemcsehalmazt alkoholba helyezve sztereomikroszkóp alatt vizsgáltuk és szeparáltuk. Megfigyeltük a cirkonkristályok színét, átlátszóságuk mértékét és morfológiáját. A kiválogatott cirkonkristályokat méretük szerint szénkorongra rögzítettük, majd helyzetüket és morfológiájukat SEM-SE képalkotással dokumentáltuk.

Műgyantába ágyazással (kétkomponensű Araldit) 2,5 cm átmérőjű tömböket készítettünk, majd a szénkorong leválasztása után ezek felszínét csiszoltuk és políroztuk (gyémántpaszta; 3 μm, ill. 1 μm). A felszín egyenletességét pásztázó elektronmikroszkóp segítségével szekunderelektron-képeken (SEM-SE) ellenőriztük.

A mórágyi és rastenbergi cirkonok morfológiai vizsgálatát, szövetük részletes jellemzését pásztázó elektronmikroszkópban (SEM) végeztük másodlagos elektron (SE), katódlumineszcens (CL) és visszaszórt elektronképek (BSE) segítségével. A CL-képek a Bécsi Egyetem Litoszférakutató Tanszékén FEI Inspect S50 típusú pásztázó elekt-

# A módszer alkalmazásának tapasztalatai és eredményei

## Cirkonok kristálymorfológiai típusainak és ezek kőzetszöveten belüli helyzetének meghatározása

Mind a három kőzetben (granitoid, keverékkőzet, mafikus zárvány) mindkét lelőhelyen hasonló mennyiségű cirkon fordul elő. Cirkonmorfológiai (PUPIN 1980) vizsgálataink alapján három típust figyeltünk meg (korábbi publikáció figyelembevételével KLÖTZLI et al. 2004), melyek mindhárom kőzettípusban megegyeznek, azonban gyakoriságuk és méretük változó.

A három elkülönített cirkonmorfológiai típus (2. *ábra*): "*normál*" prizmás cirkon (S<sub>24</sub>, S<sub>25</sub>), "*lapos*" prizmás cirkon, mely a korábbi publikációkban (KLötzLI et al. 2004) S<sub>4</sub>-ként szerepel, azonban a jelen munkában — c tengely pozíciójának függvényében — korrigált besorolása AB<sub>5</sub>, illetve "*nyúlt*" prizmás cirkon (P<sub>5</sub>).



2. ábra. A cirkonkristályok morfológiai típusai *Figure 2. Morphological types of zircon crystals* 

Előfordulást tekintve a leggyakoribb a "normál" prizmás cirkon, ezután következik a "lapos" prizmás cirkon, majd a "nyúlt" prizmás cirkon mindhárom kőzettípusban, mindkét lelőhely esetén (*3. ábra*). A cirkonkristályok mérete a mikroklin-megakristályos granitoidokban lévőktől a mafikus zárványokban előfordulókig folyamatosan csökken. A granitoidokban méretük kb. 150–250 µm között alakul, míg a mafikus zárványokban nem haladja meg az 50–150 µm-t. Mind a három típusból reprezentatív mennyiséget kiválogatva készítettük el a szemcsepreparátumokat.

44 db vékonycsiszolaton tett megfigyelés szerint a "normál" prizmás cirkon főleg biotitban és földpátban egyenlő arányban, míg amfibolban ezeknél lényegesen ritkábban jelenik meg. A "lapos" prizmás cirkont döntő mértékben (90%-ban) biotit zárja magába, míg "nyúlt" prizmás cirkont csak a felzikus kőzetalkotó ásványokban, földpátban és kvarcban észleltünk (4. ábra).



4. ábra. A vizsgált granitoid kőzetek szövete: a rajz a különböző morfológiájú cirkonzárványok helyzetét mutatja a fő kőzetalkotó ásványokban
 Figure 4. Characteristic texture of the studied granitoids: the sketch indicates the different positions occupied by the zircon inclusions in the rock-forming

## A cirkonkristályokban előforduló ásványzárványok azonosítása

A cirkonkristályok szilárd (ásvány)zárványai között *egyfázisúak* (pl.: biotit, földpát, albit, kvarc, apatit és tórit/ uranotórit) és egy, Na-mentes K-földpátból, albitból és



minerals

MÓRÁGY

3. abra. Cirkonkristályok mortológiai típusainak összesítése mindhárom közetből, mindkét lelőhely Figure 3. Morphology of all zircon crystals in the three rock types at both localities

kvarcból álló *többfázisú* is megjeleik (*II. táblázat*). Geológiai értelmezés szempontjából az egyfázisúak között az apatit és a többfázisú típus igen lényegesek.

Az egyfázisú zárványok közül a sajátalakú apatitzárványok jól lehatárolhatóan, mindig azonos helyeken, a cirkon peremi területein jelennek meg. A többfázisú zárványegyüttes, amely Si-gazdag gránitos olvadék alacsony hőmérsékletű (kb. 650 °C) zárókristályosodására jellemző (NUTMAN et al. 2014; BELL et al. 2018), azt igazolja, hogy cirkonkristályok még a magmafejlődés legutolsó fázisában is keletkeztek (5. ábra).

Az egyfázisú, illetve többfázisú ásványzárványok be-



5. ábra. Többfázisú zárvány "normál" prizmás cirkonban Figure 5. Multiphase inclusion in "normal" prismatic zircon

**II. táblázat.** Cirkonban előforduló egy- és többfázisú (kvarc + káliföldpát + albit) ásványzárványtípusok összegzése *Table II. Single and multiphase (quartz + K-feldspar + albit) mineral inclusions in zircon crystals* 

Kőzettípusok / Rock types	Granitoid / Granitoid (54)	Keverék- kőzet / Hybrid rock (24)	Mafikus zárvány / <i>Mafic</i> enclave (31)	Granitoid / Granitoid (10)	Keverék- kőzet / Hybrid rock (19)	Mafikus zárvány / Mafic enclave (10)	Granitoid / Granitoid (6)	Keverék- kőzet / Hybrid rock (10)	Mafikus zárvány / <i>Mafic</i> enclave (4)
Morfológia / <i>Morphology</i>	"normál" prizmás cirkon / "normal" prismatic zircon (S <sub>24</sub> , S <sub>25</sub> )			"lapos" prizmás cirkon / "flat" prismatic zircon (AB <sub>3</sub> )			"nyúlt" prizmás cirkon / "long" prismatic zircon (P <sub>s</sub> )		
Zárványok / Inclusions									
<b>Egyfázisú</b> / Single-phase									
Apatit / Apatite	44%	42%	32%	40%	42%	60%	83%	_	100%
Biotit / <i>Biotite</i>	16%	29%	19%	10%	19%	40%	_	_	-
Kvarc / Quartz	28%	10%	27%	25%	30%	50%	77%	-	70%
Káliföldpát / <i>K-feldspar</i>	30%	21%	25%	18%	30%	25%	76%	-	70%
Albit / <i>Albite</i>	10%	13%	12%	17%	9%	5%	75%	_	-
Tórit / Thorite	16%	-	80%	30%	-	80%	-	-	75%
<b>Többfázisú</b> / Multiphase	18%	15%	16%	12%	11%	10%	5%	_	5%

A százalékok a különböző cirkonmorfológiai típusokban megjelenő ásványzárványok gyakoriságát mutatják. 100% = a zárványokat tartalmazó cirkonkristályok, számuk megtalálható külön-külön a kőzettípusok neve alatt.

Percentages show the frequency of mineral inclusions in different morphology types of zircon crystals. (100% = zircon crystals with mineral inclusions, the total number of them can be found under each rock types.

épülésüket, megjelenésüket tekintve különbséget mutatnak a különböző morfológiájú cirkonkristályok esetén.

A "normál" és "lapos" prizmás cirkonokban egyaránt megtalálható az egyfázisú zárványok összes típusa és a többfázisú zárványok, míg a "nyúlt" prizmás cirkonokban az egyfázisúak közül főleg az apatit és a többfázisú zárványtípus jelenik meg. Ez egyben jelezheti, hogy a főkristályosodási időszak elején (korai szakasz) és közepén főleg "normál" és "lapos" cirkonok kristályosodtak, míg a főkristályosodási időszak végén (késői szakasz), elsősorban

"nyúlt" prizmás cirkonok keletkeztek, valamint a "normál" és "lapos" prizmás cirkonok konvolút peremi részeinek továbbnövekedése ekkor történhetett.

## Cirkonkristályok belső szövetének megfigyelése, leírása

Nyomoztuk a cirkonkristályokban az elsődleges és másodlagos szöveti bélyegeket (HANCHAR & MILLER 1993, CORFU et al. 2003) is. Összesen négy szöveti típust különítettünk el, ezekből három elsődleges (növekedési és szektorzónásság  $\pm$  xenokristályos mag), egy pedig másodlagos (konvolút zónásság). Az előbbieket mind a két területen mind a három kőzettípusban, míg az utóbbit csak a mórágyi granitoidok cirkonjai között észleltük (6. *ábra a, b*).



6. ábra. A mórágyi (a) és a rastenbergi (b) cirkon szöveti típusai (CL-képek) Figure 6. Texture types of zircon from Mórágy (a) and Rastenberg (b) (CL images) Növekedési zónásság ± xenokristályos mag, szektorzónásság és konvolút zónásság / growth zoning ± xenocrystic core, sector zoning

A belső szöveti és a morfológiai típusok kapcsolatának vizsgálata szerint a "normál" és "lapos" prizmás cirkonkristályokban megjelennek mind elsődleges, mind másodlagos szöveti bélyegek, míg a "nyúlt" prizmás cirkonkristályok többnyire homogének, esetleg gyenge elsődleges szöveti mintázatot (xenokristályos mag nélküli növekedési zónásságot) mutatnak.

Megjegyezzük, hogy egyes minták esetében az itt bemutatandó mintaszűrési folyamat standard eljárásain túl fotolumineszcens (PL) térképeket is készítettünk a korolni kívánt cirkonkristályaink egy-egy, a CL-képek alapján érdekesebb szöveti bélyegeket mutató részein.

Habár a Raman-spektroszkópiai vizsgálatoknál a lumineszcens jelenségek a mérési körülményeket zavaró tényezők csoportját gazdagítják, jelen munkában számunkra mégis segítséget nyújtott abban, hogy a cirkonkristályokban a lumineszcenciát okozó Nd<sup>3+</sup> eloszlását feltérképezhessük. Ez a kiegészítő vizsgálat esetenként újabb, a hagyományos vizsgálati protokollal nem észlelt zónásságot is kimutatott (pl. szektorzónásságot), illetve segítette a már korábban megtalált zónák pontosabb lehatárolását.

# Cirkonzónák szerkezeti állapotának meghatározása

A preparált cirkonkristályokban Raman-spektroszkópiával zónáról zónára vizsgáltuk a cirkon szerkezetébe beépülő U és Th okozta sugárkárosodás mértékét (metamiktesedés). A  $v_3$ (SiO<sub>4</sub>) rezgési sáv félértékszélessége alapján (NASDALA et al. 1995): cirkonjaink közül a "normál" és "lapos" prizmások esetében mind a három szerkezeti állapot megtalálható, azonban a "nyúlt" prizmások esetében nincs metamikt állapotban lévő zóna (*7. ábra*).



7. ábra. Mórágyi és rastenbergi cirkonkristályok szerkezeti állapota

Figure 7. Compilation of Raman spectroscopic results obtained in the Mórágy and Rastenberg zircon crystals. Full width at half maximum (FWHM) data of different morphological types of zircon crystals

#### Diszkusszió

A négylépcsős elővizsgálati módszer lépéseit követve egy tetszőlegesen választott vizsgálati területre jellemző kőzettípus(ok)ban előforduló összes cirkonmorfológiai és cirkonszöveti típus kiválogatását követően olyan pár 10 mikrométeres területeket kell kijelölnünk U-Pb kormeghatározásra, melyek azonos geológiai folyamat bélyegeit hordozzák, a legkevésbé sugárkárosodtak, közel homogének és mentesek HFS elemeket tartalmazó, illetve másodlagos folyamatokhoz kötött repedéskitöltő ásványzárványoktól. Biztosítva ezzel az előválogatott cirkonszemcséken kijelölt néhány 10 µm átmérőjű terület kémiai és szerkezeti homogenitását. Ez utóbbit a fluidumaktivitással vezérelt utólagos geológiai folyamatok által felülbélyegzett területek esetén az általános protokollon felül, kiemelt hangsúllyal kell kezelnünk. Ezekben az esetekben ez azért elengedhetetlen, mert a szerkezetileg sérült (metamikt) zónák már kevésbé ellenállók lehetnek ezen fluidumgazdag folyamatokkal szemben (PUTNIS 2009), és fennáll az ólomvesztés lehetősége, ami torzíthatja az U-Pb korhatározás adatait, rontva a koradatok statisztikáját és értelmezhetőségét.

Ezen négylépcsős elővizsgálati módszert sikeresen alkalmazva a mórágyi és rastenbergi intrúziók példáján a következő eredményekre jutottunk.

A két területet felépítő magmás kőzettípusokban (granitoid, keverékkőzet, mafikus zárvány) akcesszórikus ásványként megjelenő cirkonkristályok morfológiájuk, gyakoriságuk és kőzetalkotó ásványokban elfoglalt helyzetük tekintetében teljesen azonosak. Ez az eredmény előrevetíti azt a következetést, hogy mindkét intrúzió mindhárom magmás kőzete egy időben kristályosodott, melynek korát a növekedési és szektorzónás szöveti típussal rendelkező cirkonkristályok elemzése fogja adni. A főkristályosodás előtti geológiai folyamatok korára a xenokristályos mag datálása adhat választ, míg az ezt követő időszak eseményeinek kora pedig a konvolút zónás cirkonterületekben őrződhetett meg (8. *ábra*).



8. ábra. Cirkonkristályokban (SEM CL-képek) U-Pb korhatározásra kijelölt pontok

(A= xenokristályos mag, B, C, D = növekedési zóna, E = konvolút zóna)

Figure 8. Selected spots (circles) for U-Pb dating in zircon crystals (SEM CL images)

(A = xenocrystic core, B, C, D = growth zoning, E = convolute zoning)

A mórágyi és rastenbergi granitoid kőzetek kellő időfelbontású U–Pb kormeghatározásához elengedhetetlen elővizsgálatok összesen 600 cirkonszemcsén és 44 db vékonycsiszolaton végzett megfigyeléseken alapulnak. A 600 szeparált cirkonkristály közül előzetesen 120 olyan szemcsét válogattunk ki U–Pb kormeghatározási célra, melyek a négylépcsős elővizsgálati módszert alkalmazva a legreprezentatívabbnak bizonyultak a területek fejlődéstörténetének interpretációjához.

A javasolt és bemutatott módszer lépéseit szigorúan követve, a cirkonmorfológia meghatározása és a cirkonzárványok lehatárolása mellett azonosítottuk a cirkonkristályok belső szöveti típusait, végül meghatároztuk a korolni kívánt cirkonzónák szerkezeti állapotát is — a felülbélyegző folyamatok

Mórágyi Komplexum / Mórágy Complex Rastenberg Pluton / Rastenberg Pluton kőzettípusok / rock types Geológiai esemény / Mafikus Mafikus Geological event Granitoid / Keverék-kőzet Granitoid / Keverék-kőzet zárvány / zárvány / | Hybrid rock Granitoid / Hybrid rock Granitoid Mafic enclave Mafic enclave Premagmás esemény (xenokristályos mag) / 9/15 10/1610/1127/3020/2619/21 Pre-magmatic event (xenocrystic core) Főkristályosodás (növekedési és szektorzónásság) / 53/55 28/2826/30 55/55 23/2727/30Main magmatic event (growth and sector zoning) Utókristálvosodás (konvolút zónásság) / 2/22/22/20 0 0 Post-magmatic event (convolute zoning)

III. táblázat. LA-ICP-MS méréshez kijelölt pontok száma mind a két lelőhely cirkonjaiban Table III. Number of spot of LA-ICP-MS measurement in zircon crystals at both localities

Az első érték mutatja a megmért, az értelmezés során felhasznált konkordáns koreredmények számát, a második pedig a mérendő, előválogatott helyeket. First value shows the number of applied concordant age data during the interpretation of different geological processes, while the second number shows the preselected spot for LA-ICPMS measurement. ismeretében — különös gondot fordítva a metamikt területek U–Pb kormeghatározásból való kizárására.

Mindezen elővizsgálatok alapján tehát 350 jól lehatárolt, ép, repedésmentes területet jelöltünk ki összesen 120 zónás cirkonkristályon az LA-ICP-MS U–Pb kormeghatározásra, melyből végül 313 kis hibával és nagy pontossággal rendelkező, konkordáns ( $x \le kb$ . 10% diszkordancia) koradatot tudtunk használni a kormeghatározás adatainak kiértékelés során (*III. táblázat*).

Tehát végül a négylépcsős módszer segítségével cirkonmagok esetében 80%-os, növekedési és szektorzónáknál 94%-os, konvolút zónák kormeghatározása során 100%-os kihozatallal tudtuk hasznosítani koradatainkat a dél-magyarországi mórágyi és az észak-ausztriai rastenbergi intrúziók területén lezajlott geológiai folyamatok korának és időtartamának jellemzésére (KIS et al. in prep.).

#### Köszönetnyilvánítás

Ezúton szeretnénk megköszönni az ELTE TTK Ásványtani Tanszék és a Bécsi Egyetem Litoszférakutató Intézet munkatársainak a minták előkészítése során nyújtott segítséget. Külön köszönjük Dr. VÁCZI Tamásnak (MTA Wigner Fizikai Kutatóközpont) a Raman-spektroszkópiai vizsgálatok eredményességét segítő tanácsokat és a betanítást, az ELTE TTK FFI Műszerközpontnak a mérési lehetőséget, RUDNYÁNSZKY Líviának pedig a kőzetekből a cirkonszemcsék leválasztását.

Továbbá köszönjük Dr. PAPP Gábornak (MTM Ásványés Kőzettár) a cikk megszövegezéséhez nyújtott hasznos javaslatait és tanácsait.

Végül köszönet illeti a bírálókat (Dr. KIRÁLY Edit és KELEMEN Péter) a cikk bírálatára fordított időért, hasznos tanácsaikért és építő észrevételeikért.

## Irodalom — References

- BELL, E.A., BOEHNKE, P., HARRISON, T.M. & WIELICKI, M.M. 2018: Mineral inclusion assemblage and detrital zircon provenance. Chemical Geology 477, 151–160. https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2017.12.024
- BINDEMAN, I.N. & MELNIK O.E. 2016: Zircon Survival, Rebirth and Recycling during Crustal Melting, Magma Crystallization, and Mixing Based on Numerical Modelling. *Journal of Petrology* **57**, 437–460. https://doi.org/10.1093/petrology/egw013
- BUDA, GY., LOVAS, GY., KLÖTZLI, U. & COUSEN, B.I. 1999: Variscan granitoids of the Mórágy Hills (South Hungary). *Beihefte zur European Journal of Mineralogy* **11**, 21–32.
- BUDA, GY.. & DOBOSI, G. 2004: Lamprophyre-derived high-K mafic enclaves in variscan granitoids from the Mecsek Mts. (South Hungary). — Neues Jahrbuch für Mineralogie Abhandlungen 180, 115–147.
- BUDA, GY. & PÁL-MOLNÁR, E. 2012: Apatite as a petrogenetic indicator of Variscan granitoids in Tisza Mega-Unit (South Hungary). Carpathian Journal of Earth and Environmental Sciences 7/4, 47–60.
- BUDA, GY., NAGY, G. & PÁL-MOLNÁR, E. 2014: Allanite and monazite occurrences in Variscan granitoids of Tisza Mega-Unit (South Hungary). — Carpathian Journal of Earth and Environmental Sciences 9/1, 57–68.
- BUTTNER, S. & KRUHL, J. 1997: The evolution of a late-Variscan high-T/low-P region: the south-eastern margin of the Bohemian Massif. — Geologische Rundschau 86, 21–38. https://doi.org/10.1007/s005310050
- CORFU, F., HANCHAR, J. M., HOSKIN, P. W. O. & KINNY P. 2003: Atlas of Zircon Textures. In: HANCHAR, J. M & HOSKIN, P. W. O. (eds): *Zircon*. 469–502. http://dx.doi.org/10.1515/9781501509322-019.
- GERDES, A., WÖRNER, G. & FINGER, F. 2000: Hybrids, magma mixing and enriched mantle melts in post-collisional Variscan granitoids: the Rastenberg Pluton, Austria. — *Geological Society, London, Special Publications* 179, 415–431. https://doi.org/10.1144/ GSL.SP.2000.179.01.25
- GERDES, A. 2006: Report on the LA-ICP-MS U–Pb dating of four borehole samples from the Mecsek Mountain granitoids. Kézirat, Magyar Állami Földtani Intézet, Budapest, Tekt. 1304.
- FINCH, J.R. & HANCHAR, J.M. 2003: Structure and chemistry of zircon and zircon-group minerals. In: HANCHAR, J.M. & HOSKIN, P.W.O. (eds.): Zircon. — *Reviews in Mineralogy and Geochemistry* 53, 1–25. https://doi.org/10.2113/0530001
- FINGER F. & STEYRER H.P. 1988: Granite-types in the Hohe-Tauern (Easterns Alps Austria) some aspects on their correlation to Variscan plate tectonic processes. — Acta Geodynamica et Geomaterialia 2, 75–87. https://doi.org/10.1080/09853111.1988.11105158
- FINGER, F., ROBERTS, M.P., HAUNSCHMID, B., SCHERMAIER, A. & STEYRER, H.P. 1997: Variscan granitoids of central Europe: their typology, potential sources and tectonothermal relations. — *Mineralogy and Petrology* 61, 67–96. https://doi.org/10.1007/ bf01172478
- HANCHAR, J. M. & MILLER, C.F. 1993: Zircon zonation patterns as revealed by cathodoluminescence and backscattered electron images: Implications for interpretation of complex crustal histories. — *Chemical Geology* **110**, 1–13. https://doi.org/10.1016/0009-2541(93)90244-d
- HANCHAR, J. M. & HOSKIN, P. W. O. (eds) 2003: Zircon. Mineralogical Society of America and Geochemical Society, *Reviews in Mineralogy and Geochemistry* 53, 500 p. https://doi.org/10.1515/9781501509322
- HENK, A., VON BLACKENBURG, F., FINGER, F., SCHALTEGGER, U. & ZULAUF, G. 2000: Syn-convergent high-temperature metamorphism and magmatism in the Variscides: a discussion of potential heat sources. — *Geological Society, London, Special Publications* 179, 387–399. https://doi.org/10.1144/gsl.sp.2000.179.01.23

- HERMANN, J. & RUBATTO, D. 2009: Accessory phase control on the trace element signature of sediment melts in subduction zones. Chemical Geology 265, 512–526. https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2009.05.018
- HOSKIN, P. W. O. & SCHALTEGGER, U. 2003: The composition of zircon and igneous and metamorphic petrogenesis. In: HANCHAR, J. M. & HOSKIN, P. W. O. (eds) Zircon. Mineralogical Society of America and Geochemical Society, *Reviews in Mineralogy and Geochemistry* 53, 27–62. https://doi.org/10.1515/9781501509322-005
- KATO, K. & ARAKI, N. 1986: The Corrosion of Zircon and Zirconia Refractories by Molten Glasses. Journal of Non-Crystalline Solids 80/1–3, 681–687. https://doi.org/10.1016/0022-3093(86)90462-X
- KEMPE, U., GRUNER, T., NASDALA, L. & WOLF D. 2000: Relevance of cathodoluminescence for the interpretation of U–Pb zircon ages, with an example of an application to a study of zircons from the Saxonian Granulite Complex, Germany. — In: PAGEL, M., BARBIN, V., BLANC, P. & OHNENSTETTER, D. (eds): *Cathodoluminescence in Geosciences*. Berlin, Springer, 415–455. https://doi.org/ 10.1007/978-3-662-04086-7\_17
- KIRÁLY, E. & KOROKNAI, B. 2004: The magmatic and metamorphic evolution of the north-eastern part of the Mórágy Block. Annual Report of the Geological Institute of Hungary 2003, 299–310.
- KIRÁLY E., GULÁCSI Z. & KOROKNAI B. 2008: A Mórágyi Gránit Formáció integrált értékelése. Kézirat, Magyar Állami Földtani Intézet, Budapest, Tekt. 138, Radioaktív Hulladékokat Kezelő Zrt. RHK-K-010/08.
- KIS, A., WEISZBURG, T. G., GADAS, P., VÁCZI, T. & BUDA, GY. 2014: Structural state and chemical composition of zones in zircon from Variscan granitoids. In: CHETTY, D. (chief); ANDREWS, L., DE VILLIERS, J., DIXON, R., NEX, P., REIMOLD, W.U., RICHARDS, J., SMITH, B., VERRYN, S. & VILJOEN, F. (eds), 21st General Meeting of IMA South Africa 2014: Abstract Volume, Johannesburg, Dél-Afrikai Köztársaság: Geological Society of South Africa, 215–215.
- KIS A., WEISZBURG T., GADAS P., VÁCZI T. & BUDA GY. 2015: Geológiai folyamatok variszkuszi granitoidok cirkon kristályainak szövetébe zárva. — In: DÁLYAY V. & SÁMSON M. (szerk.): *Tisia Konferencia, Pécs, Magyarország:* Molnár Nyomda és Kiadó, 46– 50.
- KIS A., DUNKL, I., WEISZBURG, T. G., KOLLER, F., VÁCZI, T., BUDA GY. (in prep.): Meaning of wide zircon U-Pb age distributions in Variscan granitoids in the South Bohemian Batholith. — *Mineralogy and Petrology*
- KLÖTZLI, U. S. & PARRISH, R. R. 1996: Zircon U/Pb and Pb/Pb geochronology of the Rastenberg granodiorite, South Bohemian Massif, Austria. — *Mineralogy and Petrology* 58, 197–214. https://doi.org/10.1007/bf01172096
- KLÖTZLI, U., BUDA, GY. & SKIÖLD, T. 2004: Zircon typology, geochronology and whole rock Sr-Nd isotope systematics of the Mecsek Mountain granitoids in the Tisia Terrane (Hungary). — *Mineralogy and Petrology* 81, 113–134. https://doi.org/10.1007/s00710-003-0026-0
- KOROKNAI, B., GERDES, A., KIRÁLY, E. & MAROS, GY. 2010: New U–Pb and Lu-Hf isotopic constraints on the age and origin of the Mórágy Granite (Mecsek Mountains, South Hungary). — IMA 20<sup>th</sup> General Meeting, 21–27 August, Budapest, Hungary, Abstracts, p. 506.
- KOVÁCS, S., SZEDERKÉNYI, T., HAAS, J., BUDA, GY., CSÁSZÁR, G. & NAGYMAROSI, A. 2000: Tectonostratigraphic terranes in the pre-Neogene basement of the Hungarian part of the Pannonian area. — Acta Geologica Hungarica 43, 225–328.
- NAKAMORI, F., OHISHI Y., MUTA, H., KUROSAKI, K., FUKUMOTO, K., YAMANAKA, S. 2017: Mechanical and thermal properties of ZrSiO<sub>4</sub>. — Journal of Nuclear Science and Technology [Internet]. Informa UK Limited; 2017 Aug 17; 54/11, 1267–73. http://dx.doi.org/ 10.1080/00223131.2017.1359117
- NASDALA, L., IRMER, G. & WOLF, D. 1995: The degree of metamictization in zircon: a Raman spectroscopic study. *European Journal of Mineralogy* **7**, 471–478. https://doi.org/10.1127/ejm/7/3/0471
- NASDALA, L., PIDGEON, R.T., WOLF, D. & IRMER, G. 1998: Metamictization and U–Pb isotopic discordance in single zircons: a combined Raman microprobe and SHRIMP ion probe study. *Mineralogy and Petrology* **62**, 1–27 https://doi.org/10.1007/bf01173760
- NASDALA, L., KRONZ, A., HANCHAR, J.M., TICHOMIROWA, M., DAVIS, D.D. & HOFMEISTER, W. 2006: Effects of natural radiation damage on back-scattered electron images of single-crystals of minerals. — *American Mineralogist* 91, 1738–1746. https://doi.org/10.2138/ am.2006.2241
- NUTMAN, A. P., MACIEJOWSKI, R. & WAN, Y. 2014: Protoliths of enigmatic Archaean gneisses established From zircon inclusion studies: case study of the Caozhuang quartzite, E. Hebei, China. *Geoscience Frontiers* 5, 445–455. https://doi.org/10.1016/j.gsf.2013.10.001
- PUPIN, J.P. 1980: Zircon and granite petrology. Contributions to Mineralogy and Petrology Journal 73, 207–220. https://doi.org/ 10.1007/bf00381441
- PUTNIS, A. 2009: Mineral replacement reactions. In: PUTIRKA, K. D. & TEPLEY, F. J. (eds): Minerals, inclusions and volcanic processes. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry* **70**, 87–124. https://doi.org/10.2138/rmg.2009.70.3
- VALLEY, J.W. 2003: Oxygen isotopes in zircon. In: HANCHAR, J. M. & HOSKIN, P. W. O. (eds): Zircon. Mineralogical Society of America and Geochemical Society, *Reviews in Mineralogy and Geochemistry* 53, 343–385. https://doi.org/10.1515/9781501509322-016
- WENZEL, T., MERTZ, D. F., OBERHANSLI, R., BECKER, T. & RENNE, P. R. 1997: Age, geodynamic setting, and mantle enrichment processes of a K-rich intrusion from the Meissen massif (northern Bohemian massif) and implications for related occurrences from the mid-European Hercynian. — *Geologische Rundschau* 86/3, 556–570. https://doi.org/10.1007/s005310050163

Kézirat beérkezett: 2019.03.20.