



**VNiVERSIDAD  
D SALAMANCA**

CAMPUS OF INTERNATIONAL EXCELLENCE

FACULTAD DE CIENCIAS

Departamento de Geología

ESTUDIO CUANTITATIVO DE LA TEXTURA EN  
TECTONITAS MEDIANTE DIFRACCIÓN.  
CONTRIBUCIÓN A LA ANISOTROPÍA SÍSMICA Y  
REOLOGÍA OROGÉNICA

QUANTITATIVE STUDY OF TEXTURE IN  
TECTONITES BY DIFFRACTION.  
CONTRIBUTION TO SEISMIC ANISOTROPY AND  
OROGENIC RHEOLOGY

José Manuel Benítez Pérez

Julio 2017





**VNiVERSiDAD  
D SALAMANCA**

CAMPUS OF INTERNATIONAL EXCELLENCE

FACULTAD DE CIENCIAS

Departamento de Geología

ESTUDIO CUANTITATIVO DE LA TEXTURA EN  
TECTONITAS MEDIANTE DIFRACCIÓN.  
CONTRIBUCIÓN A LA ANISOTROPÍA SÍSMICA Y  
REOLOGÍA OROGÉNICA

QUANTITATIVE STUDY OF TEXTURE IN  
TECTONITES BY DIFFRACTION.  
CONTRIBUTION TO SEISMIC ANISOTROPY AND  
OROGENIC RHEOLOGY

Memoria presentada de acuerdo con los requisitos de la Universidad de Salamanca  
para optar al Grado de Doctor en Geología por

**José Manuel Benítez Pérez**

DIRECTORES

Juan Gómez Barreiro  
*Prof. Contratado Doctor*

José Ramón Martínez Catalán  
*Catedrático de Geología*

Antonio M. Álvarez Valero  
*Prof. Contratado Doctor*

Pedro Castiñeiras García  
*Prof. Contratado Doctor*



Dr. D. **Juan Gómez Barreiro**, Profesor Contratado Doctor en el Departamento de Geología de la Universidad de Salamanca,

Dr. D. **José Ramón Martínez Catalán**, Catedrático en el Departamento de Geología de la Universidad de Salamanca,

Dr. D. **Antonio Miguel Álvarez Valero**, Profesor Contratado Doctor en el Departamento de Geología de la Universidad de Salamanca,

Dr. D. **Pedro Castiñeiras García**, Profesor Contratado Doctor en el Departamento de Petrología y Geoquímica de la Universidad Complutense de Madrid,

HACEN CONSTAR:

Que D. José Manuel Benítez Pérez, ha realizado bajo nuestra dirección el trabajo de investigación y la memoria de la tesis doctoral que lleva por título "Estudio cuantitativo de la textura en tectonitas mediante difracción. Contribución a la anisotropía sísmica y reología orogénica". "Quantitative study of texture in tectonites by diffraction. Contribution to seismic anisotropy and orogenic rheology", con el fin de obtener el grado de Doctor por la Universidad de Salamanca.

Como directores del trabajo, autorizamos la presentación del mismo, al considerar que se han alcanzado los objetivos marcados.

Y para que surta los efectos oportunos, firmamos el presente en Salamanca a 13 de Julio de 2017.

Fdo. Juan Gómez Barreiro

Fdo. José Ramón Martínez Catalán

Fdo. Antonio Miguel Álvarez Valero

Fdo. Pedro Castiñeiras García



Mediante la defensa de esta memoria se pretende optar a la obtención de la mención de “Doctor Internacional”, habida cuenta que el doctorando reúne los requisitos exigidos para tal mención de acuerdo con los Real Decreto 1393/2007 y 99/2011:

1. La memoria cuenta con los informes favorables de dos expertos doctores pertenecientes a alguna institución de educación superior o instituto de investigación no española.
2. El Tribunal evaluador de la tesis está compuesto al menos por un miembro de un centro de Enseñanza Superior o Instituto de Investigación de un Estado distinto de España, con el título de doctor, y distinto de los responsables de las estancias formativas.
3. Parte de esta memoria, resumen y conclusiones, se ha redactado y se presentará en castellano e inglés, por ser una de las lenguas habituales en la comunicación científica.
4. El doctorando ha realizado una estancia formativa, cursando estudios y realizando trabajos de investigación en las instalaciones del departamento de Earth and Planetary Science de la Universidad de California en Berkeley (EEUU). Cumpliendo un total de cinco meses en otras instituciones de enseñanza superior fuera de España.

Además ha realizado una serie de experimentos en centros de investigación de reconocido prestigio, como son Los Alamos Neutron Science Center (LANSCE, Los Álamos, EEUU), Universidad de Liverpool (Reino Unido), Instituto Laue-Langevin (ILL, Francia) y ALBA Synchrotron Light Facility (Barcelona, España).



La financiación de este trabajo y la memoria que lo engloba fue proporcionada por los proyectos de investigación CGL2011-22728 y CGL2016-78560-P del Ministerio de Economía, Industria y Competitividad, como parte del Programa Nacional de Proyectos en Investigación Fundamental, así como mediante el disfrute de una beca de investigación dentro del subprograma de Formación de Profesional investigador 2013-2016 (BES-2012-059893), del Ministerio de Economía y Competitividad.

Asimismo, la elaboración de este trabajo ha sido posible gracias al acceso a centros de investigación y a la ayuda tanto de investigadores como de técnicos:

- HIPPO-LANSCE: Sven Vogel (LC-2013-4962-A, 20091039\_S2080, SO\_434, S0899\_2006046).
- D1B-ILL: B. Ouladdiaf (No. 1-02-163).
- University of California at Berkeley: Prof. Hans-Rudolf Wenk (Ayudas estancias breves FPI2012- Formación de Profesional investigador).
- LANSCE Neutron School 2014 (U.S Department of Energy).
- University of Liverpool: Dra. Elisabetta Mariani (Ayuda estancias breves USAL).
- MSPD-ALBA CELLS: Dr. Oriol Vallcorba Valls (2014071036).
- CLPU: José Antonio Pérez (00048-0501/ 00048-0502/ 00048-0503).

Al igual, algunos desarrollos técnicos de los experimentos fueron posibles gracias a la Fundación Memoria D. Samuel Solórzano Barruso (FS-14/2014- YB6L/463AC06)



# AGRADECIMIENTOS

## ACKNOWLEDGEMENTS





*Estoy en deuda con mi tutor de tesis, Dr. Juan Gómez Barreiro, por guiarme a lo largo de esta investigación, por su interés, apoyo y discusión, que han sido fundamentales a lo largo de este doctorado y en la realización de esta memoria. Nada de esto hubiese sido posible sin la inestimable colaboración de Dr. Antonio Álvarez Valero por intentar transmitirme su experiencia y entusiasmo por la petrología metamórfica, y por qué no, sobre ciclismo. Quiero agradecer al Dr. José Ramón Martínez Catalán, su ayuda, correcciones y por cederme parte de su admirable sabiduría sobre la Unidad de Sobrado. Al Dr. Pedro Castiñeiras García por su disposición, por salvarme en el tiempo de descuento con la geocronología, y por aquellos maravillosos días de campo en Galicia perdidos "behind the tojo".*

*Gracias a todos los miembros del área de Geodinámica Interna del departamento de Geología de la Universidad de Salamanca, en especial a la Dra. Puy Ayarza Arribas, por enganarme a empezar esto que ahora estoy acabando.*

*Mi más sincera gratitud al Prof. Dr. Rudy Wenk por la incalculable ayuda desde el primer hasta el último día en el departamento Earth and Planetary Sciences de la Universidad de Berkeley, por su increíble dedicación a la ciencia, que inspira a cualquiera, y por enseñarme todos los entresijos de la difracción neutrónica. A Eloísa Zepeda-Alarcón por su apoyo durante todo el tiempo que pasamos en Berkeley y por enseñarme como se vive en el Bay Area.*

*Asimismo, me gustaría agradecer a la Dra. Betty Mariani por acogerme en Liverpool y brindarme la oportunidad de realizar una estancia con su genial grupo, además de su consejo y asesoramiento con el SEM-EBSD. A Joe Gardner, Mike Allen y todos los doctorandos de geología de la Univ. de Liverpool por su alegría y haber compartido tanto los momentos buenos como los que no fueron tanto.*

*Ha sido un honor tener la oportunidad de aprender y trabajar con los técnicos, expertos y colaboradores de centros de investigación como LANSCE (Sven Vogel), ILL (O.Ouladialf y Michelle Zucali) y ALBA (Oriol Vallcorba Valls).*

*Quisiera agradecer a mi compañera de despacho, Manuela, por su ayuda, consejos y todos los buenos ratos que hemos pasado. A los Luisetes, a las chicas de Paleo por sus pacharanadas y largas horas de café. No puede faltar mi reconocimiento a Javi "punky", mi compañero de descansos, por su apoyo, charlas varias y litros de zumo, sin los cuales esta etapa hubiese sido mucho más dura.*

*Por supuesto, no podría olvidarme de la gente que siempre está a mi lado. A los amigos del pueblo (Franky, Cristina, Elena, Marta, Mercedes...), a los colegas repartidos por el mundo (Sonia, Marisa, Judit) y en especial a Noemí, mi inseparable compañera, quién siempre me dio fuerzas para continuar, quién hizo que la vuelta a Salamanca fuese más fácil y quién ha sido el principal soporte durante estos años.*

*En último lugar, y no por ello menos importante, a mi padre, José, a mi madre, Manuela, y mi hermana, Aurora, gracias por confiar en mí y apoyarme en todo momento para seguir adelante.*

*En fin muchas gracias a todas las personas que se han cruzado en mi camino por medio mundo en estos cuatro años y que de una manera u otra han participado en este trabajo o simplemente han hecho mejorar mi perspectiva de la vida, porque sin ellos no habría sido posible.*



*"No puedes controlar todos los eventos que te sucedan,  
pero puedes decidir que no te empequeñezcan."*  
Maya Angelou, 1928-2014

*"La cosa más auténtica sobre nosotros  
es nuestra capacidad de crear, de sobreponernos,  
de perdurar, de transformar, de amar."*  
Ben Okri, 1959



# RESUMEN

ABSTRACT



## Abstract

The aim of this work is to expand our knowledge about the rheology of the lithosphere. The quantitative analysis of texture, or crystallographic preferred orientation, of mineral aggregates, deformed under high-P and high-T conditions, is relevant in order to understand seismic anisotropy.

From an experimental point of view we compared several techniques for texture analysis, including neutron diffraction and EBSD-SEM. Several samples have been collected from the high-T/high-P Sobrado unit. This unit belongs to the Upper allochthon in the Órdenes Complex (NW Spain). Texture and microstructure were analysed in several amphibolites, basic and pelitic granulites and eclogites. The collected segment corresponds approximately to a lithospheric volume between 20-50 km, as those developed in orogenic contexts. Texture was used to calculate elastic properties of polycrystalline aggregates, building up reflectivity models per each lithotype across the Sobrado unit. These models could be used to interpret geophysical data not only in lithological, but also in deformation state terms.

The analyses of deformation fabrics are important to understand the kinematics and the geometry of the deformative flow. From a regional perspective those findings help us to improve the correlation of units across the Variscan orogeny and define the transport direction within. Overall, our results correlate well with those observed in similar units in the Cabo Ortegal complex (NW Iberia). Besides we have explored deformation mechanism and rheology.

It has been conducted for the first time U-Pb dating and REE analysis by LASS-ICP-MS on paragneisses and amphibolites from the intermediate and upper slice of the Sobrado unit. A minimum Devonian age was obtained for high-P granulite facies metamorphism from zircon and monazite in paragneisses. Maximum deposition age was established. Inherited zircon population points to a West African craton provenance. Exhumation under amphibolite facies conditions was constrained by U-Pb dating on titanites from upper slice ultramylonitic amphibolites.

The interaction of partial melting and deformation at the microscale was explored in selected samples of migmatitic paragneisses from the intermediate slice in the Sobrado unit. Petrographic analysis and conventional thermobarometry depicted a two-stage evolution: A) a melt-production stage, and B) a melt-crystallization stage. With the balance of mineral reaction % of melt was estimated. As a consequence, strain partitioning was widespread at different scales, and the melting-crystallization-deformation interaction determined the mechanical behaviour of minerals. Preferred melt segregation and gneissic banding was driven by heterogeneous strain accommodation. Texture analysis was carried on by neutron diffraction (D1B-ILL and HIPPO-LANSCE), showing patterns coherent with high-P and high-T conditions. Deformation flow was determined. Elastic properties calculated after texture show that quartz texture dominates the seismic response of the aggregate. A good correlation exists between our models and previous ultrasonic analysis.

An EBSD-SEM analysis was conducted on several amphibolites from the upper slice of Sobrado unit. Textural data from foliated metagabbros, high-T amphibolites and fine-grained amphibolites (mylonite-ultramylonite), were fully refined with software MTEX and Channel 5. Both methods returned similar and consistent results. Synkinematic retrogression under amphibolite facies conditions resulted in an increase of amphibole after pyroxene, and an effective grain-size reduction. Overall kinematics was estimated.

The dynamic recrystallization of pyroxene into amphibole has been explored. First, a progressive misorientation in granulitic pyroxene grains resulted in grain size reduction by subgrain rotation, and finally recrystallized grains were transformed into amphibole. Amphibole

and pyroxene, share the principal slip system. As deformation progressed, amphibole slip system switched. To date this system has been observed in deformation experiment, in connection with and increase on flow stress. Modelling of seismic properties in our amphibolites suggests that the change has a drastic impact on the seismic waves propagation. As a consequence, this textural change may allow detecting variations in depth. Plagioclase shows dynamic recrystallization features.

Texture and microstructure of basic granulites from upper an intermediate slice, and eclogites from the lower slice of Sobrado unit have been analysed with neutron diffraction. Evidences indicate a high-P high-T fabric is preserved. Depending on sample, pyroxene shows different slip systems. Retrogression of eclogites resulted in pyroxene substitution by hornblende. Besides a weak but consistent garnet texture is present which correlates with microstructure evidences of ductile behaviour. In granulites, plagioclase shows an intensive dynamic recrystallization through grain boundary migration and subgrain rotation, with activation of several slip systems. The cooperation of diffusion and dislocation creep cannot be ruled out. Seismic properties of both basic granulites and eclogites depend on pyroxene fabric, modulated by modal proportion of retrograde minerals (e.g. amphibole) in eclogites, and plagioclase texture in granulites. Those interactions result in a relatively low seismic anisotropy. Granulite-eclogite boundary could be detectable in terms of reflectivity, while the impedance contrast between eclogite and partially retrogressed eclogite is not enough to be observed in a seismic reflection experiment.

## Resumen

Este trabajo pretende ampliar el conocimiento actual de la reología de la litosfera, investigando los factores y mecanismos de deformación implicados en el desarrollo de la orientación preferente cristalográfica (CPO), o textura, de los minerales en agregados deformados a alta presión y alta temperatura. A su vez, se persigue cuantificar la relación e influencia de la textura en las propiedades sísmicas de estas litologías.

Desde un punto de vista experimental se comparan diversas técnicas de análisis textural, como son la difracción de neutrones y la difracción de electrones retrodispersados (EBSD-SEM). Se seleccionaron diversas muestras de la unidad de Sobrado, perteneciente al alóctono superior de alta P y alta T, en el Complejo de Órdenes (NW España). En ellas se busca correlacionar textura y microestructura de anfibolitas, granulitas básicas y pelíticas, y eclogitas, con las propiedades elásticas, velocidades y anisotropías sísmicas. De este modo se busca caracterizar un análogo de litosferas actuales entre 20 y 50 km de profundidad aproximadamente. Dichos datos son la base de un modelo de reflectividades general para la sección compuesta de la unidad de Sobrado, sirviendo para interpretar en términos litológicos y deformativos observables geofísicos actuales.

Por otro lado, el estudio de las fábricas permite discutir en el contexto regional la cinemática y geometría del flujo deformativo, resultando un cizallamiento general con partición de la deformación entre las diferentes litologías, y un sentido de cizalla del bloque de techo hacia el NNE, aproximadamente, correlacionado con unidades similares del complejo de Cabo Ortegal (NW Iberia). Además se ha avanzado en la comprensión de los mecanismos de deformación en condiciones de alto grado y en sus implicaciones reológicas.

Por primera vez, se ha realizado una datación U-Pb de los paragneises migmatíticos de alta P y alta T mediante LASS-ICP-MS, analizando simultáneamente las tierras raras (REE), obteniéndose una edad mínima Devónica para el metamorfismo de alta presión. Herencias compatibles con un área fuente situada en el cratón oeste africano. La edad máxima de sedimentación se ha establecido. Se analizaron también titanitas de anfibolitas ultramiloníticas de la lámina superior, con el fin de constreñir la etapa exhumativa.

Los paragneises migmatíticos de la escama intermedia de la unidad de Sobrado han sido seleccionados para examinar la influencia de la anatexia en la deformación. La integración de datos petrológicas, microestructurales y termobarométricos ha permitido acotar una trayectoria exhumativa en dos etapas: A) una etapa de producción de fundido, y B) etapa de cristalización del mismo. El balance de reacciones permite estimar el % de fundido que dio lugar no solo a la partición de la deformación en la roca a escala microestructural. La coexistencia de segregación preferente del fundido, desarrollo de un bandeado gnéisico y progresiva acumulación de deformación plástica queda reflejado en los resultados de textura y microestructura. La textura obtenida mediante difracción de neutrones (D1B-ILL y HIPPO-LANSCE), muestra patrones compatibles con deformación a AP-AT y con un sentido de la cizalla general. En estas rocas, las propiedades elásticas, en ausencia de un volumen significativo de filosilicatos, dependen fundamentalmente de la textura del cuarzo. El modelo de velocidades es compatible con estudios previos de laboratorio.

El estudio de las metabasitas de la lámina superior permitió diferenciar tres litotipos generales: metagabros coroníticos foliados, anfibolitas de alta temperatura y anfibolitas de grano fino y naturaleza milonítica-ultramilonítica. Se realizó un análisis de EBSD-SEM, implementando el procesado de datos en los programas MTEX y Channel 5. La comparación de ambos programas reveló una gran consistencia de los resultados en todos los casos. La evolución metamórfica está ligada a la deformación, con un progresivo aumento del anfíbol a expensas del piroxeno, la reducción del tamaño de grano y el desarrollo de microestructuras

compatibles con la deformación a alta T y presiones intermedias. La cinemática general es de movimiento del bloque de techo hacia el NNE, coincidiendo con las observaciones realizadas en el campo.

Se ha estudiado localmente el proceso de transformación dinámica del piroxeno en anfíbol, verificándose inicialmente la recristalización dinámica del piroxeno, por un incremento progresivo de la desorientación y rotación de subgranos, para en una segunda etapa transformarse anfíbol. Ambas fases comparten su sistema de deslizamiento dominante. Cabe destacar que con el aumento de la deformación, y probablemente el flujo de esfuerzos, se produce un cambio del sistema de deslizamiento en el anfíbol. Este cambio es relevante, pues el anfíbol es una fase determinante en la anisotropía de la litosfera. La modelización de las propiedades sísmicas revela un impacto significativo de este cambio en las propiedades de transmisión de las ondas sísmicas. Este cambio en la textura puede permitir detectar cambios en el interior de la tierra y dar una interpretación alternativa a contextos geodinámicos complejos. La plagioclasa acomoda la deformación mediante creep de dislocaciones con recristalización dinámica.

Las microestructuras y texturas presentadas en las granulitas básicas de la lámina superior e intermedia, así como de las eclogitas de la lámina inferior muestran texturas compatibles con condiciones deformativas de alta temperatura y presión. El clinopiroxeno muestra distintos sistemas de deslizamiento activos dependiendo de las condiciones metamórficas. Por otro lado se observa una fábrica débil, pero consistente del granate, coherente con las evidencias de deformación dúctil a escala de grano. En las granulitas, la plagioclasa sufre una recristalización dinámica por movilidad de los límites de grano y rotación de subgranos, con la activación de varios sistema de deslizamiento. Aunque no se descarta la cooperación del deslizamiento de granos y la difusión. En ambos casos el piroxeno domina la respuesta elástica del agregado, modulado por la abundancia de fases retrógradas (e.g. anfíbol) en el caso de la eclogita, y la textura de la plagioclasa en el caso de las granulitas que interfiere de manera destructiva con el piroxeno. Esto se refleja claramente en la relativa baja anisotropía sísmica de ambas rocas. En términos de reflectividad el límite granulita-eclogita es visible, mientras que el contraste de impedancia entre la eclogita y la eclogita parcialmente retrogradada no es suficiente para ser detectado en un experimento de sísmica de reflexión.

# ÍNDICE

## TABLE OF CONTENTS



i.	Agradecimientos	
ii.	Epígrafe	
iii.	Abstract/Resumen	
<b>1.</b>	<b>Introducción y objetivos</b>	<b>1</b>
1.1.	Introducción y objetivos	3
1.2.	Estructura de la tesis	4
<b>2.</b>	<b>Fundamentos teóricos de análisis estructural</b>	<b>7</b>
2.1.	Deformación de la corteza terrestre	9
2.2.	Desarrollo de la orientación cristalográfica preferente	9
2.2.1.	Definición de orientación cristalográfica preferente	10
2.2.2.	Representación de la orientación cristalográfica preferente	10
2.2.2.1.	Función de distribución de la orientación (ODF)	10
2.2.2.2.	Figura de polos	12
2.2.2.3.	Figura de polos inversa	13
2.3.	Mecanismos de deformación	14
2.3.1.	Creep de dislocaciones	14
2.3.1.1.	Medida de las dislocaciones (Ley de Schmid)	15
2.3.1.2.	Influencia de la recristalización	17
2.3.2.	Creep por difusión	17
2.3.3.	Regímenes de la deformación	18
2.4.	Principales minerales analizados en este estudio	19
2.4.1.	Cuarzo	20
2.4.1.1.	Flujo de dislocaciones y desarrollo de la textura en el cuarzo	21
2.4.1.2.	Influencia de la temperatura sobre el desarrollo de la textura en el cuarzo	23
2.4.1.3.	Tipo de flujo y desarrollo de la textura en el cuarzo	23
2.4.1.4.	Deformación interna ( <i>strain</i> ) y desarrollo de la textura en el cuarzo	24
2.4.1.5.	Recristalización dinámica y desarrollo de la textura en el cuarzo	25
2.4.1.6.	Influencia del agua en la formación de la textura	27
2.4.1.7.	Macla del delfinado	27
2.4.2.	Plagioclasa (andesina)	27
2.4.3.	Granate	28
2.4.4.	Anfibol (hornblenda)	28
2.4.5.	Clinopiroxeno	29
2.4.6.	Feldespato potásico (ortoclasa)	29
2.5.	Propiedades elásticas	30
2.5.1.	Medida de la elasticidad	30
2.5.2.	Constantes elásticas	30
2.5.3.	Cálculo de las propiedades elásticas de un agregado cristalino	32
2.5.4.	Anisotropía sísmica	34
2.5.5.	Implicaciones macroscópicas	35
<b>3.</b>	<b>Metodología</b>	<b>37</b>
3.1.	Naturaleza de la onda y dispersión de Bragg	39
3.1.1.	Geometría de la difracción	39
3.1.2.	Representación de la difracción	40
3.1.3.	Cálculo de la longitud de onda	41
3.2.	Interacción de los neutrones con la materia	42
3.2.1.	Propiedades y aplicaciones	42
3.2.2.	Generación de neutrones	44
3.2.2.1.	Fisión nuclear en ILL	44

3.2.2.2.	Fuentes de espalación en LANSCE	45
3.2.3.	Moderación neutrónica	45
3.2.4.	Detección de neutrones	46
3.2.5.	Configuración experimental	47
3.2.5.1.	Difracción neutrónica monocromática	47
3.2.5.1.1.	Diffractómetro D1B	47
3.2.5.2.	Difracción neutrónica policromática	48
3.2.5.2.1.	Diffractómetro HIPPO	49
3.2.5.3.	Comparación de la resolución espacial entre difractómetros	50
3.2.6.	Preparación de muestras	51
3.3.	Análisis de datos	52
3.3.1.	Análisis combinado	52
3.3.1.1.	Valor de fondo ( <i>background</i> )	53
3.3.1.2.	Factor escalar	53
3.3.1.3.	Factor de polarización de Lorentz	54
3.3.1.4.	Factor de estructura ( <i>structure factor</i> )	54
3.3.1.5.	Factor de forma ( <i>shape function</i> )	55
3.3.1.6.	Factor de textura u orientación preferente	56
3.3.1.7.	Factor de absorción	57
3.3.2.	Calidad del refinamiento	57
3.3.3.	Cuantificación textural	58
3.3.4.	Cálculo de velocidades y anisotropías	62
3.3.4.1.	Cálculo de las propiedades elásticas del monocristal	62
3.3.4.2.	Cálculo de las propiedades elásticas de una fase (policristales)	63
3.3.4.3.	Cálculo de las propiedades elásticas del agregado polifásico	64
3.4.	Difracción de electrones retrodispersados	65
3.4.1.	Formación de los patrones de Kikuchi	65
3.4.2.	Configuración experimental	67
3.4.3.	Preparación de muestras	68
3.4.3.1.	Procedimiento de corte	68
3.4.3.2.	Procedimiento de pulido	69
3.4.3.3.	Procedimiento de revestimiento	70
3.4.4.	Adquisición de datos de difracción de electrones retrodispersados	70
3.4.4.1.	Calibración	70
3.4.4.2.	Substracción del valor de fondo ( <i>background</i> )	71
3.4.4.3.	Identificación mineral	72
3.4.4.4.	Indexado	72
3.4.4.5.	Calidad de los análisis	73
3.5.	Análisis de datos en EBSD	74
3.5.1.	Presentación de los resultados	74
3.5.2.	Suavizado	76
3.5.3.	Cuantificación textural	79
3.5.3.1.	Cálculo de la función de distribución de orientaciones (ODF)	79
3.5.4.	Análisis de la desorientación	80
3.5.4.1.	Concepción teórica y geometría básica de la desorientación	81
3.5.4.2.	Representación de la desorientación	81
3.5.4.3.	Significado de la desorientación de un agregado policristalino	83
3.5.5.	Cálculo de velocidades y anisotropías	84
3.5.5.1.	Importación de las propiedades elásticas del monocristal	85
3.5.5.2.	Cálculo de las propiedades elásticas del policristal	85

3.5.5.3.	Cálculo de las propiedades elásticas del agregado polifásico	87
3.6.	Química Mineral	88
3.7.	Geocronología	88
3.7.1.	Instrumentación y análisis	88
3.7.2.	Preparación de las muestras	89
	Anexo	90
<b>4.</b>	<b>Paragneises migmatíticos de alta presión: Textura y evolución metamórfica</b>	91
4.1.	Introducción	93
4.2.	Contexto geológico	93
4.3.	Descripción de las muestras	96
4.4.	Metodología	97
4.4.1.	Análisis microestructural	97
4.4.2.	Análisis textural	98
4.4.2.1.	Difracción neutrónica	98
4.4.2.2.	Análisis cuantitativo de la textura	99
4.4.2.3.	Propiedades elásticas	102
4.4.2.4.	Análisis de química mineral	102
4.4.2.4.1.	Balance de reacciones	102
4.4.2.4.2.	Análisis geotermobarométrico	103
4.5.	Resultados	103
4.5.1.	Microestructura	103
4.5.2.	Textura	107
4.5.3.	Química mineral	110
4.5.4.	Balance de reacciones	111
4.5.5.	Geotermobarometría	112
4.5.5.1.	TWEEQ	112
4.5.5.2.	Geotermómetros	113
4.5.5.3.	Geobarómetros	113
4.5.6.	Propiedades elásticas y anisotropías sísmicas	114
4.6.	Discusión	120
4.6.1.	Evolución y condiciones de la deformación (P-T)	120
4.6.2.	Anatexia	121
4.6.3.	Interpretación de la orientación preferente y sistemas de deslizamiento	124
4.6.4.	Implicaciones regionales	127
4.6.5.	Respuesta sísmicas de los agregados	127
4.6.6.	Modelos sísmicos	128
4.6.6.1.	Recetas de roca	128
4.6.6.2.	Reflectividad	131
4.7.	Conclusiones	132
	Anexo	134
<b>5.</b>	<b>Análisis cuantitativo de la textura y la anisotropía sísmica en anfibolitas</b>	135
5.1.	Introducción	137
5.1.1.	Contexto geológico	137
5.2.	Metodología	141
5.2.1.	Textura y microestructura	141
5.2.2.	Propiedades elásticas	143
5.3.	Descripción de las muestras	144
5.4.	Fábrica de forma ( <i>Shape Preferred Orientation</i> , SPO)	147
5.5.	Textura ( <i>Crystallographic Preferred Orientation</i> , CPO)	152
5.5.1.	Desorientación	155

5.5.2.	Propiedades elásticas	157
5.6.	Evolución y discusión	160
5.6.1.	Mecanismos de deformación	160
5.6.2.	Propiedades sísmicas de los agregados	165
5.6.3.	Modelos sísmicos	168
5.6.3.1.	Recetas de roca	168
5.6.3.2.	Implicaciones sísmicas	171
5.6.3.3.	Reflectividad	171
5.7.	Conclusiones	173
	Anexo	174
<b>6.</b>	<b>Análisis cuantitativo de texturas en metabasitas de alta presión y alta temperatura: Implicaciones reológicas</b>	175
6.1.	Introducción	177
6.2.	Contexto geológico	178
6.3.	Descripción de las muestras	179
6.4.	Metodología	181
6.4.1.	Química mineral	181
6.4.2.	Análisis textural	182
6.4.3.	Propiedades elásticas	185
6.5.	Resultados y discusión	185
6.5.1.	Química mineral	185
6.5.2.	Textura	186
6.5.2.1.	Mecanismos de deformación	188
6.5.2.2.	Implicaciones regionales	191
6.5.3.	Respuesta sísmica	194
6.5.3.1.	Velocidades y anisotropías sísmicas de los monocristales	194
6.5.3.2.	Velocidades y anisotropías de los agregados	196
6.5.3.3.	Recetas de roca	198
6.5.3.4.	Reflectividad	201
6.6.	Conclusiones	203
<b>7.</b>	<b>Geocronología</b>	205
7.1.	Introducción	207
7.2.	Geocronómetros	207
7.2.1.	Titanita	207
7.2.2.	Monacita	208
7.2.3.	Circón	208
7.3.	Metodología	209
7.3.1.	Descripción de las muestras	209
7.3.2.	Preparación de las muestras	209
7.3.3.	Análisis	212
7.4.	Resultados	213
7.4.1.	Titanitas (anfíbolita)	213
7.4.2.	Monacitas (paragneis)	214
7.4.3.	U-Pb en circón (paragneis)	215
7.4.4.	REE en circón (paragneis)	216
7.4.5.	Discusión	218
7.5.	Interpretación	219
7.5.1.	Herencias	221
7.6.	Conclusiones	222
<b>8.</b>	<b>Conclusions/ Conclusiones</b>	229

**Bibliografía**

245



# CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

CHAPTER 1:  
INTRODUCTION AND AIMS





## 1.1. Introducción y objetivos

Este trabajo se centra principalmente en el objetivo de correlacionar la orientación cristalográfica preferente y microestructuras de diferentes rocas, fundamentalmente de granulitas metapelíticas y básicas, anfibolitas, y eclogitas, con la evolución termobarométrica y estructural de una sección litosférica compuesta por escamas de diferentes litologías deformadas dúctilmente. Para ello se han calculado las velocidades y anisotropías sísmicas de cada litotipo y de los modelos litológicos relevantes para la discusión. Para ello, se realizan varios análisis cuantitativos de fábricas deformativas, en las tres escamas que componen la unidad de Sobrado, perteneciente a las unidades superiores de alta P y alta T del Complejo Alóctono de Órdenes (NW de Iberia).

El análisis cuantitativo de las fábricas incluyó la medida de la orientación cristalográfica preferente en tectonitas, con el fin de caracterizar los mecanismos y condiciones de deformación, así como el comportamiento mecánico de los distintos litotipos. La determinación de la textura de los agregados policristalinos se puede calcular mediante diferentes técnicas de difracción. En nuestro caso combinamos la difracción neutrónica y la de electrones retrodispersados (EBSD-SEM). La primera es óptima para el análisis de volúmenes significativos de muestra, con tamaños relativamente grandes, requisito para obtener simulaciones de las propiedades físicas más consistentes. La segunda ofrece una información detallada de la topología de los granos y permite discriminar determinados mecanismos de deformación, correlacionando textura y microestructura. Con el fin de contrastar dos configuraciones experimentales distintas, los análisis de difracción neutrónica se realizaron en el Laboratorio Nacional de Los Álamos (EEUU) y en el Instituto Laue-Langevin (Francia).

La orientación cristalográfica preferente permite identificar de manera independiente la contribución de cada mineral a la microestructura y textura dentro del agregado policristalino que representa el conjunto global de la roca. La interpretación de la textura también proporciona información para constreñir los mecanismos de deformación dominantes para cada mineral. Además aporta información cinemática de gran valor regional, pues permite establecer los vectores de movimiento de masa durante la orogenia.

Para su comparación con otros estudios naturales o experimentales anteriormente publicados, necesitamos constreñir las condiciones de deformación, principalmente presión y temperatura, alcanzadas en nuestras rocas. Por ello, de manera paralela se han realizado estudios de química mineral para caracterizar la evolución de las fábricas estudiadas y examinar el impacto de los cambios metamórficos. Esto requiere trabajar con equilibrios químicos y balances de masas basados en datos petrográficos y de microsonda electrónica. Deformación y metamorfismo son procesos simultáneos e interdependientes. La realización de un estudio microestructural detallado junto con un estudio termobarométrico nos brinda la oportunidad de reconstruir la historia tectónica, dentro de un marco geológico regional, y conocer sus implicaciones geodinámicas.

Otro objetivo importante es el cálculo de las propiedades elásticas del agregado basadas en la orientación preferente y las propiedades elásticas de los minerales constituyentes. Se obtuvo la distribución de velocidades de las ondas de compresión ( $V_P$ ) y de cizalla ( $V_S$ ), así como la birrefringencia. A partir de estas se calculó la anisotropía sísmica ( $A_{VP}$ ), relevante para el estudio actual del interior de la Tierra. Esto nos proporciona la posibilidad de crear modelos teóricos, conocidos como recetas de rocas, a partir de términos reales para compararlos y discutirlos en un ámbito más global. De este modo, mejoraremos la interpretación de los datos sísmicos en términos no sólo litológicos, sino del estado de deformación.

La Unidad de Sobrado es un laboratorio natural, al contar con una secuencia de escamas de diferente composición, intensamente deformadas en condiciones metamórficas de alto grado y un contexto geodinámico relativamente bien estudiado. La alternancia de rocas félsicas y máficas ha sido descrita en la corteza media-inferior, pero en pocas ocasiones es posible evaluar las fábricas desarrolladas de manera simultánea en ambas litologías. Por otro lado, los procesos de fusión parcial y su relación con la deformación son poco conocidos, siendo los paragneises de Sobrado un excelente ejemplo para su estudio. Las anfibolitas están probablemente detrás de la anisotropía de la corteza inferior, pero la relación entre su fábrica y la anisotropía no está clara, explorándose aquí la transición entre granulitas y anfibolitas ultramiloníticas. Finalmente, la transición granulita-eclogita es controvertida, explorándose en este caso, las fábricas desarrolladas en ambas y su potencial distinción en términos de reflectividad sísmica.

De modo complementario se realizaron dataciones U-Pb mediante ablación laser (LASS-ICP). Con el fin de constreñir la etapa de exhumación y la edad del metamorfismo de alta presión se analizaron titanitas en las anfibolitas miloníticas de la escama superior de la Unidad de Sobrado, y monacitas y circones en los paragneises migmatíticos de alta P y alta T, de la escama intermedia. De manera simultánea se analizaron los contenidos en tierras raras (REE) que nos permiten discutir el significado de las mismas, al aportar un criterio para discriminar las paragénesis coetáneas con el crecimiento de las fases datadas. Este estudio permitirá completar el conocimiento geocronológico previo de estas unidades y delimitar la evolución tectonotermal.

## 1.2. Estructura de la Tesis

El presente volumen ha sido organizado de manera que los capítulos 2 y 3 recogen una discusión general desde el punto de vista teórico y experimental del estudio de la textura y microestructura, con especial énfasis en las técnicas de difracción. Los capítulos 4, 5, 6 y 7 abordan en detalle los casos presentados, estando en fase de redacción para ser enviados a revistas de científicas indexadas. El capítulo 8 recogen las conclusiones generales. A continuación se da un breve resumen de cada capítulo:

**Capítulo 2.** Este capítulo tiene como objetivo presentar los principales aspectos relacionados con la formación y desarrollo de las orientaciones cristalográficas. Asimismo, se presenta una revisión general de los principales mecanismos de deformación y sistemas de deslizamiento en los minerales analizados en este trabajo, así como los cálculos matemáticos necesarios para la determinación de las constantes elásticas del conjunto total de cada roca y sus diferentes fases, además de sus correspondientes velocidades y anisotropías sísmicas.

**Capítulo 3.** En el tercer capítulo, se puede distinguir una parte dedicada a los principales aspectos metodológicos de la difracción neutrónica y otra a la difracción de electrones retrodispersados (EBSD). Presenta una aproximación teórica de la interacción de los neutrones (patrones de difracción) y los electrones retrodispersados (patrones de Kikuchi) con la materia cristalina. Asimismo, ofrece una comparación entre los dos difractómetros de neutrones utilizados y las diferentes fuentes de generación de neutrones. Principalmente se centra en la explicación detallada del análisis de datos, para la determinación textural (ODF) y cálculo de las propiedades elásticas de las diferentes muestras, ya sea mediante la utilización del método combinado en neutrones o mediante el análisis de EBSD en Channel 5 o MTEX. Por último, se describe en detalle la preparación de muestras en ambos métodos. Asimismo, se hace una breve introducción a las técnicas utilizadas en la química mineral y la geocronología.

**Capítulo 4.** Paragneises migmatíticos de la escama intermedia. Análisis textural cuantitativo mediante difracción neutrónica de tiempo de vuelo (TOF) y monocromática. Análisis químico realizado mediante microsonda electrónica, balance de masas y equilibrios

metamórficos. Termobarometría convencional. Mecanismos de deformación en un contexto de fusión parcial. Cálculo de velocidades y anisotropías sísmicas a partir de los datos texturales. Modelos de reflectividad.

**Capítulo 5.** Análisis textural y microestructural mediante EBSD de la transición entre metagabros coroníticos (facies de las granulitas) y anfibolitas ultramiloníticas de la escama superior de la Unidad de Sobrado. Cálculo las propiedades sísmicas basadas en la textura y elaboración de modelos de variación de anisotropía en función del tipo de fábrica y composición mineral. Se explora el impacto en la interpretación de la anisotropía actual y un modelo de reflectividad para el caso de incidencia vertical.

**Capítulo 6.** Análisis textural mediante difracción neutrónica de tiempo de vuelo (TOF) de granulitas básicas (escama superior e intermedia), y eclogitas (escama inferior) de la unidad de Sobrado. Se investigan los mecanismos de deformación dominantes y los factores que controla la anisotropía sísmica en dichas rocas.

**Capítulo 7.** Dataciones U-Pb y REE mediante ablación laser (LASS-ICP-MS) en titanitas las anfibolitas miloníticas de la escama superior, y monacitas y circones en los paragneises migmatíticos de la escama intermedia. Discusión de la edad del metamorfismo de alta presión, procedencias y edad de la exhumación.

**Capítulo 8.** Conclusiones.



# CAPÍTULO 2: FUNDAMENTOS TEÓRICOS DE ANÁLISIS ESTRUCTURAL

CHAPTER 2:  
THEORETICAL APPROACH OF  
STRUCTURAL ANALYSIS



## 2.1. Deformación de la corteza terrestre

La deformación en la corteza terrestre es acomodada fundamentalmente mediante un flujo frágil o dúctil. A bajas presiones y temperaturas el esfuerzo se libera a través de deslizamientos en planos de falla, provocando terremotos. Si se mantienen las bajas temperaturas o existe una tasa de deformación interna alta, se puede llegar a observar un flujo cataclástico. A mayores profundidades, debajo de la zona sismogénica, las temperaturas son suficientemente altas como para que la deformación de la corteza sea dominada por un flujo dúctil continuo (Ramsay, 1980). La transición frágil-dúctil depende de la composición de las rocas afectadas. Experimentalmente, el inicio de la plasticidad en el cuarzo ocurre al atravesar la isoterma de 300 °C, mientras que para el feldespato no ocurre hasta la isoterma de 550 °C (Tullis y Yund, 1977).

Se denomina reología al comportamiento de las rocas ante los esfuerzos. Su conocimiento es fundamental para comprender la evolución y dinámica de la Tierra, si bien no existe un consenso en torno a la reología de la litosfera. Bürgmann y Dresen, (2008) presentaron varios modelos, que relacionaron con análogos gastronómicos, a partir de datos experimentales de mecánica de rocas, estudios de zonas de cizalla exhumadas y observaciones geodésicas disponibles (Fig. 2.1). El primer modelo, conocido como sándwich de gelatina (*jelly sandwich*), propone una corteza superior elástica, un manto superior viscoso, y una corteza inferior viscosa débil entre ellas. Los mecanismos de deformación que operan en esas capas cambian gradualmente dentro de una amplia gama de temperaturas. Este modelo es incompatible con estimaciones de altas temperaturas y contenidos de agua en el manto, ya que podrían causar debilitamiento (Jackson, 2002). El siguiente análogo fue apodado crema catalana (*crème brûlée*) y en él, el mayor esfuerzo de la litosfera continental sería soportado por la corteza superior sismogénica (Burov y Watts, 2006). El modelo final, basado en observaciones a lo largo de los límites de las placas, en regiones de grandes fallas corticales y sus zonas de cizalla asociadas, se conoce como *banana split*. La presión de fluidos, la orientación de esfuerzos, los datos de flujo de calor y las propiedades de fricción de las rocas de falla se utilizan para explicar la debilidad de las fallas en los límites de placas, como ocurre en la falla de San Andrés (Bos y Spiers, 2002; Lockner et al., 2011). En el régimen viscoso, que se encuentra por debajo de las grandes fallas corticales, la reducción del tamaño del grano por recristalización dinámica, el calentamiento por cizalla, los cambios de fase y el desarrollo de una textura u orientación preferente en las rocas conduce a un debilitamiento de las zonas de cizalla (Muto et al., 2011; Poirier, 1980).

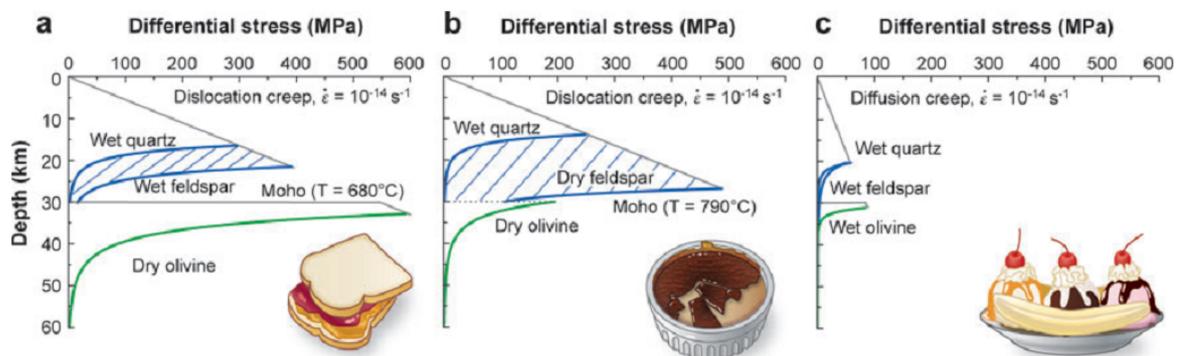


Figura 2.1. Los tres modelos esquemáticos para la reología de la corteza propuestos por Bürgmann & Dresen (2008).

## 2.2. Desarrollo de la orientación cristalográfica preferente

La mayor parte de los sólidos cristalinos naturales o artificiales, son agregados policristalinos, que pueden corresponder a una o varias fases minerales. A su vez cada grano

crystalino suele presentar diferentes dominios cristalinos elementales llamados cristalitos (*crystallites*) (Fig. 2.2). Estos cristalitos, desde el punto de vista de la difracción de las ondas electromagnéticas, son dominios tridimensionales que propagan una onda incidente de una manera coherente y sin pérdida de fase (Chateigner, 2010)..

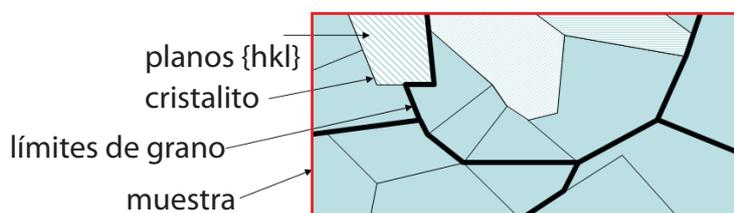


Figura 2.2. Definición gráfica de límites de granos (negrita), cristalitos (*crystallites*; zonas sombreadas) y planos cristalográficos (líneas sombreadas) en un agregado policristalino. Extraído de (Chateigner, 2010).

Un agregado en polvo (*powder*) siempre es un agregado policristalino. Un agregado en polvo ideal se compone de un gran número de monocristales (*single crystals*), por lo menos de varias decenas de miles, en un estado cristalino perfecto, sin microdistorsiones o cualquier otro defecto, y que exhibe un tamaño y distribución de forma unimodal.

### 2.2.1 Definición de orientación cristalográfica preferente

Durante un proceso de deformación, ya sea natural o experimental, los agregados policristalinos son sometidos a una serie de cambios estructurales. La distribución y la orientación de sus cristales es una de las principales modificaciones. Por ejemplo, los agregados isotrópicos sin ninguna orientación cristalográfica preferente, tienden a adquirir una orientación preferente y aquellos que tenían una orientación predeterminada inicialmente tienden a modificarla. La distribución de los ejes cristalográficos se conoce como textura u orientación cristalográfica preferente, *lattice preferred orientation* (LPO) o *crystallographic preferred orientation* (CPO) en inglés.

Hay que tener en cuenta que no toda la CPO es resultado de la deformación, ya que el crecimiento topotáctico, la alineación de fenocristales durante un flujo magmático o la sedimentación de partículas en las rocas sedimentarias también pueden producirla. Asimismo, no todos los procesos de deformación producen CPO. Por ejemplo, la deformación frágil normalmente produce materiales en los que sus fragmentos tienen una orientación al azar. En el régimen plástico, incluso a temperaturas elevadas, los flujos dominados por fenómenos de difusión y/o deslizamiento de límites de grano (GBS- *grain boundary sliding*) tienden a destruir la orientación preferente (Weiss y Wenk, 1985).

En aquellos minerales en los que la forma externa está fuertemente determinada por la red cristalina existe una correlación entre la fábrica de forma y la cristalográfica, visible en muestra de mano. Ejemplos de ello son los minerales del grupo de los filosilicatos y los del grupo de los anfíboles que definen claramente foliación y lineación en la roca. Sin embargo en otros casos esta correlación no es evidente (e.g. cuarzo).

### 2.2.2 Representación de la orientación cristalográfica preferente

El objetivo del análisis textural es obtener una descripción cuantitativa de la distribución de orientación cristalográfica de los cristalitos dentro de un agregado. En este apartado se describen cada uno de los métodos de representación de la textura.

#### 2.2.2.1 Función de distribución de la orientación (ODF)

La representación más completa de la textura es la función de distribución de la orientación (ODF -*orientation distribution function*). La orientación de cada cristalito puede ser completamente especificada por tres ángulos de Euler ( $\phi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\phi_2$ , convención ángulos Euler;

Bunge, (1985); Fig. 2.3). Es decir, suponiendo que el cristal y las coordenadas de la muestra coinciden, por ejemplo lineación-foliación, se rotan las coordenadas del cristal ( $x'$ ,  $y'$ ,  $z'$ ) respecto de las coordenadas de la muestra ( $x$ ,  $y$ ,  $z$ ) usando los siguientes pasos. Primero se giran las coordenadas del cristal a través del eje  $z$  de la muestra mediante  $\phi_1$ , luego se rotan las coordenadas del cristal alrededor del eje  $x'$  mediante  $\Phi$  y finalmente se rota el cristal alrededor de  $\phi_2$ . La orientación de cada cristal corresponde a un punto en el espacio de Euler. Por lo que una orientación dada de un objeto tridimensional se pueden especificar por un vector  $g$  en un espacio tridimensional (Karato, 2008).

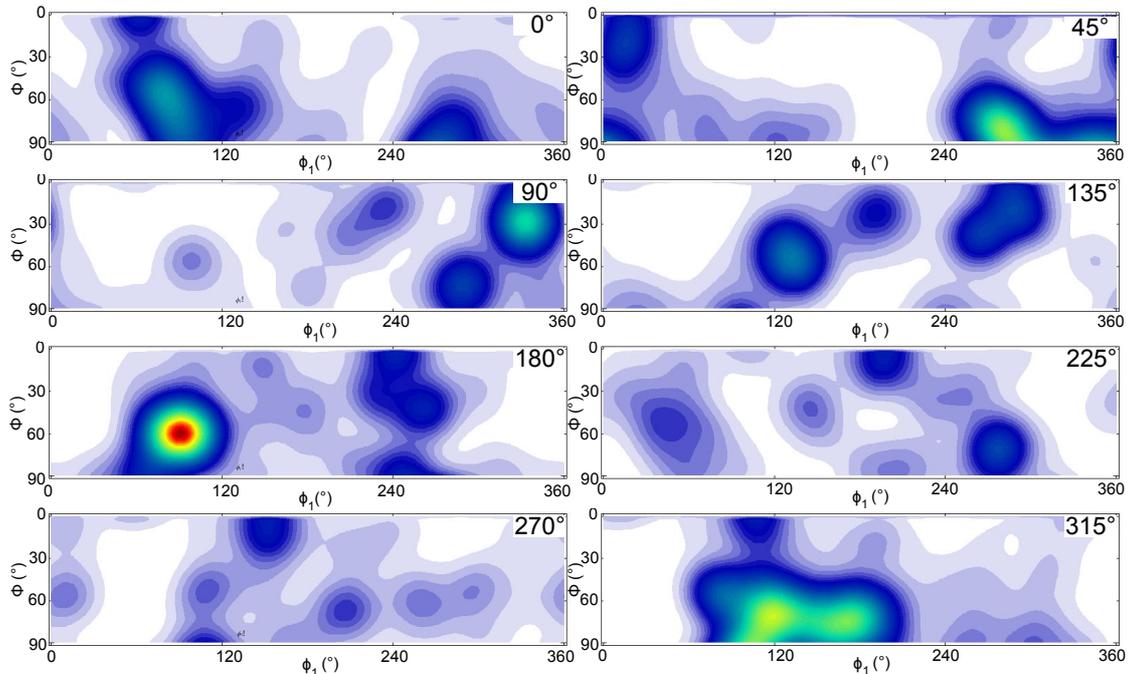


Figura 2.3. Ejemplo de una función de distribución de la orientación (ODF), dividida en ocho secciones de  $45^\circ$ , realizado con MTEX. La distribución de la orientación cristalográfica de los granos individuales se muestra referenciada en el espacio de ángulos Euler. El código de color indica la densidad de los datos (rojo, alto; blanco, bajo).

Matemáticamente, la orientación cristalográfica de los cristalitas dentro de una muestra puede ser descrita por una función  $g$  que define la densidad de estos puntos. La ODF de esos cristalitas se define como la fracción de volumen de los cristalitas  $V$  que tienen una orientación  $g$  dentro de un intervalo infinitesimal de orientación  $dg$  (e.g. Karato, 2008),

$$\frac{dV}{V} = f(g)dg, \quad dg = \frac{1}{8\pi^2} \sin \Phi d\phi_1, d\Phi, d\phi_2$$

La ODF se puede normalizar,

$$f_{\text{random}}(g) \equiv 1, \quad \int f(g) = 1$$

La intensidad de la textura de una ODF puede expresarse mediante " $F^2$ " (Matthies et al., 1997). Este índice varía desde 1, que implica orientación al azar, hasta el infinito que sería una textura perfecta o de monocristal.

$$F^2 = \frac{1}{8\pi^2} \int f(g)^2 d(g)$$

Por tanto, la ODF contiene la información más detallada de la textura. Las figuras de polo o las figuras de polos inversas son subconjuntos de la ODF. La interpretación de la ODF no es muy intuitiva, particularmente en fases de baja simetría y texturas relativamente poco

intensas, por lo que no es muy usada en geología (Mainprice y Nicolas, 1989).

### 2.2.2.2 Figura de polos

Una figura de polos es una representación de la distribución de orientaciones cristalográficas en una esfera, de una dirección cristalina particular  $[uvw]$  o de la normal de un plano cristalino  $(hkl)$ , proyectados según el sistema de referencia de la muestra (e.g. foliación y lineación). La dirección del cristal es proyectada en una esfera de radio unidad a lo largo del cristal y el punto de la esfera está definido en coordenadas polares,  $(\alpha)$  y  $(\beta)$ , con respecto a un sistema de referencia externo (Fig. 2.4). Matemáticamente, una figura de polos representa la fracción de volumen de granos  $dV/V$  cuya dirección cristalina  $h$  es paralela a la dirección  $y$  de la muestra (e.g. Karato, 2008).  $h$  puede ser el polo de un plano representado por los índices de Miller  $(hkl)$  o una dirección mediante los índices  $[uvw]$ .

$$\frac{dV}{V} = \frac{1}{4\pi} P_h(y) dy, \quad y = \{\alpha, \beta\}, \quad dy = \sin \alpha \, d\alpha \, d\beta$$

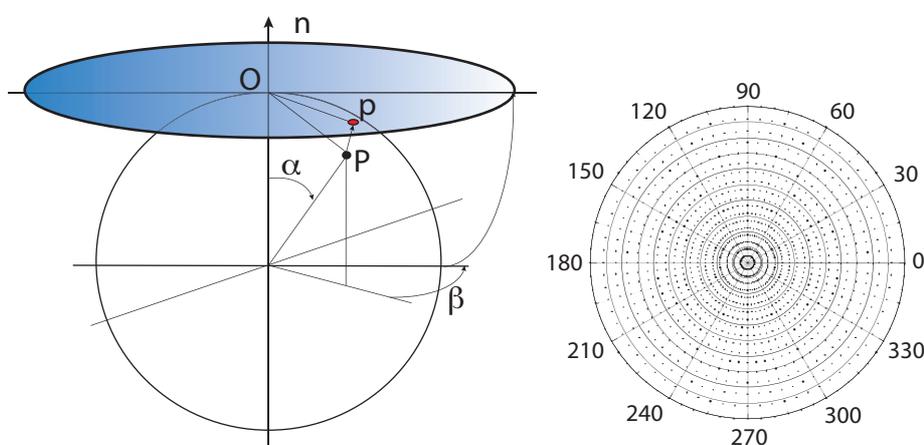


Figura 2.4. (a) Proyección de Lambert . (b) Falsilla estereográfica de igual área.

Exceptuando los cristales individuales, un material contendrá numerosos cristalitos. Con frecuencia, las figuras de polos se representan normalizadas y la densidad de polos es expresada en múltiplos de una distribución aleatoria (*multiples of random distribution- m.r.d.*) o múltiplos de una densidad uniforme (*multiples of a uniform distribution- m.u.d.*). Aunque esencialmente equivalentes, el segundo término es menos ambiguo a la hora de definirlo matemáticamente. En ambos casos la normalización se realiza:

$$P_h(y)_{\text{random}} \equiv 1, \quad \int P_h(y) dy = 4\pi$$

Para comparar la intensidad de la textura entre diferentes figuras de polos se puede utilizar el "índice J" de (Bunge, 1982):

$$J^2 = \frac{1}{4\pi} \sum P_h(y)^2 dy$$

Con el fin de mostrar la ODF en un diagrama de dos dimensiones, se utiliza una proyección estereográfica. Por lo general, en las ciencias de la Tierra y en este estudio, la proyección más utilizada es la de igual área (Lambert) en el hemisferio inferior. También, es común reemplazar los puntos por áreas que posean una densidad de puntos comprendida en un determinado intervalo (Fig. 2.5).

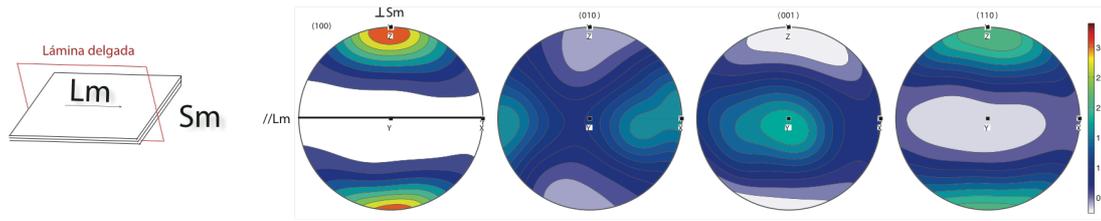


Figura 2.5. Ejemplo de figuras de polo. En esta representación, se puede ver cómo algunas de las diferentes orientaciones cristalográficas se distribuyen en el espacio con respecto a la geometría de la deformación, en este caso, la foliación y lineación de la muestra.

Pese a que la textura de un agregado se puede representar por la elección de diversas de figuras de polos para diferentes direcciones, la información que muestran las figuras de polos es incompleta. Aunque pueden cubrirse todas las orientaciones en el espacio de muestra, sólo se puede elegir un número finito de orientaciones cristalográficas (Karato, 2008). Además, las orientaciones relativas de los diferentes ejes cristalográficos de cada grano no pueden representarse en una figura de polos. *e.g.* cuando uno elige [100], [010], [001], entonces no hay información de la distribución de la orientación de otras orientaciones, *e.g.* [110]. Pese a estas limitaciones, la aparente sencillez de su interpretación las hace la representación más usada en geología.

### 2.2.2.3 Figura de polos inversa

Otra representación frecuente es la figura de polos inversa. En ella, se representa la orientación de una dirección concreta (*e.g.* lineación, polo de la foliación, Rolling, normal, transverse directions, Fig. 2.6), con respecto al sistema de referencia del cristal, su cálculo se realiza según:

$$\frac{dV}{V} = \frac{1}{4\pi} R_h(h)dh$$

donde  $h$  es una orientación particular en el espacio que puede ser definido por un vector, y  $R_h$  es la fracción de granos que se encuentran dentro de dicho eje cristalográfico del cristal. Las figuras de polo inversas generalmente también se normalizan utilizando,

$$R_h(h)_{\text{random}} \equiv 1, \quad \int R_h(h)dh = 4\pi$$

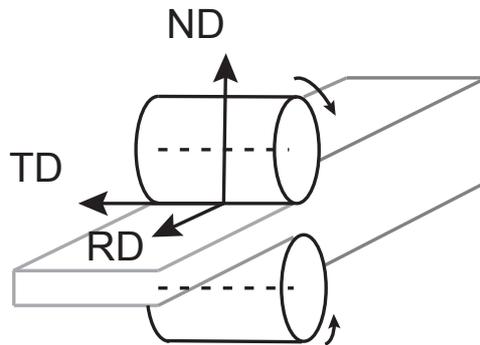


Figura 2.6. Descripción gráfica de la dirección de *rolling*, normal y transversal.

Según sea la simetría del cristal, no es necesario mostrar toda el espacio de orientaciones, utilizándose la fracción mínima que presente información no redundante (Fig. 2.7).

Este tipo de diagrama puede cubrir todos los ejes cristalográficos del cristal pero sólo

puede reproducir un pequeño número de orientaciones en el espacio. Debido a ello, se puede encontrar fácilmente qué orientaciones cristalográficas están relacionadas con un marco de referencia externo, siendo útiles para discutir los sistemas de deslizamiento potencialmente activos. Figuras de polos y figuras de polos inversas, dan información complementaria, siendo utilizados en esta tesis.

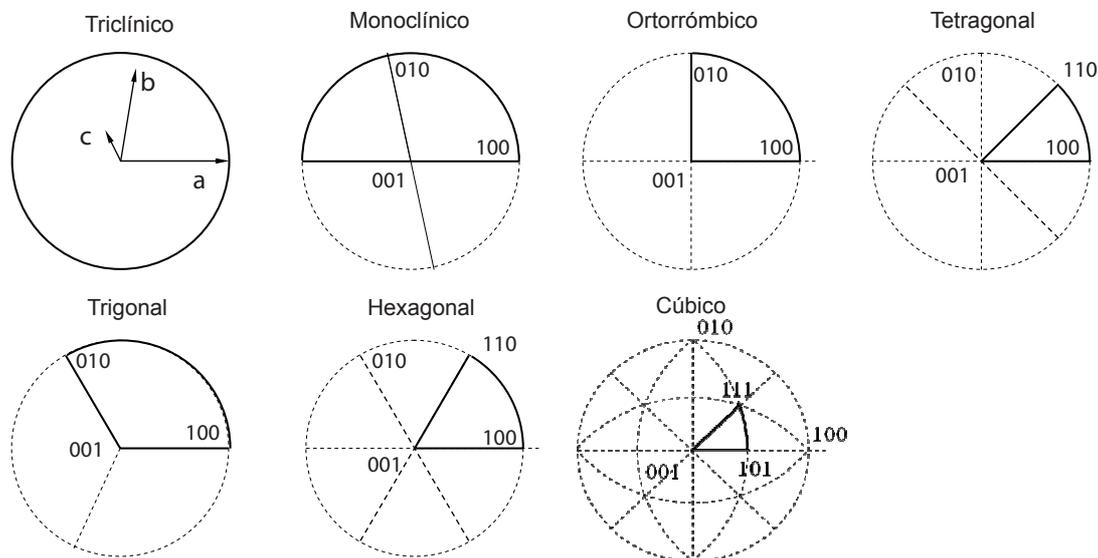


Figura 2.7. Fracción mínima de figuras de polo inversas según la simetría cristalina.

## 2.3. Mecanismos de deformación

### 2.3.1 Creep de dislocaciones

La red cristalina de un mineral, está compuesta por átomos ordenados en un patrón repetitivo. Cuando se supera una cierta temperatura, la deformación intracristalina se produce por el movimiento relativo de un grupo de átomos, creando defectos puntuales o planares en la red. Los defectos puntuales se generan por la ausencia de un átomo (vacantes) o la presencia de un átomo extra (intersticiales). Los defectos lineales, conocidos como dislocaciones, resultan de la inserción de medio plano extra de red de dentro de la estructura cristalina. Los enlaces atómicos se estiran para acomodar el espacio y pasar la dislocación de un átomo a otro, rompiendo su enlace en un lado de la dislocación y volviendo a formar el enlace en el otro lado de la dislocación. Esta teoría fue explicada por primera vez por Taylor, (1934), y es más eficiente que romper todos los enlaces simultáneamente y luego volverlos a formar después del movimiento de la red.

Las dislocaciones se alojan dentro de estructuras cristalinas en posiciones específicas dependiendo de la simetría del cristal, creando planos en los que la ruptura de los enlaces es relativamente fácil (Bishop, 1954; Bishop y Hill, 1951; Taylor, 1938). Este deslizamiento (*slip*) intenta reducir la energía de la deformación mediante el deslizamiento sin esfuerzo (*glide*) de las dislocaciones en una dirección concreta a través de un plano de deslizamiento (e.g. (Nicolas, 1987; Wenk y Christie, 1991). Por tanto, un sistema de deslizamiento (*slip system*) intracristalino se describe en términos de un plano de deslizamiento  $\{hkl\}$  y una dirección de deslizamiento  $\langle uvw \rangle$ , o su vector de Burgers ( $b$ ) asociado.

Por debajo de la temperatura donde los defectos puntuales son móviles, el movimiento de una dislocación fuera de su plano de deslizamiento original sólo puede ocurrir por deslizamiento cruzado (*cross-slip*) sobre un plano de deslizamiento de intersección, el cual sería una dirección de deslizamiento común. Pero si los defectos puntuales son totalmente móviles, entra en acción el salto de dislocaciones (*climb*), que es el reordenamiento e

interacción de las dislocaciones para reducir la energía elástica almacenada, es decir, para que exista un equilibrio parcial (Nicolas y Poirier, 1976). El salto de dislocaciones (*climb*) solo se produce a temperaturas superiores a  $\sim 0.5 T_m$ , siendo  $T_m$  el punto de fusión (Langdon, 1985a). Una dislocación de filo (*edge*) es perpendicular a la dirección de deslizamiento y junto con el proceso de salto de dislocaciones (*climb*) puede moverse fuera de su plano de deslizamiento, mientras que una dislocación helicoidal (*screw*) es paralela a la dirección de deslizamiento (Passchier y Trouw, 2005) (Fig. 2.8). La combinación del deslizamiento (*glide*) y salto de dislocaciones (*climb*) se denomina *creep* de dislocaciones o plasticidad cristalina, siendo *creep* (reptación en español) una deformación lenta a bajos esfuerzos mantenidos durante largos periodos de tiempo, incluso de millones de años (Langdon, 1985b), permitiendo acomodar la deformación intracristalina.

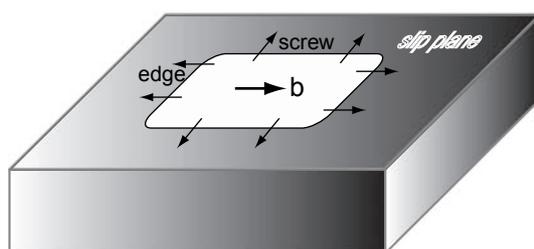


Figura 2.8. Representación gráfica de plano de deslizamiento con su vector de Burgers y ejemplos de dislocaciones de filo (*edge*) y dislocaciones helicoidales (*screw*). Modificado de Karato (2002).

Este movimiento de dislocaciones en la red cristalina de un mineral está estrechamente relacionado con el desarrollo de la textura (e.g. Hirth y Tullis, 1992; Law, 1990) y provoca anisotropía en las propiedades físicas macroscópicas, como se puede observar en la propagación de ondas sísmicas. El número de dislocaciones observadas en un mineral depende del origen, deformación y metamorfismo sufridos. Las rocas de origen sedimentario y que no han experimentado más que una diagénesis de muy baja temperatura, no poseen muchos cristales de neoformación. Como es de esperar, tales minerales a menudo están desordenados y no se observan dislocaciones en ellos. Minerales estables a baja temperatura, como las arcillas, suelen mostrar defectos de apilamiento (*stacking faults*), pero no se caracterizan por un número significativo de dislocaciones (Nicolas y Poirier, 1976). Los minerales formados por cristalización a partir de fundidos, transformaciones de fase, o reacciones, contienen dislocaciones aunque su densidad suelen ser baja o moderada, siempre por debajo de  $10^4 \text{ cm}^{-2}$  (Barber et al., 2010). La deformación intracristalina en respuesta a unos esfuerzos es la principal fuente de dislocaciones minerales (e.g. Hobbs et al., 1976; Tullis y Wood, 1975). El comportamiento dúctil está ampliamente extendido en las rocas, pudiéndose alcanzar desde condiciones atmosféricas hasta casi temperaturas de fusión, pero generalmente requiere exceder grandes esfuerzos. Incluso se pueden generar dislocaciones bajo un comportamiento frágil de cataclisis sometido a altos esfuerzos. Sin embargo, la mayoría de los minerales de alta temperatura son enfriados y llegan a su equilibrio en ausencia de deformación o esfuerzos, favoreciendo un baja densidad de dislocaciones (e.g. Barber et al., 2010).

### 2.3.1.1 Medida de las dislocaciones (Ley de Schmid)

A menudo se analizan monocristales deformados en laboratorio para dilucidar los sistemas de deslizamiento más comunes en diferentes minerales, usando la observación directa en microscopios electrónicos de transmisión (TEM) (Engler y Randle, 2010). Los resultados deben ser tratados con cuidado para la interpretación de la deformación en rocas naturales, ya que las rocas naturales han sufrido unas velocidades de deformación de varios órdenes de magnitud por debajo de las obtenidas experimentalmente.

Es común que varios sistemas de deslizamiento estén activos para un mineral. La activación de los diferentes sistemas de deslizamiento está controlada por la simetría del cristal, el campo de esfuerzos aplicado y la superación de un esfuerzo crítico de cizalla (*CRSS* – *critical resolved shear stress*). Este *CRSS* es el esfuerzo cizalla requerido para iniciar el deslizamiento intracristalino en un plano de un mineral prácticamente libre de impurezas y estructuralmente perfecto (e.g. Hobbs, 1985). Su valor se puede conocer mediante la ley de Schmid:

$$\tau = \sigma \cdot M = (F/A_0) \cdot \cos \phi \cos \lambda$$

donde  $M = \cos \phi \cos \lambda$  es el factor de Schmid,  $\tau$  es el esfuerzo resultante,  $\phi$  es el ángulo entre la normal al plano de deslizamiento ( $n$ ) y la dirección de la fuerza aplicada  $F$ ;  $A_0$  es la sección transversal de  $A$ ; y  $\lambda$  es el ángulo entre la dirección de deslizamiento y la dirección de la fuerza aplicada  $F$  (Fig. 2.9).

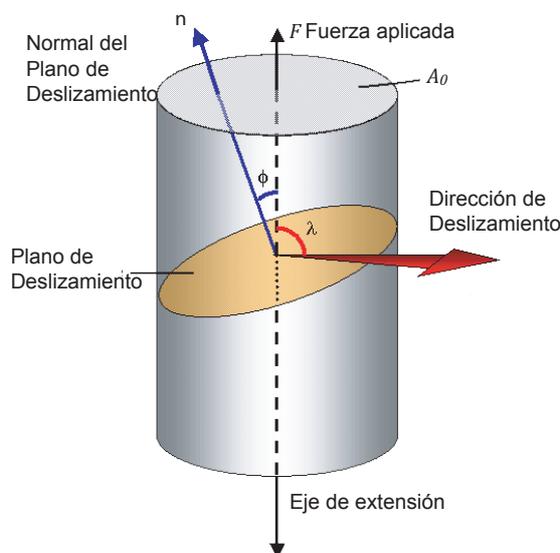


Figura 2.9. Figura esquemática que muestra el efecto del *CRSS* sobre un cristal. Modificado a partir de Weiss y Wenk, 1985.

La magnitud de  $\tau$  depende de la temperatura, disminuyendo su valor con el aumento progresivo de la temperatura, y dependiendo en menor medida de otros factores como la velocidad de deformación (*strain rate*) y la actividad química, por ejemplo del agua, que pueden influir en la fuerza de los enlaces dentro de un cristal. Como consecuencia, los sistemas de deslizamiento dominantes en un mineral cambian dependiendo del esfuerzo y de las condiciones metamórficas. Para el mantenimiento de la cohesión entre los granos y la distribución uniforme de la deformación por todo el volumen de material, es necesario que se activen cinco sistemas de deslizamiento independientes (Lister y Paterson, 1979). Esta regla se conoce como criterio de Von Mises. Una gran parte de los silicatos posee baja simetría cristalina y por lo que habrá pocos sistemas de deslizamiento disponibles. Por ello, los problemas de espacio generados durante la deformación a baja temperatura son acomodados mediante microplegamiento de la red, maclado y fracturación; y a altas temperaturas, mediante recristalización dinámica o deslizamiento de los límites de grano (*grain boundary sliding*) (Passchier y Trouw, 2005).

La plasticidad a relativa baja temperatura da lugar a un aumento de las dislocaciones que terminan por entorpecerse. Este proceso lleva a un aumento progresivo de la resistencia del cristal a fluir plásticamente, conocido como endurecimiento por deformación (*strain hardening*) (Nicolas y Poirier, 1976; Barber et al., 2010).

### 2.3.1.2 Influencia de la recristalización

La recristalización, o reemplazo de un cristal por otro nuevo, es un proceso impulsado por la necesidad de reducir la energía almacenada dentro de un cristal. La energía de deformación (*strain energy*) es directamente proporcional a la densidad de dislocaciones (e.g. Humphreys y Hatherly, 2004). La recristalización inducida por deformación interna (*strain-induced recrystallization*) se considera la sustitución de granos fuertemente deformados por nuevos granos no deformados. En ella, se aplica un reordenamiento atómico sistemático en cada grano fuertemente deformado, eliminando cualquier dislocación (aniquilación de dislocaciones). Este proceso se denomina recuperación (*recovery*). Asimismo, las dislocaciones pueden minimizar la energía reorganizándose bien en límites de grano o sugbrano, que delimitan porciones del cristal libres de dislocaciones con diferente grado de desorientación (Nicolas y Poirier, 1976).

Existen dos tipos de recristalización. Por una parte, la recristalización estática se activa cuando un material muy deformado alcanza rápidamente su temperatura crítica. Entonces, los nuevos granos nucleados están libres de dislocaciones y crecen con rapidez a expensas del material fuertemente deformado (recristalización primaria). Posteriormente, estos granos amplían su tamaño a costa de granos más pequeños (recristalización secundaria) reduciendo así el área total de límites de grano y su energía. El tamaño de grano dependerá de la competencia entre la nucleación y el crecimiento. Por otra parte, la recristalización dinámica ocurre bajo grandes esfuerzos y una temperatura elevada, de tal forma que defectos puntuales son móviles y otros mecanismos que reducen el esfuerzo pueden activarse (p.e., deslizamiento de los límites de grano), causando un ablandamiento o debilitamiento (*strain softening*) para mitigar los efectos de endurecimiento (*strain hardening*) que suele acompañar a la deformación plástica, produciendo nuevos granos con densidades de defectos relativamente bajas (Nicolas y Poirier, 1976).

### 2.3.2 Creep por difusión

La difusión de átomos a través de una red cristalina es eficiente a bajos esfuerzos y altas temperaturas. Estos átomos migran de una posición estable a la siguiente, moviéndose desde áreas con altas concentraciones de átomos hasta áreas con bajas concentraciones. Al aplicar un esfuerzo diferencial en el cristal las nuevas vacantes, dando lugar a una transferencia de masa (Karato, 2008). La difusión se puede producir a través de la red cristalina (*Nabarro-Herring creep*) o a lo largo de los límites de grano (*Coble creep*; Fig. 2.10). En materiales con fluidos intergranulares, el material también puede ser transportado por disolución en un fluido de regiones de altos esfuerzos hasta su precipitación en regiones de bajos esfuerzos, proceso conocido como disolución por presión (*pressure solution*) (e.g. Wheeler, 1987, 1992).

Los mecanismos que producen el creep por difusión, a diferencia del creep de dislocaciones, no producen una distorsión de la red cristalina. A menudo la ausencia de orientación cristalográfica preferente se relaciona con la actividad del *creep* por difusión (Jiang et al., 2000; Lapworth et al., 2002), aunque otros estudios han evidenciado el desarrollo de la misma por disolución por presión y *creep* por difusión (Bons y Den Brok, 2000).

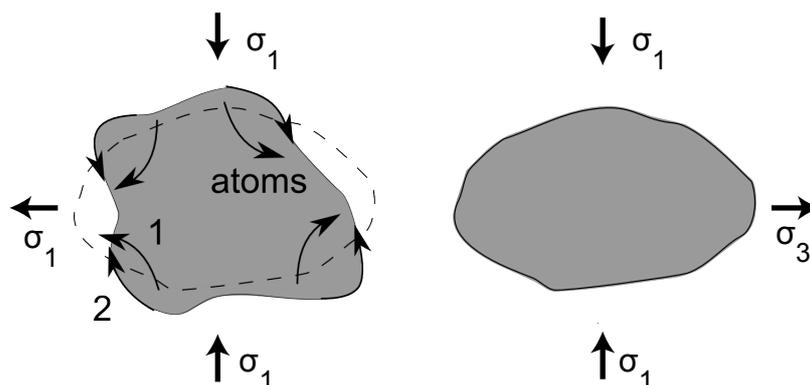


Figura 2.10. Diagrama esquemático de la transferencia de masa que ocurre en el *creep* de dislocaciones. (1) Difusión a través de la red cristalina (*Nabarro-Herring creep*) y (2) a lo largo de los límites de grano (*Coble creep*). Basado en Cross, 2015.

A temperaturas relativamente altas existe otro tipo de mecanismo de deformación donde los cristales pueden deslizar unos sobre otros, conocido como deslizamiento de los límites de grano (GBS). La tasa de deslizamiento viene determinada por el grado de irregularidad de los límites de los granos (Raj y Ashby, 1971). Este mecanismo no acomoda gran cantidad de deformación interna si no es asistido por difusión y/o deslizamiento de dislocaciones. Si es así, el deslizamiento de los límites de grano puede ser acomodado por el movimiento de dislocaciones (DisGBS), mediante procesos de salto (*climb*) y deslizamiento (*glide*), sin implicar una deformación plástica intracristalina significativa (Fig. 2.11), por lo que se supone que no crea una fuerte orientación preferente (Hansen et al., 2012; Miranda et al., 2016).

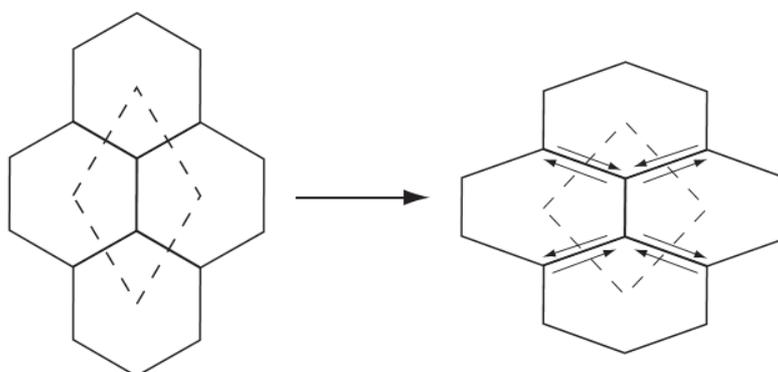


Figura 2.11. Diagrama esquemático de la transferencia de masa acomodada por deslizamiento de los límites de grano. Extraído de Karato, 2008.

### 2.3.3 Regímenes de la deformación

Podemos describir la reología de un agregado cristalino mediante leyes de flujo (*power law*) relacionando parámetros como el esfuerzo aplicado  $\sigma$  (*stress*), la deformación interna (*strain*) y la tasa o velocidad de deformación  $\dot{\epsilon}$  (*strain rate*) (e.g. Ashby, 1972).

$$\dot{\epsilon} \sim \sigma^n$$

A bajos esfuerzos, los valores del exponente tienen un rango entre 1 y 2 (e.g. Hirth et al., 2001; Poirier, 1985). En esas condiciones, y a temperaturas moderadamente altas respecto a la temperatura de fusión, los mecanismos de deformación son acomodados por difusión. Si los valores del exponente se sitúan entre 2 y 3, el *creep* por difusión puede ser simultáneo con disolución por presión. Sin embargo, con un exponente entre 3 y 5, y a temperaturas

relativamente bajas se observa que se puede activar el *creep* de dislocaciones.

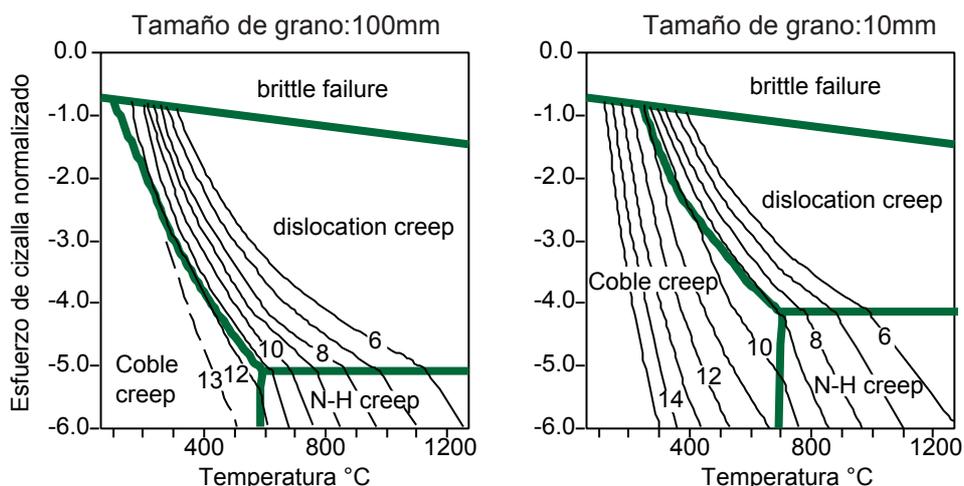


Figura 2.12. Mapas de mecanismos de deformación simplificados dependiendo del tamaño de grano. Expresados en términos del esfuerzo de cizalla normalizado (escala logarítmica) frente a la temperatura. Modificado de Passchier y Trouw, (2005).

La orientación cristalográfica preferente está controlada por procesos microscópicos, pero a su vez tiene una relación directa con procesos macroscópicos, como es la orientación preferente de forma (SPO- *Shape Preferred Orientation*). Su grado de desarrollo o cambio se corresponde *grosso modo* con la intensidad de la deformación. Por tanto, para entender cómo se ha formado la textura y cómo se relaciona con las propiedades macroscópicas, es fundamental conocer la información completa acerca de dislocaciones, otros defectos y sistemas de deslizamiento de los minerales implicados. Por ello, en la sección siguiente se discutirán los principales mecanismos de deformación para los minerales estudiados en este trabajo.

#### 2.4. Principales minerales analizados en este estudio

El desarrollo de la orientación cristalográfica preferente en los minerales depende de una serie de factores que contribuyen en mayor o menor medida. Los sistemas de deslizamiento intracristalino activos influyen de manera significativa en el desarrollo de la textura. Otro factor importante es la relación entre los ejes y planos cristalinicos con respecto a los elipsoides de deformación finita y deformación incremental (Flinn, 1956; Schmid, 1994). Estas relaciones pueden dar lugar a una deformación interna constrictional (*constrictional strain*), plana (*plane strain*), o de aplastamiento (*flattening strain*). Además, el tipo de deformación progresiva sufrida, coaxial (*pure shear*) o no coaxial (*simple shear*), determinará qué sistemas de deslizamiento tenderán a alinearse con los ejes del elipsoide de deformación y, por tanto, contribuirá en la construcción de la textura.

Asimismo hay que tener en cuenta la recristalización dinámica, pero se desconoce exactamente cuál es el papel de los procesos de recuperación (*recovery*) en la formación y/o mantenimiento de la textura. Algunos estudios han sugerido que la textura se debilita bajo la acción de la recristalización generando nuevos granos orientados al azar, mientras que otros concluyen justo lo contrario porque eliminan ciertos granos con una densidad de dislocaciones relativamente alta (den Brok y Spiers, 1991). La evidencia de ambos procesos se ha encontrado en experimentos de recristalización estática (Heilbronner y Tullis, 2002). Sin embargo, cuantificar estos procesos en rocas deformadas naturalmente es prácticamente imposible, siendo las simulaciones matemáticas las únicas capaces de proporcionar respuestas plausibles (e.g. Jessell, 1988; Mainprice et al., 2004).

A continuación, se revisan las investigaciones sobre los mecanismos de deformación y sistemas de deslizamiento predominantes en los minerales utilizados para esta tesis y su variación en relación con una serie de condiciones físicas.

Name	<b><math>\alpha</math>-Quartz</b>	<b>Plagioclase (Andesine-Anorthite)</b>	<b>Garnet (Pyrope)</b>
Crystal System	<i>Trigonal</i>	<i>Triclinic</i>	<i>Cubic</i>
Space Group	$P3_121$	$\bar{1}$	$Ia-3d$
Geometry			
Name	<b>K-Feldspar (Orthoclase)</b>	<b>Amphibole (Hornblende)</b>	<b>Clinopyroxene (Diopside)</b>
Crystal System	<i>Monoclinic</i>	<i>Monoclinic</i>	<i>Monoclinic</i>
Space Group	$C2/m$	$C2/m$	$C2/c$
Geometry			

Figura 2.13. Tabla cristalográfica de los principales minerales que van a ser utilizados en este estudio.

### 2.4.1 Cuarzo

El cuarzo es una de los minerales más importantes de la corteza terrestre, presente en diversos tipos de rocas. La deformación plástica de este mineral provoca que su red cristalina se organice para que sus planos y ejes cristalinos se adapten a las condiciones de deformación aplicadas de tal forma que esas condiciones pueden ser deducidas para un determinado volumen de roca.

El desarrollo de la orientación cristalográfica preferente es un proceso común en cuarzo sometido a procesos de deformación como la recristalización dinámica. Sus patrones pueden dividirse en cinco grupos (Fig. 2.14) teniendo en cuenta su temperatura de deformación, tipo de flujo, cantidad de deformación interna (*strain*) aplicada y presencia de fluidos (e.g. Schmid y Casey, 1986). Es decir, la información inferida a partir de la fábrica del cuarzo da a conocer si la deformación a la que fue sometida es coaxial o no coaxial, el sentido de la cizalla, la cantidad de deformación interna, la temperatura de activación de la CPO, la determinación de los mecanismos de deformación responsables de la CPO, y la determinación de los sistemas de deslizamiento activos (e.g. Law, 1990). Las fábricas del cuarzo mejor preservadas han sido medidas en cuarcitas parcial o totalmente recristalizadas, donde son el principal mineral (e.g. Urai et al., 1986), a diferencia de lo que sucede en las muestras analizadas en esta memoria, donde habitualmente será un mineral secundario en la composición modal.

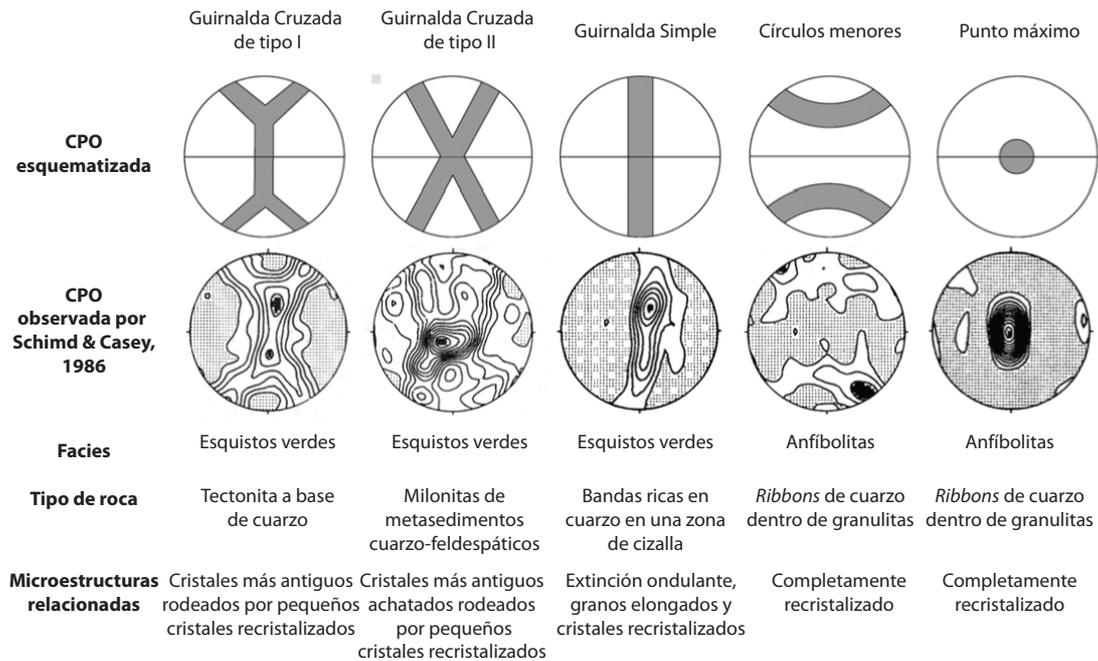


Figura 2.14. Orientaciones preferentes más comunes del cuarzo medidas mediante goniómetro (Schimid & Casey, 1986).

#### 2.4.1.1 Flujo de dislocaciones y desarrollo de la textura en el cuarzo

La mayoría de los modelos propuestos para el desarrollo de la textura durante una deformación plástica se basan principalmente en la activación de sistemas de deslizamiento. Es decir, los cristales se deforman por el movimiento de dislocaciones en ciertos planos cristalinos. Ese movimiento de dislocaciones cambia la forma del cristal. La interacción con los cristales colindantes, para acomodar la deformación, provoca la rotación de la red cristalina con respecto al campo de esfuerzos. En definitiva, esas rotaciones guían a la concentración de los granos en una cierta orientación preferente. Tullis et al., (1973) fueron los primeros en demostrar que este proceso es el responsable de la reorientación de los antiguos granos de cuarzo en cuarcitas deformadas experimentalmente.

Los sistemas de deslizamiento más comunes en el cuarzo han sido descritos a partir de datos experimentales (e.g. Lister et al., 1978; Morrison-Smith et al., 1976) y fundamentalmente son la combinación de los ejes  $a$ , los ejes  $c$  o el vector  $c+a$  como dirección de deslizamiento y el plano basal  $c$  (0001), los planos prismáticos  $m$   $\{10\bar{1}0\}$  o  $a$   $\{11\bar{2}0\}$  y los planos romboédricos  $r$   $\{10\bar{1}1\}$  o  $z$   $\{01\bar{1}1\}$  como planos de deslizamiento (Fig. 2.14). Los sistemas de deslizamiento clásicos y más frecuentes se muestran en la Tabla 2.1 con información sobre su método experimental, condiciones de deformación, sistemas de deslizamiento identificados, y microestructuras relacionadas.

Autor	Material	Microestructuras	Condiciones	Sistemas de Deslizamiento	Método de identificación
<b>Christie et al. (1964)</b>	Cristales de cuarzo	Bandas de deslizamiento en una superficie con lamelas de deformación basal	$T = 500-700\text{ }^{\circ}\text{C}$ $P_c = 20\text{ kbar}$ $t = 23-38\text{ min}$ $\dot{\epsilon} = 1-10\%$	Basal <i>a</i>	Óptico (líneas de deslizamiento y lamelas de deformación)
<b>Baëta &amp; Ashbee (1969)</b>	Cristales sintéticos de cuarzo	Líneas de deslizamiento	$T = 700-1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ $P_c = 1\text{ atm}$ $t = \text{min}$ $\dot{\epsilon} = 10^{-3} - 10^{-5}\text{ s}^{-1}$	Basal <i>a</i> Prismático <i>c</i> Prismático <i>a</i> { <i>a</i> } <i>c</i> Prismático <i>a+c</i> Romboédrico <i>a</i> Romboédrico <i>a+c</i>	Óptico (líneas de deslizamiento)
<b>Ardell et al. (1974)</b>	Cristales de cuarzo sintético y natural		Natural/ Sintético $T = 750/500\text{ }^{\circ}\text{C}$ $P_c = 5/2-5\text{ kbar}$ $t = \text{min}$ $\dot{\epsilon} = 1-7 \cdot 10^{-6}\text{ s}^{-1}$	<i>b= a</i> <i>b= c</i>	TEM (Vector de Burgers)
<b>Twiss (1974)</b>	Cristales sintéticos de cuarzo	Bandas de deslizamiento	$T = 600-800\text{ }^{\circ}\text{C}$ $P_c = 1.3-7\text{ kbar}$ $t = 10-50\text{ min}$ $\dot{\epsilon} = 3-6\%$	Prismático <i>c</i> Prismático <i>a</i>	TEM (Orientación de las bandas de deslizamiento)
<b>Blacic (1975)</b>	Cristales de cuarzo sintético y natural	Bandas de deformación, lamelas de deformación basal y prismática	$T = 300-900\text{ }^{\circ}\text{C}$ $P_c = 20\text{ kbar}$ $t = \text{min}$ $\dot{\epsilon} = 8 \cdot 10^{-6}\text{ s}^{-1}$	Prismático <i>c</i> Prismático <i>a</i> { <i>a</i> } <i>c</i>	Óptico (bandas de deformación y deformación lamelar)
<b>Morrison-Smith et al. (1976)</b>	Cristales sintéticos de cuarzo	Bandas de deformación basal y prismáticas, extinción ondulante, lamelas de deformación basal, prismática y romboédrica	$T = 500-700\text{ }^{\circ}\text{C}$ $P_c = 20\text{ kbar}$ $t = 23-38\text{ min}$ $\dot{\epsilon} = 10^{-5}\text{ s}^{-1}$	Basal <i>a</i> Prismático <i>c</i> Prismático <i>a</i> { <i>a</i> } <i>c</i> Prismático <i>a+c</i> Romboédrico <i>a</i>	TEM (Vector de Burgers)

Tabla 2.1. Resumen de los sistemas de deslizamiento activos en cuarzos deformados experimentalmente. *T* temperatura; *P<sub>c</sub>* presión confinante,  $\dot{\epsilon}$  velocidad de deformación interna, *t* tiempo de deformación, *b* vector de Burgers. Los cristales sintéticos siempre tienen un contenido en agua intracristalina mucho mayor que los cristales de cuarzo naturales, incrementando la diferencia entre muestras naturales y experimentales (Vernooij, 2002).

### 2.4.1.2 Influencia de la temperatura sobre el desarrollo de la textura en el cuarzo

La determinación del tipo de sistema de deslizamiento que será activado en un cristal depende la orientación con respecto del campo de esfuerzos (factor de Schmid) y de la superación del esfuerzo crítico de cizalla (CRSS) para cada sistema de deslizamiento. La magnitud del CRSS depende de la temperatura, disminuyendo generalmente su valor con el aumento progresivo de la temperatura. Pero su tasa de disminución para cada tipo de sistema de deslizamiento predominante (basal, rómbico o prismático) es variable para el cuarzo, como muestra la Figura 2.15 (Blacic, 1975; Hobbs et al., 1972) Valores similares de CRSS para cada sistema de deslizamiento han sido encontrados tanto en rocas deformadas de forma natural como experimentalmente (e.g. Lister et al., 1978; Lister y Hobbs, 1980; Takeshita et al., 1999; Vernooij et al., 2006).

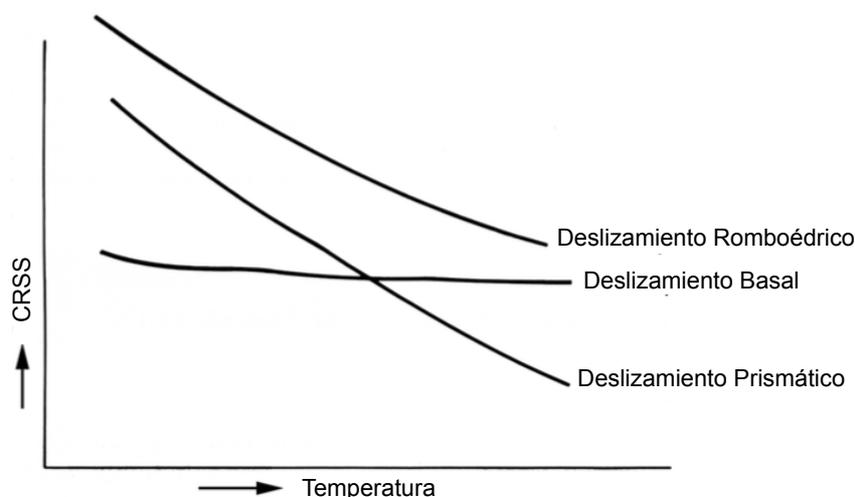


Figura 2.15. Gráfico que muestra el efecto de la temperatura en el esfuerzo crítico de cizalla para los diferentes sistemas de deslizamiento en un cristal de cuarzo. Modificado de Blacic, (1975).

### 2.4.1.3 Tipo de flujo y el desarrollo de la textura en el cuarzo

A partir del estudio de orientaciones cristalográficas preferente es posible determinar el tipo de deformación interna (*strain*) a la que se sometió un cristal de cuarzo o agregado policristalino. La Figura 2.16 muestra el efecto del *strain* en la geometría de los patrones de los ejes *c* del cuarzo deformados coaxialmente bajo una condiciones metamórficas intermedias. Realmente esas PFs fueron generadas por un modelo teórico de flujo de dislocaciones basado en el análisis de Taylor-Bishop-Hill (Lister et al., 1978; Lister y Hobbs, 1980). Pero están avaladas por varios estudios en rocas deformadas experimentalmente (e.g. Heilbronner y Tullis, 2002; Tullis, 1977) y cuarcitas deformadas de forma natural (e.g. Schmid y Casey, 1986).

En condiciones de compresión o extensión uniaxial, los ejes *c* se distribuyen sobre dos pequeñas guirnalda de círculo (*circle girdles*) sobre el eje *Z* o *X* del sistema de referencia, respectivamente. Bajo *strain* plano estas pequeñas guirnalda de círculo están conectadas por una guirnalda recta central, produciendo una guirnalda cruzada de tipo I (*Type I crossed girdle*). Una guirnalda cruzada de tipo II (*Type II crossed girdle*) se produce cuando hay una deformación interna por estrechamiento (Passchier y Trouw, 2005). Las orientaciones de los ejes *c* paralelos o subparalelos a los ejes *Y* del sistema de referencia no se muestran originalmente en los modelos de (Lister et al., (1978) y Lister y Hobbs, (1980); pero se observan en rocas deformadas bajo condiciones metamórficas de facies anfibolíticas o granulíticas, como demuestran (Jessell y Lister, 1990).

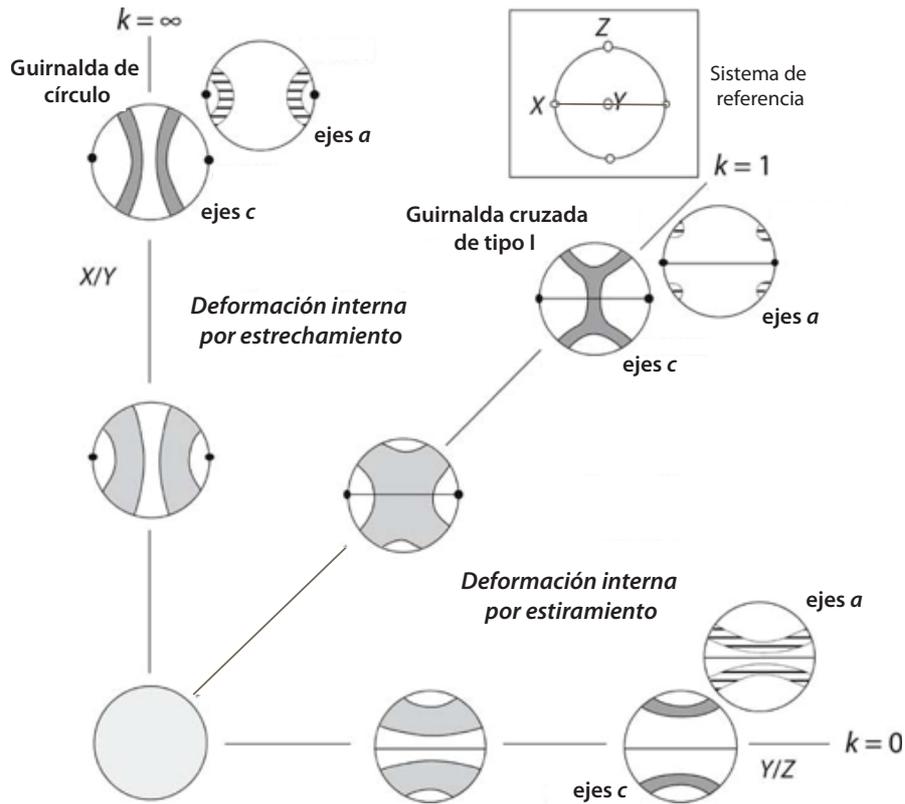


Figura 2.16. Diagrama de Flinn mostrando las relaciones teóricas (deformación coaxial) entre la forma del elipsoide de deformación y la distribución de los ejes c y a de los cristales de cuarzo. Adaptado de Passchier & Trouw (2005).

Bajo una deformación no coaxial, las guirnaldas cruzadas de tipo I y las guirnaldas simples asimétricas son comunes a bajas temperaturas (Behrmann y Platt, 1982; Bouchez et al., 1983; Platt y Behrmann, 1986; Schmid y Casey, 1986). Con el aumento de la temperatura los patrones de los ejes c del cuarzo se distribuyen con un máximo centrado sobre Y y los ejes a tienden a alinearse con la lineación mostrando una simetría monoclinica (Fig. 2.17). Sin embargo temperaturas superiores a 650 °C favorecen que los ejes c se coloquen paralelos a la lineación del agregado (Lister y Dornsiepen, 1982; Mainprice et al., 1986).

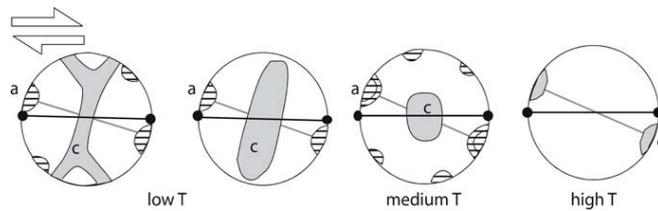


Figura 2.17. Distribución de los ejes c y a de los cristales de cuarzo sometidos a deformación no coaxial dependiendo de la temperatura de deformación. Temperatura baja (<400°C), temperatura media (400-650°C) y alta temperatura (>650°C). Según Passchier y Trouw (2005).

#### 2.4.1.4 Deformación interna (strain) y el desarrollo de la textura en el cuarzo

Teóricamente, el aumento de la deformación interna (strain), con unas condiciones de flujo y de temperatura constantes, puede desarrollar una orientación cristalográfica preferente más fuerte sin variar significativamente la distribución de ejes cristalográficos. Sin embargo, en cuarcitas deformadas naturalmente, hay una transición desde guirnaldas cruzadas a guirnaldas simples asimétricas, relacionada con un incremento del componente no coaxial de la

deformación interna (Fig. 2.18). Esta transición está marcada por el cambio en la deformación interna (*strain*) de aquellos granos en orientaciones desfavorables al deslizamiento intracristalino, que son reemplazados gradualmente, a través de la migración de sus límites de grano, por granos reorientados mediante recristalización selectiva (Herwegh et al., 1997; Schmid y Casey, 1986). Transiciones similares han sido observadas en rocas naturales implicando la combinación de deformación cristalina y recristalización dinámica (Etchecopar y Vasseur, 1987; Jessell, 1988; Jessell y Lister, 1990).

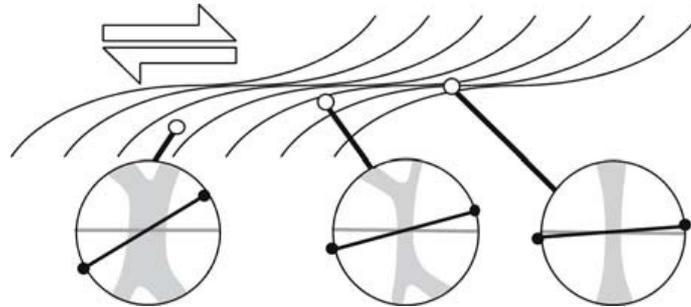


Figura 2.18. Representación esquemática de una zona de cizalla dextra y la transición de los ejes *c* de los cristales de cuarzo en un caso de *strain* plano ( $k=1$ ). Modificado de Passchier & Trouw (2005).

#### 2.4.1.5 Recristalización dinámica y el desarrollo de la textura en el cuarzo

La recristalización dinámica está constituida por varios procesos que dominan según la temperatura de deformación y que pueden solaparse entre ellos (Fig. 2.19). A bajas temperaturas actúa la recristalización dinámica por protrusión (*Bulging*, BLG) (e.g. Hirth y Tullis, 1992; Stipp et al., 2002a), mientras que en temperaturas intermedias este proceso es sustituido por una progresiva rotación de subgranos (*Subgrain Rotation*, SGR) para reducir la energía libre interna del mineral (e.g. Guillope y Poirier, 1979; Nicolas y Poirier, 1976; White, 1976). Sin embargo, a altas temperaturas la recristalización dinámica está dominada por la migración de los límites de grano (*Grain Boundary Migration*, GBM) (e.g. Drury y Humphreys, 1987; Means, 1983).

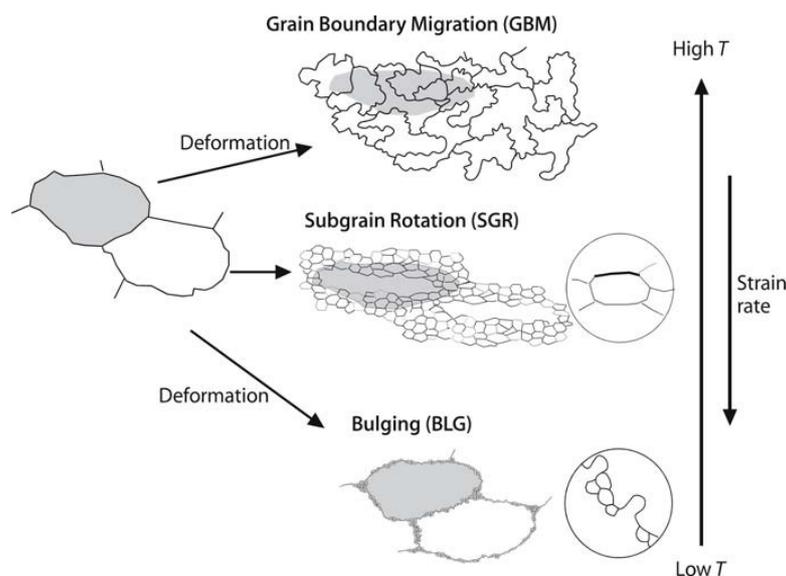


Figura 2.19. Gráfico explicativo de los tres mecanismos de recristalización dinámica a escala de grano y su relación con la temperatura de deformación y velocidad de deformación interna (Passchier & Trouw, 2005).

Estudios realizados en cuarzo deformado naturalmente (Stipp et al., 2002b) corroboran que los cambios en el tipo dominante de recristalización dinámica corresponden al incremento progresivo de la temperatura, como demostraron anteriormente otros estudios experimentales (Hirth y Tullis, 1992). Ese estudio se centró en la deformación de la fábrica del cuarzo natural con un rango de temperaturas aproximadamente de 250 °C a 700 °C, a lo largo de la zona de cizalla de Tonale en los Alpes Italianos.

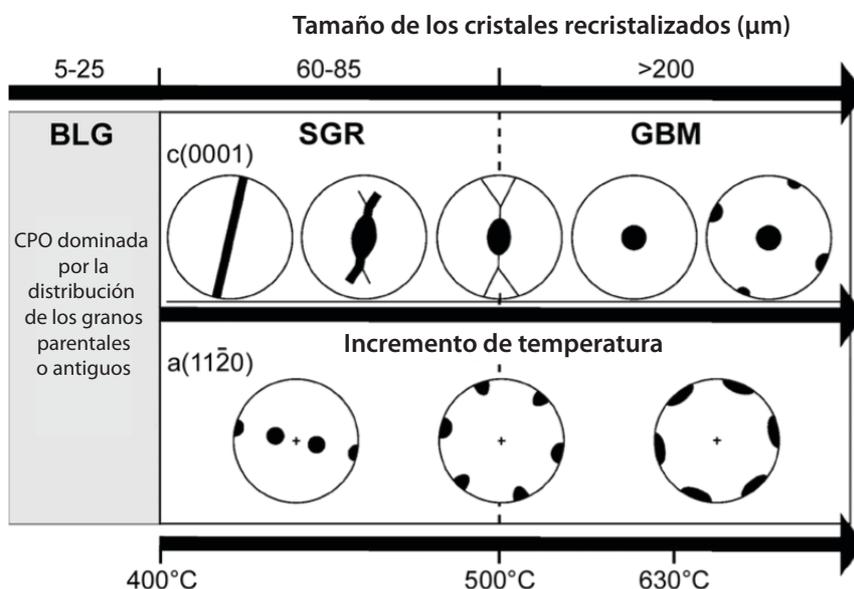


Figura 2.20. Gráfico explicativo relacionando el tamaño de los cristales recristalizados, las orientaciones cristalográficas de los ejes c y a del cuarzo y la temperatura de formación de los nuevos granos de cuarzo. Cizalla dextra. Modificado de Stipp et al. (2002a).

El regimen de bajas temperaturas, la fábrica del cuarzo está dominada por la contribución de los porfiroclastos, los cuales forman un máximo aproximadamente perpendicular al plano de la foliación en el eje c (0001) (Fig. 2.20). A partir del regimen de temperaturas intermedias (~400-500 °C), los procesos de recristalización dinámica se vuelven más generalizados, siendo controlados por SGR. En este caso la CPO exhibe unas guirnaldas cruzadas o guirnaldas simples asimétricas en el eje c (0001). El contraste entre la fábrica de baja temperatura (con porfiroclastos) y la fábrica de temperatura intermedia (con dominios recristalizados) se puede explicar mediante la SGR progresiva, que parece ser un mecanismo eficaz en la generación de nuevas orientaciones en el regimen de temperatura intermedia, o porque los porfiroclastos con un componente de deslizamiento basal tienden a recristalizar primero. Con el incremento de la temperatura (>500 °C) el mecanismo que controla la recristalización es la migración de los límites de grano (GBM) y los granos de cuarzo con un componente de deslizamiento basal desaparecen y se sustituyen por aquellos con un componente de deslizamiento formado por el prisma a, causando que los ejes c se orienten paralelos al eje Y del sistema de referencia (Kruhl, 1996; Mainprice et al., 1986; Schmid et al., 1981).

Fenocristales de cuarzo aplanados y luego totalmente recristalizados por mosaicos de nuevos granos fueron estudiados por Shelley, (1971). Estos nuevos cristales recristalizados no tienen microestructuras internas, como extinción ondulante o subgranos, y la distribución de sus ejes c (0001) son guirnaldas cruzadas tipo II con un ángulo de 40 °, aún variando las condiciones de deformación. De acuerdo con este autor, esta orientación estable puede explicarse por el desarrollo de nuevos cristales debido al crecimiento de los mismos por nucleación, como también fue descrito por den Brok y Spiers, (1991) en cuarcitas deformadas

experimentalmente. Por tanto, la recristalización dinámica por SGR parece conservar el mismo eje de rotación que sus granos parentales o precursores (Trimby et al., 1998).

#### 2.4.1.6 Influencia del agua en la formación de la textura

La presencia de cualquier fluido (agua intergranular, moléculas de hidroxilo...) en las rocas sometidas a deformación tiene una fuerte influencia sobre el comportamiento reológico de los minerales. Por ejemplo, en halitas la SGR es dominante en experimentos anhidros frente a la migración de los límites de grano para muestras húmedas (Trimby et al., 2000)

La presencia de agua es común en las rocas y puede ser responsable de la deformación localizada en la corteza continental. Por ejemplo, las microestructuras de cuarzo recristalizado dentro de venas deformadas en facies de esquistos verdes ricos en fluidos mostraron indicios de *creep* por disolución y precipitación (Takeshita y Hara, 1998). Los cristales con mayores ángulos de desorientación ( $> 90^\circ$ ) no estaban formados por una rotación gradual de subgrano, sino por mecanismos de disolución y precipitación. Otro estudios sugieren que la ausencia de agua impide o hace más lento el proceso de migración de los límites de grano en el cuarzo (Mancktelow y Pennacchioni, 2004).

#### 2.4.1.7 Macla del delfinado

El estudio e interpretación de la macla del delfinado (*Dauphiné twinning*) en el cuarzo ha sido posible gracias a la ayuda de la CPO (e.g. Barton y Wenk, 2007; Menegon et al., 2011a; Wenk et al., 2011a, 2006, 2005). Esta macla está relacionada directamente con el esfuerzo aplicado en cualquier orientación y provoca que los romboedros del cuarzo se orienten paralelos a la dirección del esfuerzo máximo (Pehl y Wenk, 2005). Causa una rotación de los ejes *c* de  $180^\circ$ . Aunque debido a la simetría de cuarzo es en realidad un ángulo de  $60^\circ$ , provocando un cambio en la simetría del mineral, pasando de cuarzo  $\alpha$  (trigonal) a un cuarzo  $\beta$  con una simetría hexagonal. Además, el desarrollo de este tipo de macla puede contribuir significativamente a reducir el tamaño de grano inicial de los cristales de cuarzo en las zonas de deformación (Lloyd, 2004; Lloyd et al., 1992) y ayudar en el desarrollo de nuevos límites de grano (Wheeler et al., 2003).

#### 2.4.2 Plagioclasa (andesina)

Los feldespatos de tipo plagioclasa forman una serie de seis minerales desde la solución sólida más rica en sodio hasta la más rica en calcio: albita, oligoclasa, andesina, labradorita, bytownita y anortita. Todas sus estructuras tienen una simetría triclinica, lo que hace que sea prácticamente imposible diferenciarlas mediante la difracción.

La plagioclasa es un mineral abundante en toda la corteza terrestre. Está presente en algunas rocas volcánicas y en la mayor parte de las rocas ígneas mediante la serie albita-anortita de baja temperatura. Asimismo, es muy común en rocas metamórficas. Su deformación bajo altas temperaturas ( $> 700^\circ\text{C}$ ) ha sido estudiada en rocas deformadas naturalmente y experimentalmente. Varios estudios sugieren que el sistema de deslizamiento (010)[001], es decir, el polo de (010) paralelo al plano de la foliación y la dirección [001], es característico de plagioclasas en condiciones metamórficas de medio y alto grado (facies anfibolíticas superiores y granulíticas) (e.g. Shelley, 1986; Dornbusch et al., 1994; Gómez-Barreiro et al., 2015; Hansen et al., 2013; Ji et al., 2004, 2000, 1994, Ji y Mainprice, 1990, 1988; Kanagawa et al., 2008; Kruhl, 1987; Kruse et al., 2001; Mainprice y Nicolas, 1989; Mehl y Hirth, 2008; Miranda et al., 2016; Montardi y Mainprice, 1987; Stünitz et al., 2003; Svava Olsen y Kohlstedt, 1985; Xie et al., 2003). Sin embargo, a mayor grado metamórfico y en granos totalmente recristalizados también se ha descrito (010)[100] como sistema de deslizamiento (e.g. Díaz-Azpiroz et al., 2011; Dornbusch et al., 1994; Hansen et al., 2013; Ji y Mainprice, 1990; Mehl y Hirth, 2008; Schulmann et al., 1996), o el (001)[100] a temperaturas intermedias (Díaz-Azpiroz et al., 2011;

Marshall y McLaren, 1977; Mehl y Hirth, 2008). Incluso se ha llegado a describir otros sistemas de deslizamiento menos comunes como pueden ser (001)[110] para granos recristalizados (Svahnberg y Piazzolo, 2010), (011)[-100] (Cross, 2015) o (001)[-100] (Miranda et al., 2016).

Otros estudios han considerado que el comportamiento de las plagioclasas está producido por otros mecanismos que no implican deslizamiento de dislocaciones, como puede ser el *creep* por difusión (e.g. Mehl y Hirth, 2008; Pearce et al., 2011; Raimbourg et al., 2008) o la disolución y precipitación.

Las plagioclasas habitualmente presentan un maclado repetitivo que se puede observar en el microscopio petrográfico, pero ocasionalmente pueden presentar la macla de Carlsbad con un máximo normal a [001] incluido en (010) (e.g. Díaz-Aspiroz et al., 2011), la macla simple de Manebach o raramente la macla simple de Baveno (e.g. Olesen, 1987).

### 2.4.3 Granate

En comparación con el cuarzo y la plagioclasa, la cantidad de datos disponibles sobre orientación cristalográfica y deformación experimental para el granate es relativamente mucho más limitada. Este grupo puede ser subdividido en dos series isomorfas (piropo, almandino y espesartina / uvarovita, grosularia y andradita) dependiendo de variaciones en su composición. Estos minerales cúbicos son característicos de rocas metamórficas, aunque también se puede encontrar en rocas ígneas. El granate es un componente importante en la corteza inferior, en el manto superior (e.g. Kavner, 2007) y asociado a rocas de ultra alta presión (eclogitas) en las zonas de subducción.

Estudios iniciales demostraron la deformación plástica del granate (e.g. Carstens, 1971, 1969; Dalziel y Bailey, 1968; Ross, 1973), aunque estudios posteriores sembraron la duda sobre el posible rol de la disolución y precipitación en su ductilidad (e.g. Ji et al., 1997; Ji y Martignole, 1994). No fue hasta la utilización del microscopio electrónico de transmisión (TEM), cuando se demostró la acción de las dislocaciones en la deformación del granate (e.g. Ando et al., 1993; Doukhan et al., 1994; Ji et al., 2003; Voegelé et al., 1998a, 1998b). Varios estudios en rocas deformadas naturalmente han evidenciado la deformación plástica del granate (e.g. Kleinschrodt y McGrew, 2000; Martelat et al., 2012; Prior et al., 2002, 2000).

Está ampliamente aceptado que el granate posee 66 sistemas de deslizamiento disponibles, de los cuales, en el 86% de los casos actúa el sistema de familias  $\langle 111 \rangle \{110\}$  para absorber toda la deformación aplicada (Mainprice et al., 2004). Las PFs para las direcciones [100],  $\langle 111 \rangle$  y [110]; y las IPFs del granate frecuentemente muestran valores muy bajos (e.g. Muramoto et al., 2011).

### 2.4.4 Anfíbol (hornblenda)

Las anfíbolitas están consideradas una de las rocas dominantes en la corteza media (e.g. Fountain y Salisbury, 1981), inferior (e.g. Davidson et al., 2007; Imon et al., 2004; Rudnick y Gao, 2003), y la corteza profunda de los arcos continentales (e.g. Christensen y Mooney, 1995). Ello es debido al amplio rango de presiones y temperaturas soportados por los anfíboles (e.g. Hacker y Christie, 1990; Rooney et al., 1975). Asimismo, su efecto sobre la anisotropía sísmica y reología de la corteza ha cobrado especial relevancia recientemente (e.g. Ji et al., 2013; Ko y Jung, 2015; Weiss et al., 1999).

Los principales sistemas de deslizamiento identificados en cristales de hornblenda deformados experimentalmente o de forma natural son (100)[001] (e.g. Berger y Stünitz, 1996; Cao et al., 2010; Díaz Aspiroz et al., 2007; Gapais y Brun, 1981; Getsinger y Hirth, 2014; Ji et al., 2013; Kitamura, 2006; Ko y Jung, 2015; Mainprice y Nicolas, 1989; Shelley, 1994; Tatham et al., 2008), (010) [001] (e.g. Díaz Aspiroz et al., 2007; Ko y Jung, 2015) y (hk0) [001] (e.g.

Dollinger y Blacic, 1975; Jiang y Skrotzki, 1996; Rooney et al., 1975; Skrotzki, 1992). Además, algunos estudios también han revelado que las maclas predominan en el plano (100) frente al plano (-101) (e.g. Biermann, 1981; Biermann y Van Roermund, 1983; Cao et al., 2010; Cumbest et al., 1989; Dollinger y Blacic, 1975; Hacker y Christie, 1990; Imon et al., 2002; Kenkmann, 2000; Morrison-Smith, 1976).

La presencia de orientación preferente en la hornblenda indica que el *creep* de dislocaciones es el mecanismo de deformación dominante a grandes temperaturas, acompañado habitualmente por recristalización dinámica o rotación rígida de granos, particularmente a menores temperaturas (e.g. Berger y Stünitz, 1996; Cumbest et al., 1989; Ildelfonse et al., 1990; Imon et al., 2004; Kanagawa et al., 2008; Shelley, 1994). Aún a menores temperaturas la deformación se puede acomodar mediante procesos de disolución y precipitación (e.g. Díaz Aspiroz et al., 2007; Stokes et al., 2012) o ya en facies de esquistos verdes (<500 °C) se pueden producir procesos cataclásticos en presencia de fluidos (e.g. Berger y Stünitz, 1996; Brodie y Rutter, 1985).

#### 2.4.5 Clinopiroxeno

El clinopiroxeno es el mayor constituyente mineral de la corteza oceánica y el manto superior (e.g. Bürgmann y Dresen, 2008). Poco se conoce en torno a la orientación preferente del diópsido, ya que la mayor parte de los estudios han sido realizados sobre onfacitas en eclogitas, pero los datos disponibles indican una fuerte similitud con el anfíbol. En general, la orientación preferente característica del clinopiroxeno muestra una distribución de los polos (010) normales a la foliación y las direcciones [001] paralelas a la lineación de la roca para la onfacita (e.g. Bascou et al., 2001; Brenker et al., 2002; Buatier et al., 1991; Godard y van Roermund, 1995; Mainprice y Nicolas, 1989; Skrotzki, 1994; Van Roermund, 1983; van Roermund y Boland, 1981) y para el diópsido (Gómez-Barreiro et al., 2015). Sin embargo, otros sistemas de deslizamiento han sido definidos para un clinopiroxeno deformado de forma natural, como el sistema (100)[001] (e.g. Mainprice y Nicolas, 1989; Philippot y van Roermund, 1992). Por debajo de los 800° C y para una alta deformación interna dominan las maclas en los planos (100) y (001) (Avé Lallemant, 1978). En experimentos de deformación experimental, a mayores temperaturas el *creep* de dislocaciones, el *creep* por difusión y la recristalización dinámica controlan la deformación, dependiendo de la microestructura y la tasa de esfuerzo aplicada (e.g. Bystricky y Mackwell, 2001; Mauler et al., 2001). Asimismo, los sistemas de deslizamiento (100)[001], (010)[100] y {1-10} 1/2<110> han sido documentados en monocristales a unas temperaturas de 800 a 900° C (Ingrin et al., 1992), y a temperaturas aún mayores (> 1000 °C) dominan los sistemas {1-10} 1/2<110> y {110} [001] (Amiguet et al., 2010; Ingrin et al., 1991; Raterron et al., 1994).

#### 2.4.6 Feldespato potásico (ortoclasa)

El feldespato potásico es el componente principal en algunos tipos de rocas, especialmente granitoides, y se desarrolla bajo un amplio rango de condiciones metamórficas, desde facies de esquistos verdes hasta facies eclogíticas (e.g. Altenberger y Wilhelm, 2000; Pryer, 1993). Por ello, su comportamiento frente a la deformación es importante para el estudio de la reología de la corteza continental (e.g. Behrmann y Mainprice, 1987).

Pocas investigaciones se han centrado en estudiar la orientación preferente de este mineral monoclinico. Entre las que destacan, aplicando una deformación artificial, los experimentos de (Scandale et al., 1983; Tullis y Yund, 1977). Todos coinciden en definir, mediante TEM, el polo de (010) paralelo al plano de la foliación. Varios estudios de deformación natural también concuerdan en ese dato (e.g. Debat et al., 1978). Sin embargo discrepan sobre cuál es la dirección de deslizamiento más común, como [101], [100], [001] o 1/2 [1-12] para Sacerdoti et al., (1980), [001] y [100] para Schulmann et al., (1996), [001] para

Franěk et al., (2006), y [100] para Martelat et al., (1999). Incluso este último autor propone otro sistema de deslizamiento, el (001)[100]. Sin embargo, estudios más recientes (Ishii et al., 2007) discrepan e introducen otros sistemas de deslizamiento alternativos para el feldespato potásico, como son (100)[010] y (101)[010]. Al igual que las plagioclasas, los feldespatos potásicos exhiben gran variedad de maclas, como pueden ser la macla de Carlsbad de tipo penetrativo o de contacto y las maclas de Baveno y Manebach.

La activación del *creep* de dislocaciones actúa con ayuda del *creep* de disolución y precipitación en el desarrollo de la orientación preferente de la ortoclasa, asociada a procesos de recristalización bajo facies de esquistos verdes ricos en fluidos (e.g. Hippertt, 1994), o en facies anfibolíticas (e.g. Berger y Stünitz, 1996; Menegon et al., 2008; Wintsch y Yi, 2002) e incluso durante la anatexia (e.g. Álvarez-Valero et al., 2005).

## 2.5. Propiedades elásticas

### 2.5.1 Medida de la elasticidad

Las propiedades elásticas y las velocidades de propagación de las ondas sísmicas en un agregado policristalino pueden calcularse mediante un método experimental. Este usa la propagación de ondas con una frecuencia conocida (variaciones en la resonancia natural, fenómeno de dispersión fotón-fotón y la propagación de ondas ultrasónicas) que atraviesan los cristales individuales o agregados policristalinos que se quieren estudiar, para medir la velocidad y la dirección de salida estas ondas, la elasticidad global y el módulo de cizallamiento del agregado. Estos experimentos se llevan a cabo en condiciones controladas de presión y temperatura para simular las condiciones internas de la Tierra y sus efectos en la propagación de las ondas sísmicas (Bass, 1995; Liebermann et al., 1998; Stixrude, 2000).

Otra manera de determinar las propiedades sísmicas de un agregado anisotrópico, la cual será utilizada en este estudio, es mediante el cálculo de la contribución de cada una de las fases minerales que lo componen y estudiar su efecto en la velocidad de propagación de las ondas y su anisotropía. Para ello, se tienen en cuenta la presencia o ausencia de orientaciones preferentes de la red cristalina u orientaciones de forma de cada una de los minerales, la integración de sus diferentes constantes elásticas (policristales), su volumen molar (densidades) y su proporción modal dentro de la roca. En este apartado se presenta un resumen, definiendo las constantes elásticas y sus propiedades relativas a la simetría del cristal.

### 2.5.2 Constantes elásticas

El término deformación elástica hace referencia a una deformación interna instantánea con el esfuerzo aplicado y reversible cuando dicho esfuerzo es retirado. Esa deformación reversible propaga una onda sísmica por el medio cristalino. La ley de Hooke explica la relación lineal entre la deformación interna  $\varepsilon$  (*strain*) y un esfuerzo aplicado  $\sigma$  (*stress*). Para que se cumpla, el esfuerzo debe ser aplicado durante un período reducido de tiempo o a bajas temperaturas.

$$\sigma = M\varepsilon$$

donde  $M$  es una constante elástica, comúnmente medida en GPa. Para un material isotrópico, sólo hay dos tipos de deformación interna, llamadas deformación interna volumétrica y deformación interna de cizalla. La respuesta de un material debe ser la misma para todos los tipos de deformación interna de cizalla. En consecuencia y ya que tanto el esfuerzo como la deformación interna son tensores de segundo rango,

$$\sigma_{ij} = \lambda \delta_{ij} \sum_k \varepsilon_{kk} + 2\mu \varepsilon_{ij}$$

donde  $\lambda$  y  $\mu$  son las constantes de Lamé y  $\delta_{ij}$  es la delta de Kronecker ( $\delta_{ij} = 1$  para  $i = j$ ,  $\delta_{ij} = 0$  para  $i \neq j$ ). Entonces el módulo de volumen (*bulk modulus*), o *incompresibilidad*  $K$  es,

$$K = \lambda + \frac{2}{3}\mu, \quad \sigma_{ij} = 2\mu\varepsilon_{ij} = 2\tau_{ij} (i \neq j)$$

donde  $\tau_{ij} = \sigma_{ij}/2$  es el esfuerzo de cizalla y  $\mu$  es el módulo de cizalla.

Considerando una compresión uniaxial lo largo de la dirección  $x_1$ , todos los componentes de la matriz de esfuerzos tienen un valor cero, excepto  $\sigma_{ij}$ . En este caso la ecuación de la deformación interna se convierte en,

$$\sigma_{11} = \lambda \sum_k \varepsilon_{kk} + 2\mu\varepsilon_{11}; \quad \sigma_{22} = \lambda \sum_k \varepsilon_{kk} + 2\mu\varepsilon_{22} = 0; \quad \sigma_{33} = \lambda \sum_k \varepsilon_{kk} + 2\mu\varepsilon_{33} = 0$$

La relación o coeficiente de Poisson ese define como:

$$v = -\frac{\varepsilon_{22}}{\varepsilon_{11}} = -\frac{\varepsilon_{33}}{\varepsilon_{11}}$$

$$v = \frac{\lambda}{2(\lambda + \mu)} = \frac{3K - 2\mu}{2(3K + \mu)} = \frac{3(K/\mu) - 2}{2(3(K/\mu) + 1)}$$

De ahí se deduce que la velocidad de las ondas sísmicas  $V_p$  y  $V_s$  en un medio isótropo se rige por las siguientes fórmulas, dependiendo de la densidad  $\rho$  del medio que atraviesen,

$$V_p = \sqrt{\frac{K + \frac{4}{3}\mu}{\rho}} \quad V_s = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}}$$

Esta aproximación de la elasticidad en un medio isótropo es correcta, pero la mayoría de los minerales que componen la Tierra son cristales que muestran un grado de anisotropía. Por ello, se necesita utilizar constantes elásticas  $C_{ijkl}$  de cuarto rango considerando el esfuerzo y la deformación interna como tensores de segundo rango. Entonces,

$$\sigma_{ij} = \sum_{kl} C_{ijkl} \varepsilon_{kl}$$

siendo  $C_{ijkl}$  un tensor de cuarto orden representado en una matriz de  $3 \times 3 \times 3 \times 3 = 81$  elementos. Habitualmente los tensores de elasticidad se expresan bajo la notación de Voigt, en una matriz de  $6 \times 6 = 36$  elementos (Karato, 2008). Aunque las constantes elásticas se expresarían como un tensor de segundo rango ( $C_{pq}$ ) con esta notación, son tensores de cuarto rango y por tanto, cuando uno realiza una transformación de coordenadas, hay que volver a la notación completa y seguir la regla para la transformación de un tensor de cuarto rango.

$$C_{ijkl}(3 \times 3 \times 3 \times 3) = C_{pq}(6 \times 6)$$

$$p = i = j \text{ si } i = j; q = k = l \text{ si } k = l$$

$$p = 9 - i - ij \text{ si } i \neq j; q = 9 - k - l \text{ si } k \neq l.$$

$$C_{pq} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16} \\ C_{21} & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{26} \\ C_{31} & C_{32} & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36} \\ C_{41} & C_{42} & C_{43} & C_{44} & C_{45} & C_{46} \\ C_{51} & C_{52} & C_{53} & C_{54} & C_{55} & C_{56} \\ C_{61} & C_{62} & C_{63} & C_{64} & C_{65} & C_{66} \end{bmatrix}$$

La propagación de las ondas sísmicas en un material anisótropo es dependiente de las direcciones de propagación comunes en los cristales que forman los materiales del estudio y

de la simetría de sus constantes elásticas (Lloyd y Kendall, 2005). Si considera que  $C_{pq} = C_{qp}$ , todas las matrices que representan las propiedades elásticas son simétricas respecto de su diagonal. Dependiendo del sistema cristalino del mineral que estemos trabajando, la matriz que forman las constantes elásticas tendrá un número de constantes elásticas independientes, es decir, que no se pueden repetir dentro de la matriz. El sistema triclinico tiene un mayor número de elementos independientes en la matriz, 21. Con el aumento en la simetría del cristal, hay una reducción progresiva de las constantes elásticas independientes, por lo que los minerales del sistema monoclinico tiene 13 módulos independientes, el sistema ortorrómbico 9, el simetría trigonal y el tetragonal, 6 o 7, el hexagonal 5 y los minerales cúbicos, 3 módulos elásticos independientes (Tabla 2.2). Para una información más detallada sobre la simetría de las constantes elásticas dentro de sus matrices, consúltese Nye, (1985).

Sistema cristalino	Número de constantes elásticas independientes	Minerales utilizados en este estudio
Cúbico	3	Granate
Hexagonal	5	
Tetragonal	6,7	
Trigonal	6,7	$\alpha$ -Cuarzo
Ortorrómbico	9	
Monoclinico	13	Hornblenda, Ortoclasa, Diópsido, Biotita
Triclinico	21	Plagioclasa, distena

Tabla 2.2. Relación del número de constantes elásticas independientes con sus sistemas cristalinos.

### 2.5.3 Cálculo de las propiedades elásticas de un agregado cristalino

El primer paso para el cálculo de la velocidad de propagación y la anisotropía de las ondas sísmicas de un material o agregado anisotrópico, en este caso una roca, es calcular las propiedades elásticas de todos los cristales con la misma composición mineral, e.g. las propiedades elásticas del conjunto de cristales de cuarzo. Se las conoce como las propiedades elásticas del policristal. Luego es indispensable conocer cómo se distribuyen y se disponen dentro de la roca las diferentes fases minerales, es decir su textura. Esto se determina utilizando la ODF para cada una de las fases del agregado mineral. Además, se necesita conocer el sistema de referencia de la muestra, para poder rotar la constante elástica de cada policristal de forma coherente con la del agregado.

Matemáticamente, la constante elástica del agregado mineral será dada por la integración o la suma de todas las constantes elásticas de cada policristal con un cierto volumen  $V$  y una orientación  $g$ . Por ejemplo, sumar las constantes elásticas de los policristales de plagioclasa, hornblenda, diópsido y granate, para conocer la constante elástica de una anfibolita.

$$\langle C_{ijkl} \rangle^m = \int C_{ijkl}(g) \cdot f(g) \cdot dg$$

$$\langle C_{ijkl} \rangle^m = \sum C_{ijkl}(g) \cdot V(g)$$

donde  $C_{ijkl}$  es la constante elástica del agregado  $m$  y  $V(g)$  representa fracción volumétrica de un cristal con una orientación preferente  $g$ . Existen varias estimaciones o medias simples suponiendo constante la deformación interna (Voigt, 1928) o el esfuerzo (Reuss, 1929) dentro del volumen del agregado mineral. Los resultados pueden ser similares en los agregados policristalinos compuestos de cristales elásticamente y razonablemente isotrópicos y equiaxiales, pero puede variar cuando los granos poseen alta anisotropía de

forma y elástica, e.g. en silicatos (e.g. Wenk et al., 2012). La media de Voigt proporciona valores mayores que la media de Reuss (Mainprice et al., 2000). Además, otro tipo de estimaciones intermedias puede llevarse a cabo como media aritmética (Hill, 1952) o media geométrica (Matthies y Humbert, 1995).

Para obtener la velocidad sísmica en el agregado se necesita resolver el determinante de la ecuación de Christoffel (Nye, 1985):

$$\det[C_{ijkl} \cdot X_i \cdot X_j - \rho V^2 \delta_{kl}]$$

$$\det[T_{ik} - \rho V^2 \delta_{kl}]$$

En esta ecuación,  $C_{ijkl}$  es el tensor de proporcionalidad de cuarto orden con relación a los tensores de esfuerzo  $X_i$  y deformación interna  $X_j$ ,  $T_{ik}$  (matriz simétrica de 3 x 3 de Christoffel) es la expresión de la dirección de propagación de una onda,  $\delta_{kl}$  es la delta de Kronecker,  $\rho$  la densidad media del conjunto del agregado y  $V$  es la velocidad de una fase en una dirección determinada. La resolución de esta ecuación puede proporcionar tres resultados diferentes. La primera solución es la velocidad de las ondas compresionales ( $V_p$ ), cuya dirección de polarización es paralela a la dirección de propagación. Las otras dos soluciones corresponden a las ondas transversales ( $V_s$ ), para cuyas direcciones de polarización son perpendiculares a la dirección de propagación (Fig. 2.21). Esta última se divide en dos, una más veloz ( $V_{s1}$ ) y otra más lenta ( $V_{s2}$ ). Como la constante elástica es simétrica, la matriz Christoffel también lo será, de manera que cada una de estas tres soluciones poseerá un vector de desplazamiento que es perpendicular a los otros dos.

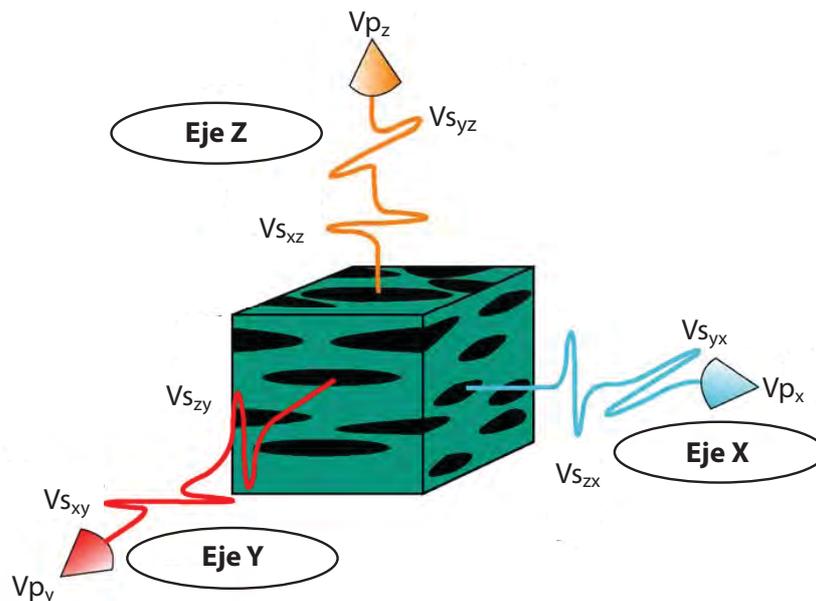


Figura 2.21. Diagrama esquemático que muestra la propagación de las ondas compresionales ( $V_p$ ) y las ondas transversales ( $V_s$ ), cuyas direcciones son perpendiculares a la dirección de propagación de la onda, en un sistema de referencia estructural. Los subíndices indican los componentes de la propagación de las ondas. Modificado de Barruol & Mainprice (1993).

Para calcular las propiedades sísmicas de los agregados utilizados en este estudio (Tabla 2.3), se han utilizado las constantes elásticas del monocristal a temperatura ambiente para la hornblenda (Aleksandrov y Ryzhova, 1961), diópsido (Isaak et al., 2006), cuarzo (Heyliger et al., 2003), andesina (Kaercher et al., 2014), granate (Jiang et al., 2004), ortoclasa (Hearmon, 1984), biotita (Militzer y Kaercher, unpublished) y distena (Yao et al., 2007).

$c_{ij}$	A) Single Crystal							
	Hbl	Cpx	Grt	Pl	Qtz	Or	Bt	Ky
Gpa	Alexandrov & Ryzhova, 1961	Isaak et al., 2005	Jiang et al., 2004	Kaercher et al., 2014	Heyliger et al., 2003	Hearmon et al. 1984	Militzer & Kaercher, unpublished	Yao et al, 2007
<b>C11</b>	116.00	228.10	304.40	99.20	87.26	105.00	46.60	363.30
<b>C12</b>	44.90	78.80	110.30	50.30	6.57	36.00	17.15	102.30
<b>C13</b>	61.40	70.20	110.30	38.50	11.95	28.50	15.85	76.00
<b>C14</b>	0	0	0	9.60	-17.18	0	0	10.10
<b>C15</b>	4.30	7.90	0	-0.20	0	0	0	23.60
<b>C16</b>	0	0	0	-1.10	0	-12.90	2.27	7.00
<b>C22</b>	159.70	181.10	304.40	169.40	87.26	59.60	177.50	363.40
<b>C23</b>	65.50	61.10	0	22.00	11.95	36.20	38.40	107.80
<b>C24</b>	0	0	0	-4.80	17.18	0	0	-21.80
<b>C25</b>	-2.50	5.90	0	-2.10	0	0	0	-0.10
<b>C26</b>	0	0	0	-2.50	0	-11.90	-22.90	2.70
<b>C33</b>	191.60	245.40	304.40	165.20	105.8	158.00	178.50	363.30
<b>C34</b>	0	0	0	8.70	0	0	0	-27.00
<b>C35</b>	10.00	39.70	0	6.70	0	0	0	-13.70
<b>C36</b>	0	0	0	-9.30	0	-5.70	-6.88	-6.10
<b>C44</b>	57.40	78.90	94.60	25.10	57.15	37.00	69.80	164.00
<b>C45</b>	0	0	0	-0.50	0	-2.60	-12.90	-15.70
<b>C46</b>	-6.20	6.40	0	-0.30	0	0	0	-2.40
<b>C55</b>	31.80	68.20	94.60	28.50	57.15	13.90	12.90	103.70
<b>C56</b>	0	0	0	0	-17.18	0	0	1.90
<b>C66</b>	36.80	78.10	94.60	37.50	40.34	20.30	12.90	120.90
$\rho$ g cm <sup>-3</sup>	3.150	3.290	4.155	2.720	2.660	2.563	2.800	3.670

Tabla 2.3. Constantes elásticas de los monocristales utilizados para este estudio.

### 2.5.4 Anisotropía sísmica

La variación de la velocidad de la onda elástica con la orientación de su dirección de propagación se conoce como anisotropía azimutal ( $AV_p$ ). Para este estudio, ha sido determinada en dos formas diferentes, ya que una velocidad media puede ser difícil de definir cuándo las texturas son fuertemente asimétricas. La primera forma se define como,

$$AV_p(\%) = 200 \cdot (V_{Pmax} - V_{Pmin}) / (V_{Pmax} + V_{Pmin})$$

y la segunda manera utiliza el concepto de Birch, (1961) para normalizar la velocidad media, medida a lo largo de ejes X, Y, Z de muestra (Fig. 2.22). Se calcula como,

$$AV_{p(xz)} = 100 \cdot \frac{(V_{Pmax} - V_{Pmin})}{V_{Pmean}}; V_{Pmean} = \frac{(V_{PX} + V_{PY} + V_{PZ})}{3}$$

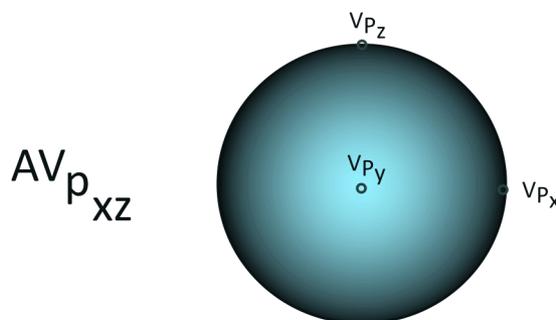


Figura 2.22. Sistema de referencia en una figura de polos para la medición de la anisotropía  $AV_{p(xz)}$

La anisotropía siempre viene dada por un valor numérico, un porcentaje (%), que proporciona una indicación de la propagación de las ondas dentro de un material anisótropo.

### 2.5.5 Implicaciones macroscópicas

La elasticidad refleja la naturaleza de los enlaces químicos y la estructura cristalina de los minerales. La activación de diversos sistemas de deslizamiento dominantes en los diferentes minerales que componen una roca provocará la modificación de las propiedades elásticas del conjunto de la roca. La presión y temperatura también controlan las propiedades elásticas. Es decir, si la estructura cristalina ha sufrido uno o varios procesos de deformación, esto se verá reflejado en sus constantes elásticas (Barruol y Mainprice, 1993).

Por otra parte, la propagación de las ondas sísmicas en un material está parcialmente controlada por la elasticidad. Sus velocidades se utilizan para el estudio detallado de la composición del interior de la Tierra y su dinámica. Uno de los modelos de velocidad existentes es el PREM (*preliminary reference Earth model*- modelo de la Tierra preliminar de referencia) desarrollado por Dziewonski y Anderson, (1981). Es un modelo unidimensional en el que todos los parámetros físicos cambian sólo con la profundidad (Fig. 2.23). En este modelo, la Tierra se divide en varias capas, la corteza, manto superior (~400 km), zona de transición (~400-670 km), manto inferior (~670-2890 km) y núcleo (~2890-6370 km).

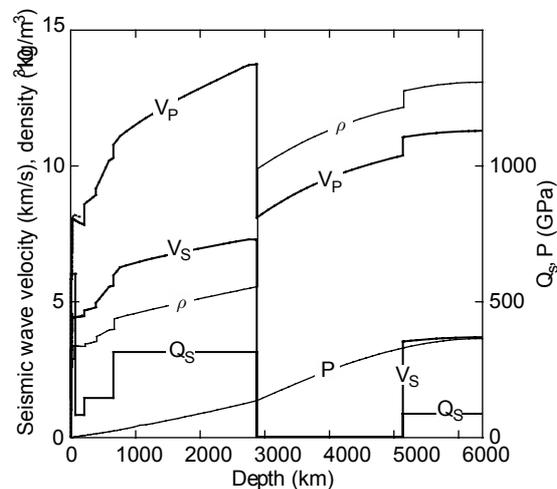


Figura 2.23. Modelo PREM de la estructura de la tierra. Modificado de Dziewoński & Anderson(1981).  $V_P$  (km/s), velocidad de las ondas P;  $V_S$  (km/s), velocidad de las ondas S;  $\rho$  densidad; P presión.

Sin embargo, hasta ahora se ha explicado la propagación de estas ondas a través de un medio isótropo, sin tener en cuenta las variaciones azimutales de las ondas P, las discrepancias de dispersión de ondas superficiales y el efecto de birrefringencia en las ondas S (Fig. 2.24). En un medio isótropo los elementos que lo componen poseen una distribución aleatoria, al contrario que un medio anisótropo donde los materiales que lo constituyen reflejan algún tipo de organización interna. Los materiales anisótropos están relacionados con variaciones laterales presentes en la Tierra (e.g. Mainprice, 2007).

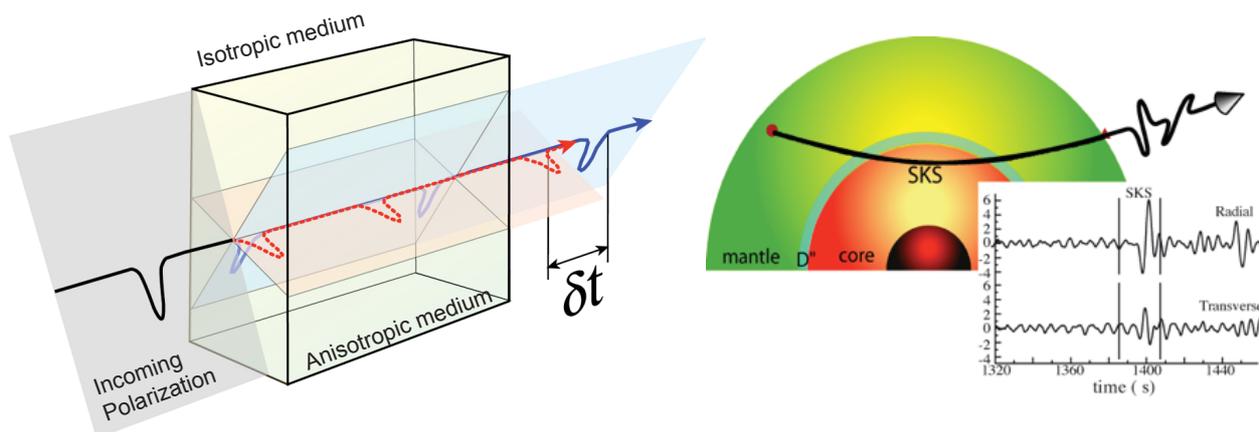


Figura 2.24. Gráfico explicativo de la birrefringencia de las ondas S al atravesar un medio anisotrópico y su posible respuesta en el interior de la Tierra. Extraído de <http://garnero.aus.edu>.

La polarización de las ondas sísmicas en la corteza superior sucede por la presencia de fallas y fracturas alineadas en una dirección dominante (Crampin y Booth, 1985; Kaneshima, 1990). Este efecto podría estar relacionado con la presencia de rocas sedimentarias, la alineación preferente de los poros (SPO) o el crecimiento de minerales orientados y/o precipitados a partir de una solución (Kanitpanyacharoen et al., 2011; Valcke et al., 2006; Wenk et al., 2008). Sin embargo, en la corteza inferior, la fuerte anisotropía sísmica predominante en ciertas regiones parece ser debida a la deformación plástica de los minerales que la componen, mostrando una fuerte orientación preferente (e.g. Bascou et al., 2001; Gómez-Barreiro y Martínez Catalán, 2012; Mainprice et al., 2000; Menegon et al., 2008; Siegesmund y Kern, 1990). No obstante la comprensión de la anisotropía sísmica en rocas de la corteza terrestre está mucho menos avanzada que en el manto debido a que las zonas con una fuerte anisotropía en la corteza (e.g. zonas de cizalla) están limitadas a regiones estrechas con espesores que, en general, son menores que la longitud de las ondas sísmicas comunes. Por ello, el efecto de anisotropía es muy débil o nulo en el caso de las ondas sísmicas que tienen gran longitud de onda (e.g. Silver, 1996). Además, la presencia predominante de fases mineralógicas de baja simetría hace que su interpretación sea compleja.

La justificación de las diferencias en la velocidad y la dirección de propagación de las ondas sísmicas, tanto primarias como superficiales, en el manto superior se atribuye al desarrollo de la orientación preferente de minerales, particularmente olivino y ortopiroxeno (e.g. Nicolas y Christensen, 1987; Tommasi et al., 2000). Estudios de Beghein y Trampert, (2003); Montagner y Kennett, (1996); Trampert y van Heijst, (2002) mostraron evidencias de una polarización en la zona de transición. Sin embargo, el significado geodinámico de esta observación es controvertido. La ausencia de una fuerte anisotropía en la mayor parte del manto inferior, y la presencia de anisotropía significativa en la capa D'' se pueden explicar de forma natural por la dinámica de la convección del manto y la naturaleza general de los mecanismos de deformación en los agregados policristalinos presentes (Karato, 2008). Sobre el rol de los posibles minerales que actúan existe una amplia literatura al respecto (e.g. Kaercher et al., 2012; Wenk et al., 2011b).

# CAPÍTULO 3: METODOLOGÍA

CHAPTER 3:  
METHODOLOGY



### 3.1. Naturaleza de la onda y dispersión de Bragg

La difracción es un fenómeno físico de interferencia causado por la dispersión de una onda al encontrarse con un obstáculo en su trayectoria de propagación. Ocurre con cualquier tipo de onda, ya sea acústica, sísmica o electromagnética, etc. La difracción emplea la dualidad onda-partícula de neutrones, electrones o rayos X, para la determinación y la comprensión de las estructuras cristalinas; y para conocer las posiciones que ocupan los átomos en dentro de esas estructuras.

La geometría de la difracción de los cristales tiene que cumplir las condiciones expresadas en la ley de Bragg. Esta ley describe el principio de difracción de los neutrones, rayos X o cualquier otra onda electromagnética, en términos de la reflexión, dentro de los planos cristalinos de un material, que son caracterizados por un índice triple  $hkl$  y conocidos como los índices de Miller. Los planos paralelos que tienen los mismos índices están igualmente espaciados por una distancia  $d_{hkl}$ . Para una longitud de onda ( $\lambda$ ) dada, los neutrones o rayos X penetran dentro del material con un haz incidente de ángulo  $\theta$  donde la reflexión ocurre en miles de planos paralelos consecutivos  $hkl$ . Los haces son reflejados en la misma dirección y con un ángulo  $\theta$ , ocurriendo una superposición de los rayos difractados, y satisfaciendo la ecuación de Bragg:

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda$$

donde  $n$  es un número entero que indica el orden de la reflexión.

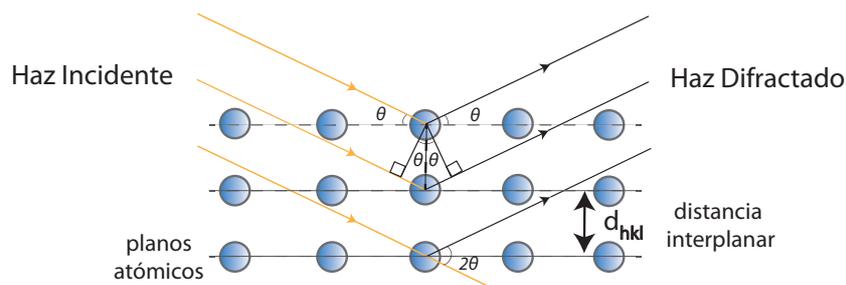


Figura 3.1. Representación esquemática de la Ley de Bragg, donde  $n$  es el orden de la reflexión.

#### 3.1.1 Geometría de la difracción.

La geometría de la difracción se representa de manera simplificada con la ayuda de la esfera de Ewald (Fig. 3.2). Su radio es  $1/\lambda$  cuando cada vector recíproco  $h = \{hkl\}$  toma todas orientaciones posibles. Los extremos de los vectores forman una esfera, llamada esfera del polo  $\{hkl\}$ , con centro en  $O'$  y radio  $\|h\|$ . Cada esfera del polo intercepta la esfera de Ewald en un círculo menor, porque los rayos difractados se distribuyen en forma de cono con su eje paralelo al haz incidente desde el origen  $O$  con un ángulo medio de  $2\theta_{hkl}$ . Con estas condiciones, los vectores de la esfera de polos que tengan su extremo dentro de la esfera de polo cumplirán la ley de Bragg, y su haz difractado formará los llamados anillos de Debye-Scherrer en un detector plano.

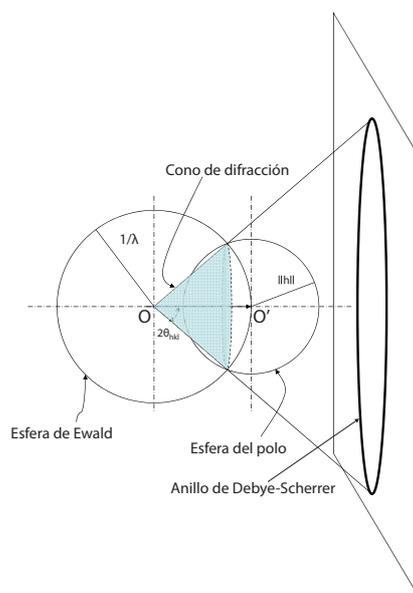


Figura 3.2. Representación simplificada de la esfera de Ewald en dos dimensiones.

En el caso materiales con orientación preferente o textura, los extremos del vector recíproco estarán alrededor de zonas llamadas polos, estas zonas pueden ser muy puntuales en los casos de cristales únicos (*single crystals*) o de policristales con una fuerte orientación.

### 3.1.2 Representación de la difracción

Habitualmente la difracción se representa mediante un patrón de difracción. Es una gráfica que expresa el recuento de un detector frente a una distancia, ya sea la distancia interplanar o el ángulo de Bragg ( $2\theta$ ). En la Figura 3.3 se puede observar una representación simplificada de la difracción sobre un monocristal, un agregado monofásico intensamente orientado y un agregado monofásico con orientación al azar.

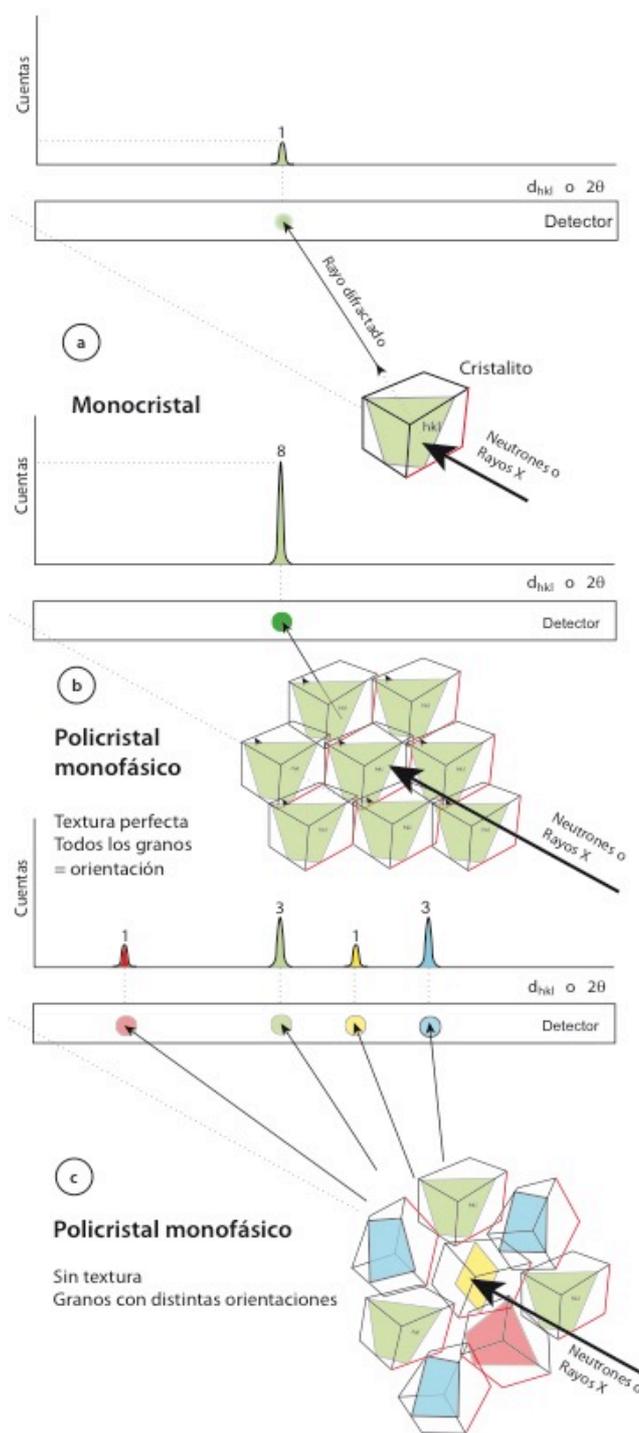


Figura 3.3. (a) Patrón de difracción en el caso de un cristalito o *single cristal*. (b) Patrón de difracción para un agregado monofásico orientado y (c) un agregado monofásico con orientación al azar.

### 3.1.3 Cálculo de la longitud de onda

La ecuación de Broglie permite calcular la longitud de onda ( $\lambda$ ) de un haz de partículas, ya sean neutrones o electrones, a través de la constante de Planck  $h$ , la masa  $m$  y la velocidad  $v$  de la partícula (Dingley et al., 1995):

$$\lambda = \frac{h}{mv}$$

### 3.2. Interacción de los neutrones con la materia

Un neutrón es una partícula elemental que se encuentra en el núcleo de los átomos. Como todas las partículas de escala atómica (protones, electrones, fotones, etc.) tiene carácter y propiedades de onda (longitud de onda) y partícula (masa). Debido a esta dualidad, los neutrones pueden ser dispersados de forma inelástica, perdiendo o ganando energía durante ese proceso. No obstante, si no hay transferencia significativa de energía, los neutrones interactúan con el núcleo sufriendo procesos de dispersión elástica e incluso de difracción en los planos cristalinos de la muestra si cumplen la ley de Bragg.

Los neutrones poseen unas propiedades únicas que se detallarán a continuación para la investigación de la materia condensada y, en particular, para el estudio de la textura mineral en muestras geológicas.

#### 3.2.1 Propiedades y aplicaciones

Principalmente los neutrones son dispersados por el núcleo de los átomos porque al ser eléctricamente neutros, tienen una carga neta de cero, y la interacción electromagnética con los electrones orbitales es casi nula. Ello provoca una absorción mucho menor ( $\mu \sim 10^{-2}$ ) y una mayor profundidad de penetración de los neutrones frente a los rayos X (Knorr y Depmeier, 2006) posibilitando una mayor velocidad en el análisis de las muestras. Esto es relevante para muestras geológicas irregulares, de gran tamaño de grano (varios  $\text{cm}^3$ ) o gran porosidad, ya que permite usar una gran cantidad de muestra sin necesidad de preocuparse de la absorción (Winkler, 2006).

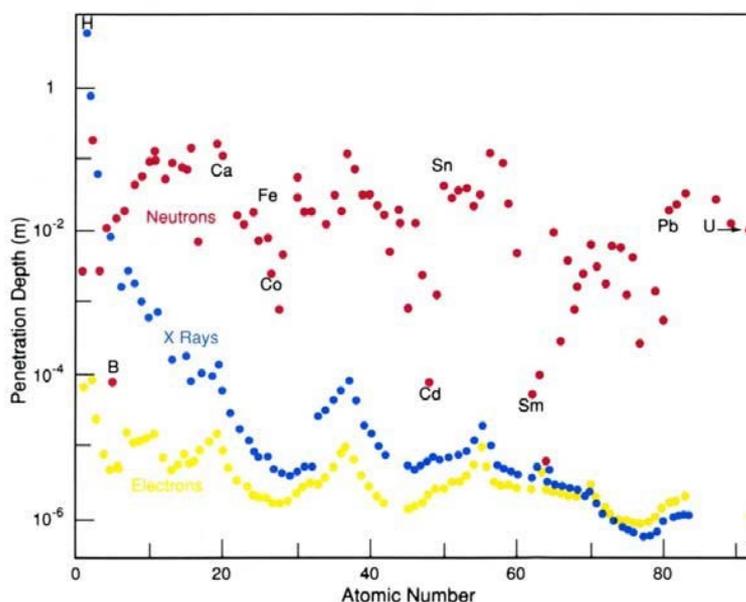


Figura 3.4. Penetración de los neutrones (color rojo), rayos X (color azul) y electrones (color amarillo) en función del número atómico del elemento. Extraído de Reiche (2012).

Además, la intensidad de la dispersión coherente de los neutrones es independiente del número atómico ( $Z$ ) del elemento analizado, al contrario que la intensidad de los rayos X que aumenta de forma proporcional con  $Z$ , ya que estos interactúan fundamentalmente con la nube de electrones del átomo (Fig. 3.5). Gracias a esta independencia, la difracción neutrónica puede ser usada para el estudio de elementos cercanos en la tabla periódica. Por ejemplo, múltiples minerales forman parte de soluciones sólidas con elementos similares, y su determinación es fundamental para establecer la estabilidad termodinámica del sistema al que pertenecen (Si/Al en feldespatos, Mg/Fe en biotitas, o Mn/Fe en olivino y perovskita). Esto es prácticamente imposible de distinguir usando rayos X (Redfern, 2006; Wenk, 2012). También

debido a esta cualidad, los diferentes isótopos de los mismos elementos pueden ser distinguidos con la difracción neutrónica (e.g.  $^1\text{H}$ , hidrógeno y  $^2\text{H}$ , deuterio). Asimismo, la dispersión de los elementos ligeros (hidrógeno, litio y berilio) es similar en magnitud al de los pesados, de modo que también pueden ser detectados por difracción de neutrones (Salzmann et al., 2006).

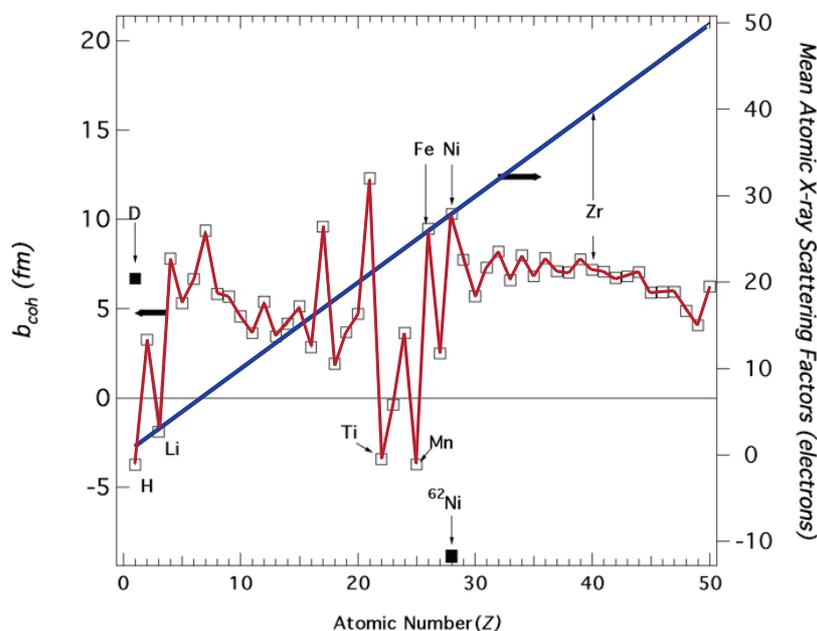


Figura 3.5. Gráfica que representa la intensidad de la dispersión coherente de los neutrones (color rojo) frente a la dispersión de los rayos X (color azul) en función del número atómico del elemento. Modificado de Von Dreele (2006).

La intensidad de dispersión de los rayos X depende fuertemente del ángulo de difracción ( $\sin\theta/\lambda$ ). Mientras que en los neutrones aunque la intensidad disminuye un poco debido a las vibraciones térmicas y otros efectos, la dispersión es isótropa, y no existe tal dependencia angular de  $\theta$ . Por ello, los picos de difracción a altos ángulos se analizan mejor mediante difracción neutrónica. Además, los instrumentos de difracción neutrónica utilizados para este estudio proporcionan una excelente resolución espacial (Vogel et al., 2004). Dado que la señal de difracción es más fuerte, las estadísticas de granos son mejores que con rayos X convencionales. Esto permite una mejor deconvolución de los picos superpuestos en los patrones de difracción que habitualmente exhiben rocas polifásicas y minerales de baja simetría, determinado de forma fiable su función de distribución de orientaciones (ODF) y obteniendo mayores intensidades en las figuras de polos (PFs).

La transparencia relativa a los neutrones en ciertos materiales (e.g. Boro/Cadmio), debido a su alto grado de penetración, permite su utilización para la construcción de contenedores o escudos invisibles en la realización de investigaciones en ambientes como enfriamiento (criostatos) y calentamiento, o en estudios dinámicos de desarrollo de la textura bajo deformación *in situ* (Van Petegem et al., 2016). También pueden construirse de Vanadio, porque su señal de difracción es muy baja, ya que su dispersión coherente es muy pequeña.

Aunque el neutrón no tiene una carga magnética neta, por lo que no interactúa con la carga del electrón, sí tiene un momento magnético ( $\mu_n = -0.9662 \cdot 10^{-26} \text{ J T}^{-1}$ ), un espín de  $1/2$ , que interactúa con los espines de los electrones desaparejados de la muestra analizada (Harrison, 2006). Generalmente, la intensidad de este dipolo magnético es inferior a la interacción nuclear y se desestima para el análisis textural. No obstante, esta dispersión magnética se puede utilizar en algunos minerales ferromagnéticos con altas proporciones de

Fe y Mn (e.g. magnetita o hematites) para la determinación de estructuras magnéticas complejas (Von Dreele, 2006).

### 3.2.2 Generación de neutrones

Los neutrones utilizados experimentalmente no pueden ser producidos en laboratorio y deben ser generados poco antes de su empleo, porque su vida media es de alrededor de  $881.5 \pm 1.5$  segundos (Nakamura et al., 2010). Principalmente existen dos mecanismos que proporcionan neutrones como una herramienta de investigación: a partir de reacciones de fisión nuclear llevadas a cabo en reactores nucleares, o por un proceso llamado fuentes de espalación. Ambos procesos han sido usados para la obtención de resultados en esta tesis y por ello se describen con más detalle a continuación.

#### 3.2.2.1. Fisión nuclear en ILL

Los reactores nucleares son una fuente fiable de neutrones empleando reacciones de fisión nuclear en cadena a partir de un núcleo pesado fisionable. La fisión ocurre cuando un núcleo de uranio enriquecido ( $^{235}\text{U}$ ), cuyo número de neutrones superan en un 40% al número de protones, captura un neutrón. El núcleo resultante excitado oscila hasta que la fuerza de repulsión de Coulomb le obliga a dividirse en dos fragmentos de masa casi iguales. Cada fisión libera rápidamente ( $\sim 10^{-15}$  s) dos o tres neutrones. Uno de estos neutrones libres hace posible la reacción en cadena, desencadenando la liberación de una nueva generación de neutrones.

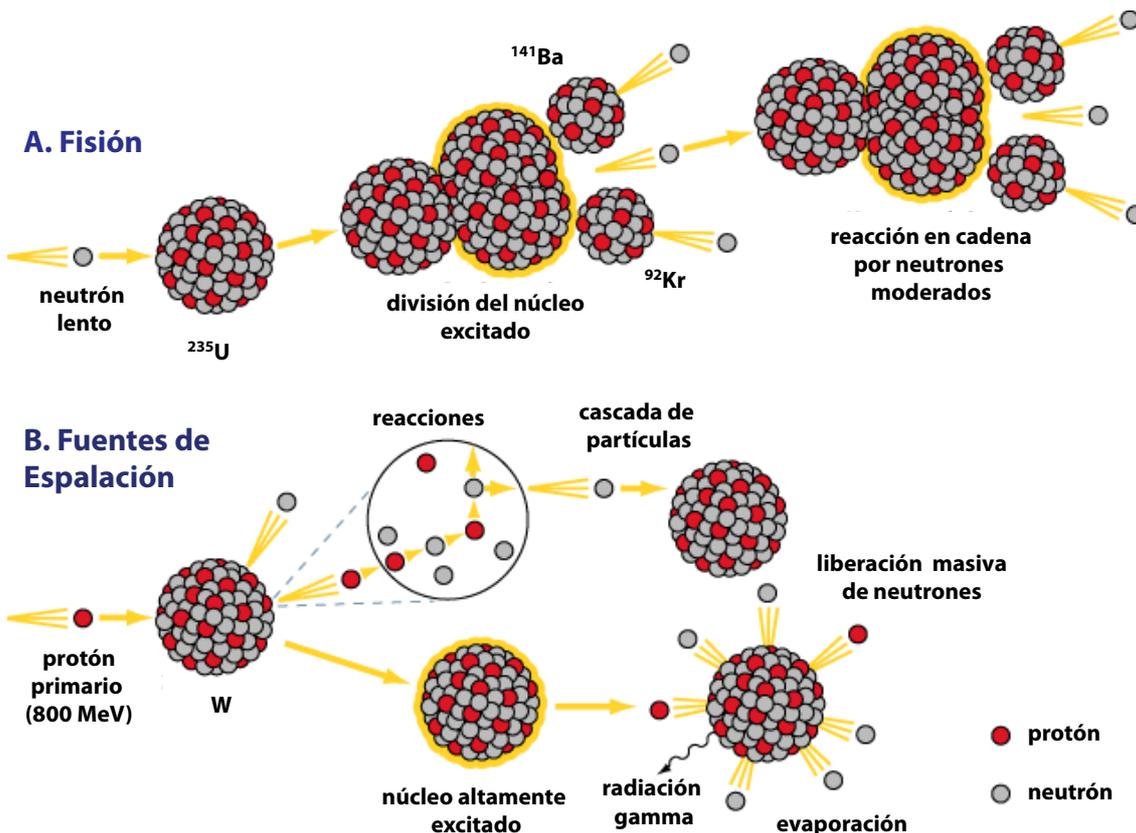


Figura 3.6. (a) Esquema de un proceso de fisión y (b) un proceso de fuentes de espalación. Modificado de [www.weltderphysik.de](http://www.weltderphysik.de).

Cada evento de fisión produce un energía (energía cinética, radiación beta y gamma) de alrededor de 200 MeV y se producen aproximadamente  $3 \cdot 10^{16}$  eventos de fisión por segundo (Vogel y Priesmeyer, 2006). En este proceso lo difícil es mantener un flujo constante de neutrones, para lo que se emplean grafito y berilio como reflectores para reducir la pérdida

de neutrones del núcleo y materiales absorbentes de neutrones como boro o cadmio con el fin de ralentizar y controlar la reacción en cadena para enfriar la temperatura del combustible ( $\text{UO}_2$ ) del reactor. El reactor nuclear de alto flujo del ILL (Institut Laue-Langevin, Grenoble, Francia) utilizado para este estudio, produce el flujo continuo de neutrones más intenso del mundo, obteniendo  $1.5 \cdot 10^{15}$  neutrones por  $\text{cm}^2 \text{s}^{-1}$ , con una potencia de 58.3 megavatios (MW).

### 3.2.2.2. Fuentes de espalación en LANSCE

El término espalación describe una compleja serie de reacciones iniciadas por la colisión de partículas de alta energía contra núcleos pesados (Plomo, Wolframio, Tantalio o Mercurio). En LANSCE (Los Álamos Neutron Science Center, Nuevo México, EE.UU.) se utilizan iones de hidrógeno, cargados positivamente y sin electrones ( $\text{H}^+$ , protón) o cargados negativamente y con dos electrones ( $\text{H}^-$ ) producidos por un domo del alto voltaje Cockcroft-Walton. Estos iones son acelerados a energías de 800 MeV empleando un acelerador lineal (800 m) por etapas en el vacío a partir de ondas eléctricas. Luego, los iones de hidrógeno positivos, despojados de sus electrones, se inyectan en un anillo de almacenamiento de protones (PSR) de 30 metros de diámetro que los convierte en un intenso estallido de protones de  $125 \mu\text{A}$  de corriente. Posteriormente son dirigidos mediante campos magnéticos contra dos cilindros de wolframio produciendo un promedio de 20 neutrones, con diferentes energías, por cada protón utilizado (Lisowski y Schoenberg, 2006). El proceso de espalación se ilustra en la Figura 3.6b. En este fenómeno no sucede una reacción en cadena como en los reactores nucleares, por ello, las fuentes de espalación operan en un modo pulsado, por ejemplo, enviando 20 pulsos de protones por cada segundo.

Las fuentes de neutrones de LANSCE producen del orden de  $10^{16}$  neutrones por  $\text{cm}^2 \text{s}^{-1}$  y tienen la ventaja frente a los reactores que la corriente de protones es ilimitada y por ello puede generar una inmensa cantidad de neutrones. Sin embargo esa producción en reactores no es alcanzable debido a la seguridad de los reactores. Además, las fuentes de espalación son, debido al flujo de neutrones, ideales para las medidas en tiempo de vuelo (*Time of Flight*, TOF).

### 3.2.3 Moderación neutrónica

Tanto los neutrones generados inicialmente por reactores ( $\sim 2$  MeV) como por fuentes de espalación ( $\sim 30$  MeV) tienen energías demasiado altas para ser utilizados en la investigación de las texturas. La ecuación de Broglie nos permite relacionar la energía cinética  $E$  con la longitud de onda  $\lambda$  mediante la constante de Planck  $h$ :

$$E = \frac{1}{2} m_n v^2 = \frac{p^2}{2m_n} = \frac{(hk)^2}{2m_n} = \frac{h^2}{2m_n \lambda^2}$$

donde  $p$  es el momento,  $m_n$  la masa del neutrón ( $1.67492728 \cdot 10^{-27}$  kg),  $v$  la velocidad de una partícula y  $k = 2\pi/\lambda$  es la amplitud de la onda vector de esa partícula. Para medir la estructura cristalina de una roca mediante dispersión, la longitud de onda de los neutrones tienen que ser del mismo orden que la distancia interatómica  $d_{hkl}$  estudiada. Luego la energía de los neutrones debe reducirse varios órdenes de magnitud desde de  $\sim 30$  MeV (espalación) o  $\sim 2$  MeV (fisión) a varias decenas de meV para que sean útiles. Esta pérdida de energía cinética, conocida como moderación, sólo puede producirse mediante la colisión inelástica de los neutrones con otros núcleos que no tengan carga. Para ello se guían los neutrones a través de materiales como el agua, el hidrógeno o el metano. Por ejemplo, una capa de agua pesada ( $\text{D}_2\text{O}$ ) a  $35^\circ$  de  $2.5$  cm es suficiente para descender la energía del neutrón siete ordenes de magnitud (Reiche, 2012).

La energía del espectro de neutrones después del proceso de moderación puede conocerse mediante la siguiente formula:

$$E = \frac{3}{2} K_B T$$

Donde  $K_B$  es la constante de Boltzmann y  $T$  la temperatura del moderador, dando como resultado una intensidad máxima ligeramente inferior a esa energía, ya que la denominada distribución *Maxwelliana* de los neutrones después de la moderación es ligeramente asimétrica (Fig. 3.7). Los neutrones resultantes a temperatura ambiente se denominan neutrones térmicos que gozan de energías (10-100 meV) y longitudes de ondas (1-3 Å) propicias para el estudio de la estructura cristalina a nivel atómico, siendo su velocidad de ~1000 m/s (para más detalle, ver Carpenter y Loong (2015)).

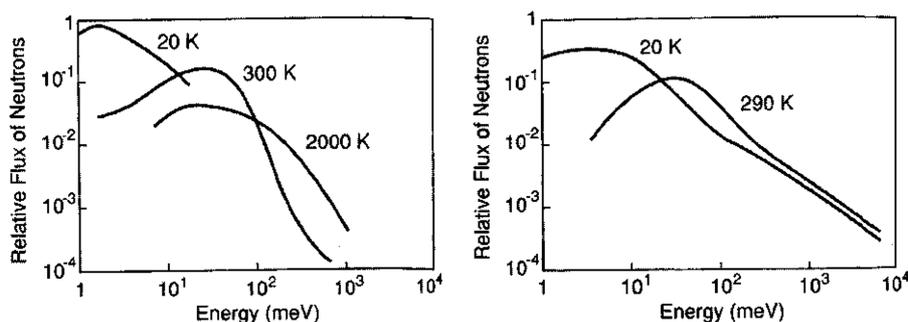


Figura 3.7. Flujo de neutrones como función de la energía para las diferentes temperaturas del moderador del reactor nuclear de ILL y para las fuente de espalación de LANSCE. Extraído Vogel & Priesmeyer (2006).

### 3.2.4 Detección de neutrones

Puesto que los neutrones son partículas sin carga son difíciles de detectar, y para su registro electrónico deben ser convertidos en partículas cargadas. Para la detección de neutrones térmicos se emplean principalmente contadores de centelleo (*scintillation*) o contadores de gas (e.g. Festa et al., 2011). Los dos difractómetros usados para esta memoria, HIPPO-LANSCE y D1B-ILL, utilizan contadores de gas. Estos detectores consisten en un cilindro de metal relleno del isótopo  $^3\text{He}$  a 5-10 bars, aunque antiguamente se utilizaba  $\text{BF}_3$  enriquecido con  $^{10}\text{B}$  en el difractómetro D1B, unido mediante un cable a un ánodo. Entre el ánodo y el cilindro se aplica un gran voltaje. Entonces un neutrón puede ser detectado según la siguiente reacción:  $^3\text{He} + n \rightarrow ^3\text{H} + ^1\text{H}$ . Liberando una energía de 0.765 MeV y generando partículas cargadas que son aceleradas en un campo eléctrico. Estas producen una reacción en cadena debido a las colisiones con las moléculas de gas, generando un impulso eléctrico en el ánodo o el cátodo. Estos cilindros pueden ser empleados como detectores sensibles a la posición (*PSD -positon sensitive detector*), utilizando la señal para mostrar la localización de una partícula. Este tipo de detectores tienen algunas desventajas frente a los detectores de centelleo, como son el mayor tiempo de reposo después de su uso y el posible agotamiento del He. Uno de los problemas de la detección es la discriminación de los rayos  $\gamma$  producidos por la interacción de los neutrones. La correcta distribución y posición de los detectores, según las características del difractómetro, evitará la creación de zonas muertas logrando una mejor resolución espacial. Se discutirá la configuración de los detectores en cada difractómetro en siguiente apartado.

### 3.2.5 Configuración experimental

La diferencia de la geometría de los difractómetros está determinada fundamentalmente por el espectro de longitudes de onda incidentes elegidas para la investigación. Es decir, si se utiliza una longitud de onda específica o se emplea todo el espectro de longitudes de onda disponibles para el análisis textural.

#### 3.2.5.1. Difracción neutrónica monocromática

El análisis cuantitativo de la textura mediante difracción neutrónica usando radiación monocromática se realiza seleccionando una longitud de onda específica, acorde a la ley de Bragg, para un determinado conjunto de espaciados reticulares  $d_{hkl}$  en diferentes direcciones de la muestra. La selección de las longitudes de onda se realiza empleando un monocromador de cristal único en una orientación particular,  $\theta_m$ , también conocido como colimador. A menudo se emplea Cu (111) para dar  $\lambda = 1.289 \text{ \AA}$  o grafito pirolítico (0002)  $\lambda = 2.522 \text{ \AA}$  (Wenk, 2006).

Esta técnica es utilizada en reactores nucleares de experimentación y requiere grandes colimadores y grandes PSDs. Si no se dispone de ellos, se debe consumir tiempo moviendo la muestra o los detectores para conseguir una mayor cobertura angular y obtener un histograma de intensidad en función del ángulo de difracción ( $I(\theta)$ ). Algunos instrumentos utilizan detectores puntuales escaneando todas las orientaciones mediante la rotación de la muestra sobre un goniómetro, variando el ángulo de Bragg, siendo este proceso tedioso, similar al utilizado en rayos X convencionales. Otra posibilidad es emplear PSDs que registren simultáneamente intensidades en un amplio rango  $2\theta$  a lo largo de un anillo, en lugar de en un punto (Bunge, 1982). Con el uso de un PSD de una sola dimensión (lineal o curva), de dos dimensiones (cámaras CCD) o incluso de tres dimensiones (área curva o cilíndrica) se puede reducir el número de rotaciones de la muestra y por tanto el tiempo de análisis (Cockcroft y Fitch, 2008).

##### 3.2.5.1.1. Difractómetro D1B

Uno de los instrumentos utilizados en este estudio ha sido el difractómetro de la línea D1B, que emplea el alto flujo de neutrones disponibles del reactor nuclear en Instituto Laue-Langevin (ILL). La radiación monocromática se obtiene de un monocromador de grafito pirolítico (0002) con una longitud de onda de  $2.522 \text{ \AA}$ , dando un flujo de  $\sim 6 \cdot 10^6$  neutrones por  $\text{cm}^2 \text{ s}^{-1}$  con un tamaño máximo de haz de  $5 \times 2 \text{ cm}^2$  (Chateigner, 2010). Es un difractómetro de alta intensidad que cubre un rango angular de  $0.8^\circ$  a  $128.8^\circ$ . Los neutrones difractados son recogidos por un detector curvado sensible a la posición 2D (CAPS – *Curved-Area Position Sensitive detector*) compuesto por 1280 células de  $^3\text{He}$  repartidas a lo largo de  $80^\circ$ , con una resolución de  $0.2^\circ$ , en  $2\theta$  (Zucali et al., 2014). El instrumento tiene instalado un goniómetro para la rotación de la muestra alrededor de dos ejes ( $\chi$  y  $\phi$ ). La geometría del sistema en detalle se ilustra en la Figura 3.8. Las intensidades se miden en diferentes direcciones de la muestra mediante la rotación de  $\chi$  de  $0$  a  $90^\circ$  y  $\phi$  de  $0$  a  $355^\circ$ , con intervalos de  $10^\circ$  y un tiempo de adquisición de 20 segundos. El ángulo de incidencia  $\omega$  se mantiene fijo a  $35^\circ$  del haz incidente. Con esta configuración experimental se pretende la eliminación de zonas muertas (Clergeau et al., 2001; Kuhs y Hansen, 2006).

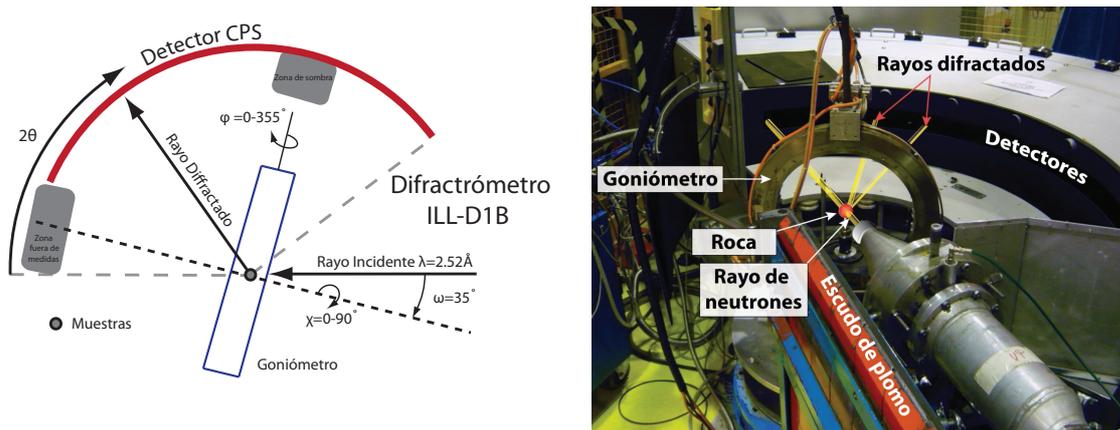


Figura 3.8. (a) Esquema que muestra la configuración experimental del difractómetro D1B y la distribución del detector dispuestos en forma de curva (tipo “banana”). (b) Fotografía del difractómetro.

Las muestras se expusieron 120 minutos al haz de neutrones obteniendo como resultado 360 (36x10) análisis con una cobertura que puede verse en la Figura 3.13b. Las combinaciones registran diferentes planos orientados de la red cristalina. La Figura 3.9. es la representación gráfica en tres dimensiones de los 360 espectros medidos para una muestra. La variación de los picos en profundidad se debe a la textura y estas intensidades son directamente proporcionales a las densidades de los polos.

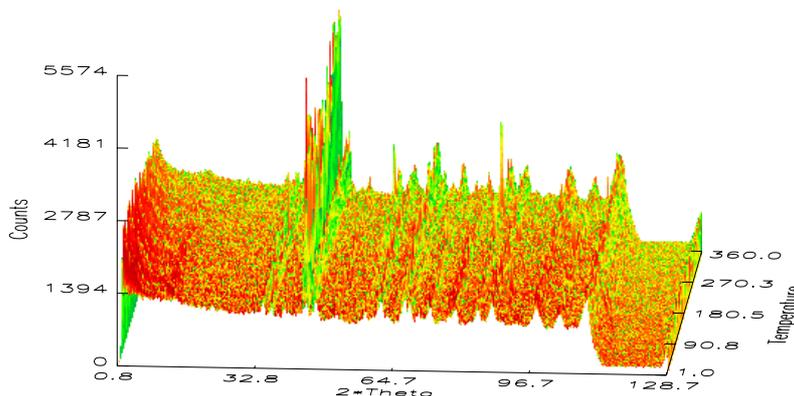


Figura 3.9. Espectro completo para una muestra de un paragneiss en D1B-ILL.

### 3.2.5.2. Difracción neutrónica policromática

Este método de medida de la textura utiliza neutrones policromáticos, donde están disponibles una gama de longitudes de onda entre  $\lambda_{max}$  y  $\lambda_{min}$ , dejando los detectores en una posición fija, y establece un sistema que identifique la energía de los neutrones. El procedimiento más común es la medición del tiempo de vuelo (TOF) de los neutrones. Para ello, utiliza *choppers* en el curso de los neutrones, desde los reactores nucleares o la propia generación de neutrones pulsados en fuentes de espalación, para la medida del tiempo (Vogel y Priesmeyer, 2006). Realmente se mide el tiempo que tarda un neutrón en viajar una distancia  $L$ . Comparando el momento cuántico mecánico (ecuación de Broglie) con el momento mecánico clásico e incluyendo la ley de Bragg:

$$\lambda = \frac{h}{m_n v} = \frac{ht}{m_n L} = 2d_{hkl} \sin \theta$$

nos damos cuenta que el espaciado  $d_{hkl}$  es directamente proporcional a la medida de tiempo de vuelo del neutrón, ya que los demás parámetros permanecen constantes. Para

mejorar las estadísticas de recuento, múltiples impulsos son registrados y se integran varios detectores para realizar correcciones en  $L$  y  $\theta$ .

La diferencia más importante en los experimentos con neutrones policromáticos frente a los monocromáticos es que cualquier detector con un ángulo de dispersión fijo registra un patrón de difracción completo para cada orientación de la muestra  $I(t)$ . Además implementando un sistema de varios detectores y utilizando neutrones TOF, se necesitan un menor número de rotaciones de la muestra para realizar un análisis cuantitativo de la textura.

### 3.2.5.2.1. Difractómetro HIPPO

El otro difractómetro de neutrones utilizado para este estudio ha sido el difractómetro de tiempo de vuelo HIPPO (*High-Pressure Preferred Orientation*) que se alimenta de los neutrones pulsados generados en las fuentes de espalación del centro de ciencia de neutrones de los Álamos (LANSCE-*Los Alamos Neutron Science Center*). Este instrumento está optimizado para la medida de la textura con múltiples detectores en diferentes posiciones. Tiene una trayectoria desde el moderador de alto flujo a la muestra de 8 metros. El moderador consiste en una capa de 2.5 cm de espesor de agua con una superficie de  $13 \times 13 \text{ cm}^2$ . El acelerador de protones opera a  $120 \mu\text{A}$  con un flujo de  $\sim 2.4 \cdot 10^7$  neutrones por  $\text{cm}^2 \text{ s}^{-1}$  con unas energías del neutrón térmico menores de 0.4 eV. El rango de los neutrones TOF usados es de 0.5 a 2.4 ms (Wenk et al., 2003).

Su sistema de detectores consta de 1360 tubos detectores  $^3\text{He}$  a 10 atm de presión dispuestos en más de 50 paneles con forma de anillos cónicos, también llamados bancos, con ángulos de difracción de  $150^\circ$ ,  $90^\circ$ ,  $40^\circ$ ,  $20^\circ$ ,  $10^\circ$  alrededor de la dirección del haz incidente. La superficie cubierta por los detectores asciende a  $4.74 \text{ m}^2$ . El diseño del difractómetro HIPPO se muestra en la Figura 3.10.

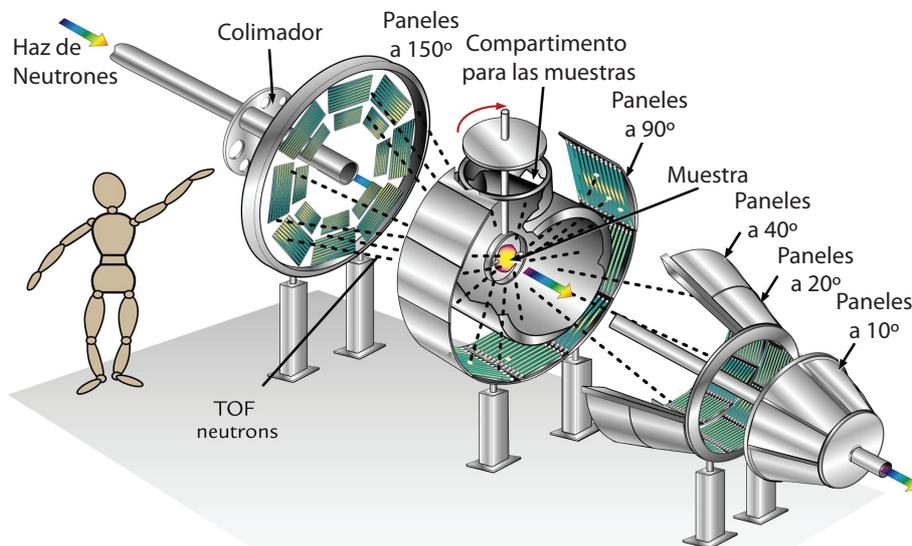


Figura 3.10. Figura esquemática que muestra la disposición de los paneles de detectores dispuestos en forma de anillos con ángulo de difracción constante ( $150^\circ$ ,  $90^\circ$ ,  $40^\circ$ ,  $20^\circ$ ,  $10^\circ$ ) donde también se puede observar la localización del compartimento para la muestra. Extraído de Vogel et al. 2004.

Los detectores de ángulo bajo poseen una pobre resolución, pero sí buenas estadísticas de conteo. Debido a ello, los bancos de  $10^\circ$  y  $20^\circ$  no se utilizan para el análisis textural. Sin embargo, los detectores de ángulo alto tienen una excelente resolución, pero las intensidades recogidas son débiles, especialmente a grandes distancias interplanares  $d_{hkl}$  (Vogel et al., 2004). Asimismo, sólo es necesaria la rotación del eje perpendicular al haz incidente en varias posiciones ( $0^\circ$ ,  $45^\circ$ ,  $67.5^\circ$  y  $90^\circ$ ), proporcionando  $4 \times 30 = 120$  espectros

para el análisis posterior. Por tanto un total de 30 paneles con ángulos de difracción  $150^\circ$ ,  $90^\circ$  y  $40^\circ$  son utilizados para detectar los neutrones policromáticos difractados por la muestra. Su resolución espacial se ilustra en la Figura 3.13a. La combinación de todos los detectores proporciona tiempos de exposición de la muestra al haz de neutrones bajos, en este caso de 120 minutos.

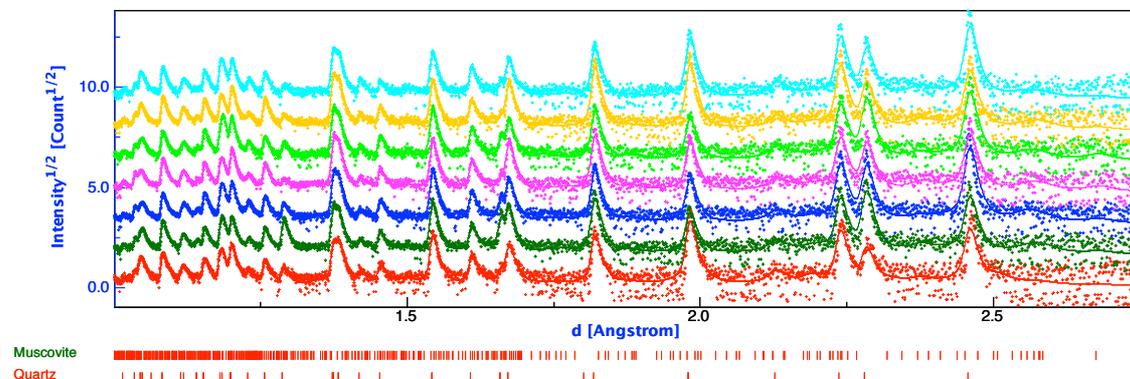


Figura 3.11. Siete patrones de difracción registrados en HIPPO para una muestra de un paragneis.

La rotación alrededor de un solo eje elimina la necesidad de un goniómetro de dos ejes y deja un compartimento de muestras de gran tamaño (75 cm de diámetro) que puede adaptarse a una amplia gama de equipos auxiliares como un cambiador automático de muestras, varias células de alta presión, criostatos, hornos, etc. (Losko et al., 2014).



Figura 3.12. Cargador automático de muestras en HIPPO-LANSCE. Extraído de Vogel et al., (2004).

### 3.2.5.3. Comparación de la resolución espacial entre difractómetros

La resolución espacial se ha evaluado mediante la cobertura de las Figuras de polos. Esta cobertura en ambos difractómetros tienen una aceptable densidad de puntos pero su distribución es diferente. Su distribución se observa en la Figura 3.13. El difractómetro D1B tiene una mayor densidad de puntos y una distribución más regular en comparación con el difractómetro HIPPO. Pero ambos muestran una ausencia de medidas en el centro, lo que evita la creación de artefactos (Matthies y Wenk, 1992).

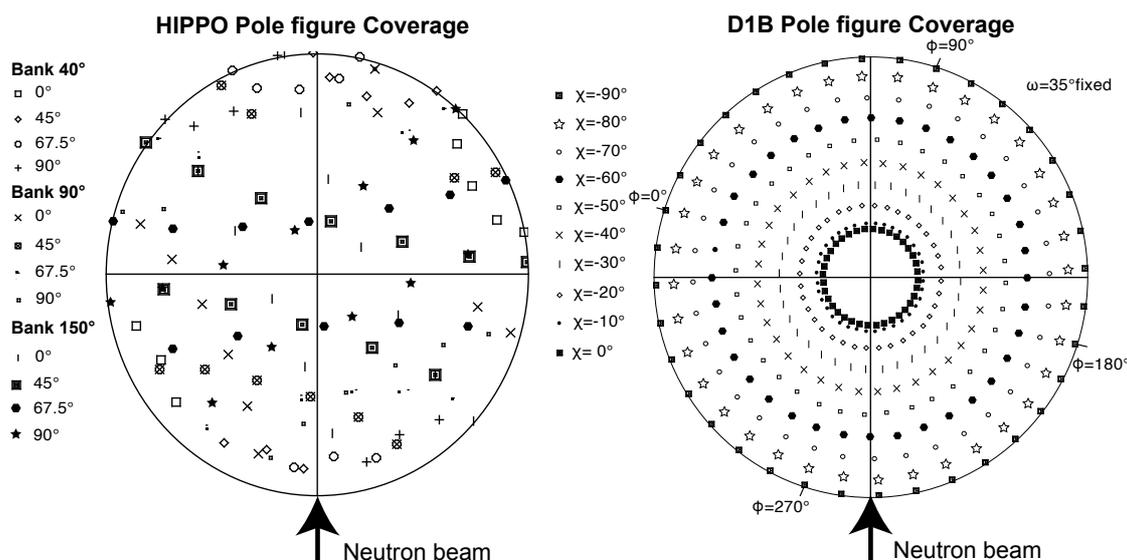


Figura 3.13. Comparación entre la resolución espacial en HIPPO y D1B

### 3.2.6 Preparación de muestras

El procedimiento de preparación de las muestras para difracción neutrónica es más sencillo que para la difracción de electrones retrodispersados, puesto que no necesita una superficie pulida. Sin embargo, la orientación de la muestras en el proceso de corte, según los criterios de foliación y lineación medidos en el campo, sigue siendo fundamental (e.g. Passchier y Trouw, 2005). La baja absorción de los neutrones permite la medida de muestras con un tamaño considerable. Para que las estadísticas de conteo sean similares en todas las rotaciones de la muestra dentro del difractómetro se decidió que las muestras tuviesen una forma cilíndrica. Por lo tanto, un fragmento cilíndrico orientado perpendicular a la foliación (plano XY) de aproximadamente  $1 \text{ cm}^3$  fue obtenido de cada una de las muestras para el análisis textural (Fig. 3.14). Además la lineación fue marcada en la parte superior del cilindro, la cual nos ayudará para su correcta colocación en el interior del difractómetro. La exactitud y precisión del corte repercutirá en la calidad de las figuras de polo obtenidas.

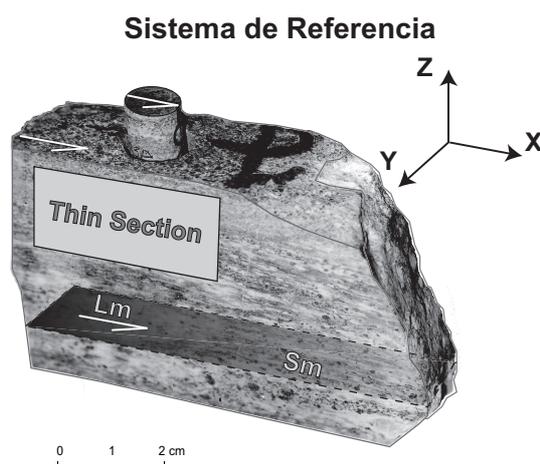


Figura 3.14. Sistema de referencia del cilindro perforado en la muestra para el análisis mediante difracción neutrónica. Se puede observar la foliación (Sm) y lineación (Lm).

### 3.3. Análisis de neutrones

#### 3.3.1 Análisis combinado

Existen varios procedimientos para el análisis de datos de difracción. Para nuestro estudio se ha elegido el análisis combinado (*Combined Analysis*, Chateigner, 2010), basado en el método Rietveld, implementado en el software MAUD (*Material Analysis Using Diffraction*; Lutterotti et al., 1999, 1997). El método Rietveld, propuesto inicialmente por (Rietveld, 1969), es una técnica para estimar las intensidades debido a su eficiencia cuando se conocen las estructuras cristalinas de la muestra. Es válido para todo tipo de análisis de difracción monocromático o policromático, tanto de rayos X convencionales, como luz de sincrotrón o neutrones (Von Dreele, 2008). Este método utiliza toda la información del rango experimental incluyendo información más allá de los picos de difracción. Las diferentes variables utilizadas son:

- Características instrumentales (curva de resolución del difractómetro, geometría experimental, características del detector, tamaño del haz incidente, desplazamiento o desajustes de parámetros del difractómetro, etc.).
- Parámetros estructurales (parámetros de la celdilla unidad, posiciones atómicas, ocupaciones atómicas, vibraciones térmicas, etc.).
- Parámetros microestructurales (tamaño de los cristalitas y deformaciones internas, defectos cristalinos, etc.).
- Características de la muestra medida (orientación preferente, esfuerzos residuales, grosores, transparencia, contraste de absorción, volumen de cada fase, factores de grano (*graininess*), falta de homogeneidad, etc.).

El algoritmo de refinamiento se puede expresar minimizado de la siguiente forma:

$$M = \sum_i w_i (I_i^{exp} - I_i^{calc})^2$$

$$\text{donde } w_i = \frac{1}{I_i^{exp}}$$

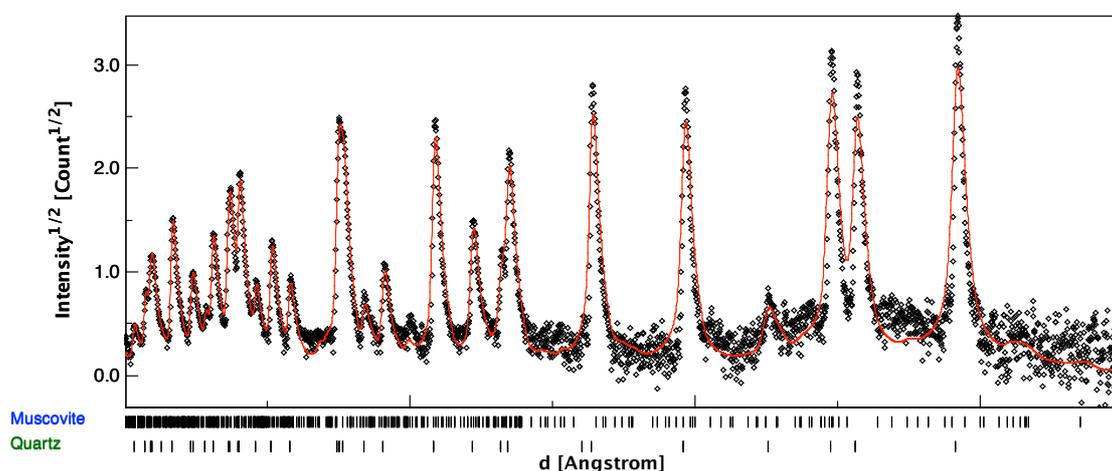


Figura 3.15. Patrón de difracción calculado, en negro, y patrón de refinamiento, en rojo, para una cuarcita utilizando el análisis combinado. Este ajuste tiene un valor  $R_{exp}$  de 8.48.

En esta fórmula, las mediciones son independientes, pero sus variaciones obedecen a una distribución de frecuencia normal. Si la suma se extiende a todos los puntos medidos en un patrón, las intensidades calculadas se determinan sumando las contribuciones de todos los picos ( $N_{peaks}$ ) para todas las fases ( $N_{phases}$ ) que componen la muestra, además de la contribución del fondo (*background*) en cada punto:

$$I_i^{calc} = S_F \sum_{j=1}^{N_{phases}} \frac{f_j}{V_j^2} \sum_{k=1}^{N_{peaks}} L_k |F_{k,j}|^2 S_j (2\theta - 2\theta_{k,j}) P_{k,j} A_j + bkg_i$$

Por tanto, los reflexión de los picos se describe desde diferentes términos, que se detallará a continuación. Nosotros ajustamos todas las variables, haciendo hincapié en la caracterización textural de los diferentes constituyentes de las muestras.

### 3.3.1.1. Valor de fondo (*background*)

Se debe comenzar desarrollando la modelización del valor de fondo o *background* ( $bkg_i$ ). Este se puede configurar utilizando dos enfoques diferentes. El primer enfoque es una función polinómica de orden  $N_b$  a través de  $2\theta$ :

$$bkg(2\theta_i) = \sum_{n=0}^{N_b} a_n (2\theta_i)^n$$

donde  $N_b$  es el grado polinomial y  $a_n$  es el coeficiente polinomial, expresado en grados. Sin embargo, el segundo enfoque es más perfeccionista y realiza un suavizado punto por punto utilizando un proceso de interpolación. Para ello se sustituye la intensidad  $i$  por la intensidad media de sus dos vecinos más próximos  $2N$  (Brückner, 2000):

$$\langle I_i^{calc} \rangle = \frac{1}{2N} \sum_{j=-N}^N I_{i+j}^{calc} \quad (j \neq 0)$$

El cálculo se extiende para todos los puntos observados en el diagrama. Los puntos que terminan en ambos lados del diagrama, o de los límites de una región ignorada, también se calculan de la misma manera, pero se añaden más puntos en ambos extremos.

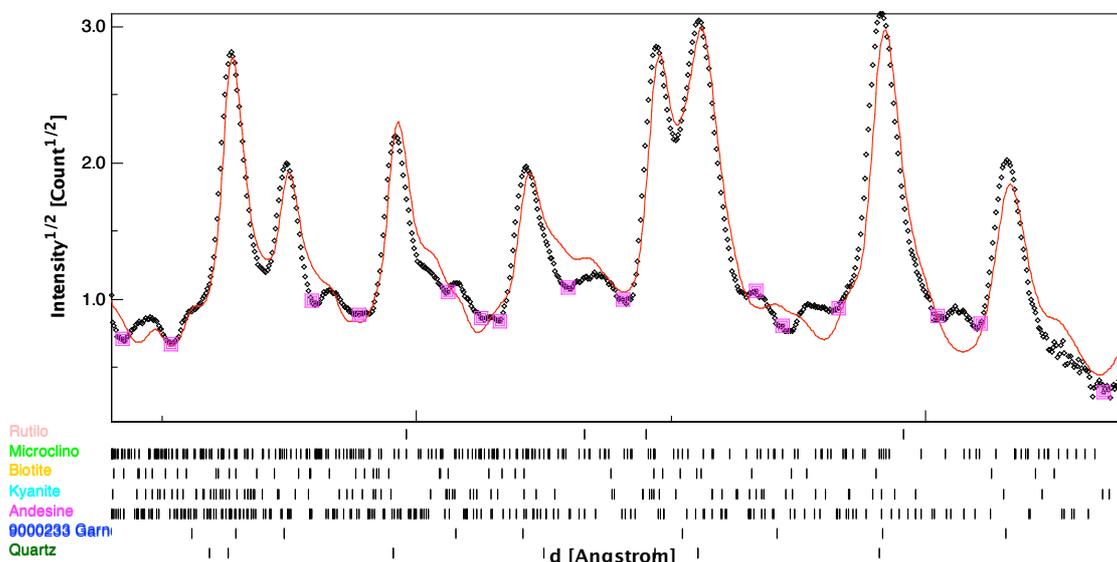


Figura 3.16. Ejemplo de *background* interpolado.

### 3.3.1.2. Factor de escala (*scale factor*)

El factor de escala, característico para cada experimento y se calcula para cada fase. Influye en la altura de los picos y se escribe de la siguiente forma:

$$S_j = S_F \frac{f_j}{V_j^2}$$

donde  $S_j$  es el factor escalar para cada fase,  $S_F$  es la intensidad del haz incidente, que depende del tipo de experimento y por ende del instrumento,  $f_j$  es la fracción de volumen para cada fase y  $V_j$  es el volumen de celdilla de la fase (Sabine, 1985).

### 3.3.1.3. Factor de polarización de Lorentz

La corrección del factor de polarización de Lorentz (*Lorentz-Polarization factor*)  $L_k$  depende de la geometría del instrumento utilizado, la calidad de monocromador (ángulo  $\alpha$ ), el tipo de detector, el tamaño del haz incidente frente al volumen de la muestra y la posición angular de la muestra (e.g. Snyder et al., 1999). Por ejemplo, para un experimento de difracción de polvo con un instrumento con una geometría Bragg-Brentano, el valor de este factor esta definido por:

$$L_p = \frac{1 + P_h \cos^2(2\theta)}{2(1 + P_h) \sin^2 \theta \cos \theta} \quad P_h = \cos^2(2\alpha)$$

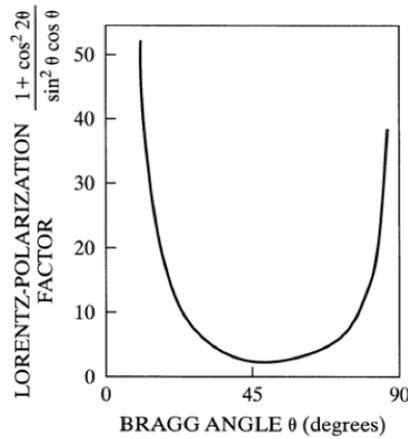


Figura 3.17. Factor de polarización de Lorentz para un instrumento con geometría Bragg-Brentano. Extraído Vogel & Priesmeyer (2006).

En el caso de los neutrones de tiempo de vuelo (TOF), no existe tal polarización pero el factor de Lorentz, toma la forma de McCusker et al., (1999):

$$L = d^4 \sin \theta$$

Este factor mejora notablemente la intensidad de las reflexiones.

### 3.3.1.4. Factor de estructura (*structure factor*) ( $F_{k,j}$ )

El factor de estructura incluye la multiplicidad de la reflexión  $m_k$  (con sus índices de Miller  $h, k, l$ ) y el factor de temperatura  $B_n$ , el cual describe los desplazamientos atómicos alrededor de su posición. El módulo del factor de estructura viene dado por la siguiente fórmula:

$$|F_{k,j}|^2 = m_k \left| \sum_{n=1}^N f_n e^{-B_n \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2}} \left( e^{2\pi i (hx_n + ky_n + lz_n)} \right) \right|^2$$

donde  $N$  es el número de átomos,  $e^{B_n}$  es el parámetro de vibración térmica de los átomos que interactúan entre sí,  $x, y, z$  son las coordenadas de los átomos  $n$  y  $f_n$  es el factor de dispersión atómica.

El factor de dispersión atómica para rayos X,  $f_j$ , disminuye con el ángulo de difracción y es proporcional al número de electrones (Fig. 3.18). El aumento del factor de temperatura (Debye-Waller,  $B$ , Horning y Staudenmann, (1988) acelera el descenso.

$$f_j(h, \lambda) = f_{j,0}(h) + f'_j(\lambda) + f''_j(\lambda)$$

donde  $f_{j,0}(h)$  es el factor de dispersión atómica normal, y  $f_{j,0}(h) = Z$  si  $(\sin \theta)/\lambda = 0$ , y  $f'_j(\lambda) + f''_j(\lambda)$  son debidos a la dispersión anómala y a la fuerte variación de los bordes de absorción, mientras que la longitud de onda es independiente a cierta distancia de ellos.

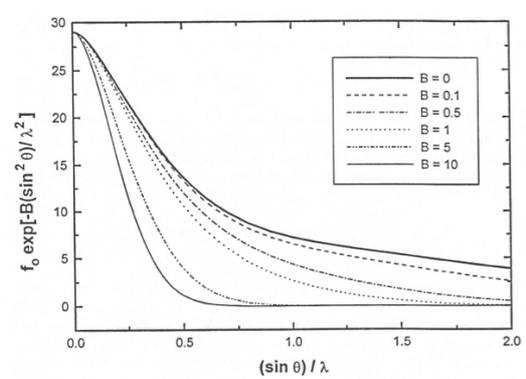


Figura 3.18. Dispersión atómica de rayos-X. Extraído Vogel & Priesmeyer (2006).

Por otra parte, el factor de dispersión atómica para neutrones puede incluir la contribución magnética, pero en este estudio no va a ser tomada en cuenta. Por tanto, la interacción se puede representar mediante la pseudo-potencial de Fermi, dentro de la aproximación de Born (Chateigner, 2010):

$$V_F(r) = b \left( \frac{2\pi\hbar^2}{m} \right) \delta(r)$$

El factor nuclear de dispersión de neutrones,  $b$ , es la longitud de Fermi para un conjunto de partículas de dispersión. Su valor medio sobre todas las partículas indica la longitud de dispersión coherente  $b_{coh}$ . Para los átomos ligeros la dispersión neutrónica tiene algunas ventajas, ya que el factor de dispersión no se correlaciona con el número atómico ( $z$ ), pero es constante con el ángulo de difracción. La dispersión neutrónica puede ayudar a distinguir entre átomos cercanos en la tabla periódica (Fig. 3.5).

### 3.3.1.5. Función de forma (*shape function*)

El número de picos y su posición están determinados por la simetría y el grupo espacial de la fase. Un pico está compuesto por todas las reflexiones equivalentes  $m_k$ . Su posición ( $2\theta_{k,j}$ ) se calcula a partir desde el espaciado  $d$  de una reflexión  $hkl$ , usando la matriz de red recíproca:

$$d_{hkl} = \frac{V_C}{\sqrt{s_{11}h^2 + s_{22}k^2 + s_{33}l^2 + 2s_{12}hk + 2s_{13}hl + 2s_{23}kl}}$$

$$S = \begin{pmatrix} a^2 & a \cdot b \cdot \cos \gamma & a \cdot b \cdot \cos \beta \\ a \cdot b \cdot \cos \gamma & b^2 & b \cdot c \cdot \cos \alpha \\ a \cdot c \cdot \cos \beta & b \cdot c \cdot \cos \alpha & c^2 \end{pmatrix}$$

Para estos picos existen diferentes perfiles  $S(2\theta_i - 2\theta_k)$  que intentan definir su forma (*line broadening*), como las funciones Gaussianas (la cuál es la función original de Rietveld para neutrones), de Cauchy, de Voigt, Pseudo-Voigt (PV) o de Pearson VII. Para una información más detallada ver (Chateigner, 2010).

Por ejemplo, la función Pseudo-Voigt se define como:

$$PV(2\theta_i - 2\theta_k) = I_n \left[ \eta_k \left( \frac{1}{1 + S_{i,k}^2} \right) + (1 - \eta_k) e^{-S_{i,k}^2 \ln 2} \right]$$

$$S_{i,k} = \frac{2\theta_i - 2\theta_k}{\omega_k}$$

donde los parámetros de forma utilizados son:

- La fórmula de Caglioti  $\omega^2 = V \tan \theta + U \tan^2 \theta$
- Gaussianity  $\eta = \sum_{n=0}^{Ng} c_n (2\theta)^n$

La mayoría de las distorsiones de los picos se resuelven realizando la calibración del instrumento. Esto resuelve la FWHM ( $w, c, 2\theta \dots$ ), los desplazamientos en  $2\theta$ , la gaussianity, la asimetría y la desalineación. Por ello en el refinamiento dentro del software MAUD se necesita agregar un parámetro específico para el instrumento: e.g. HIPPO (*GSAS TOF profile function*)

### 3.3.1.6. Función de textura u orientación preferente ( $P_{k,j}$ )

Uno de los objetivos de esta tesis es caracterizar la orientación preferente. Hay dos tipos de tratamientos de textura en el análisis de Rietveld. Si la textura es simple, con alta simetría y una dispersión regular, se puede modelar mediante un análisis clásico (*Gaussian*, etc.). Pero este caso es más complejo, con varios componentes de textura, distribuciones no regulares, minerales con baja simetría, etc. Por ello, el tratamiento requiere un análisis cuantitativo de la textura. La fórmula de aproximación de Williams-Imhof-Matthies-Vinel (WIMV) (Imhof, 1982; Matthies y Vinel, 1982; Williams, 1968) exhibe unos resultados fidedignos.

$$P_{k,j} = f^{n+1}(g) = N_n \frac{f^n(g) f^0(g)}{\left( \prod_{h=1}^{I^{exp}} \prod_{m=1}^{M_h} P_h^n(y) \right)^{\frac{1}{I^{exp} M_h}}}$$

donde el producto se extiende sobre las Figuras de polos medidas de la intensidad experimentalmente  $I^{exp}$  y para todos los polos de multiplicidad  $M_h$ ,  $f^n(g)$  y  $P_h^n(y)$  representan los valores refinados de  $f(g)$  y  $P_h(y)$  en cada paso  $n$ . El número  $N_n$  es un factor de normalización. El algoritmo WIMV maximiza el valor mínimo de la distribución de orientaciones, el cuál representa la fracción de muestra orientada al azar, permitiendo una mayor nitidez de la textura. Haciendo que la computación se más simple y por tanto más rápida (Chateigner, 2010).

Cuando se implementa la aproximación WIMV dentro del procedimiento de refinamiento de Rietveld, se requieren varios pasos adicionales. El primero es la extracción de las figuras de polo o ponderación de la textura y el segundo es la interpolación de esta ponderación para adaptarla a una red regular. Esta extensión del método (E-WIMW) proporciona un esquema iterativo del refinamiento de la distribución de orientaciones que está muy cerca a la maximización de la entropía (Schaeben, 1991). Los valores de las celdas de la distribución de orientaciones se calculan utilizando un algoritmo de iteración de la entropía que incluye la ponderación de la reflexión:

$$f^{n+1}(g) = f^n(g) \prod_{h=1}^I \prod_{m=1}^{M_h} \left( \frac{P_h(y)}{P_h^n(y)} \right)^{r_n \frac{w_h}{M_h}}$$

donde  $r_n$  es el parámetro de relajación con un valor entre  $0 < r_n < 1$ , y  $w_h$  es una ponderación de las reflexiones, para tener en cuenta la diferente precisión de las reflexiones más intensas y menos solapadas con respecto a las demás. Esta aproximación se encuentra implementada en MAUD y ha sido contrastada por multitud de experimentos (e.g. Gómez-Barreiro et al., 2015; Wenk et al., 2012).

### 3.3.1.7. Factor de absorción ( $A_j$ )

La absorción depende de la muestra analizada (Fig. 3.19) y el tipo de instrumento utilizado para su estudio. En el caso de estudio, los neutrones poseen una carga igual a 0 y no están sujetos a la interacción de Coulomb. Por ello, no interactúan con los electrones orbitales de los átomos penetrando ampliamente y permitiendo la medición muestras de gran volumen ( $1\text{cm}^3$ ).

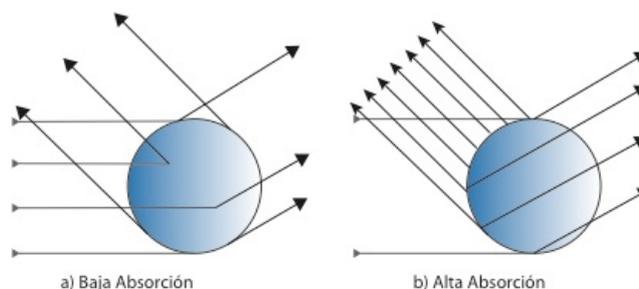


Figura 3.19. Efecto de la absorción. (a) En una muestra con baja absorción la dispersión atraviesa la muestra. (b) En una muestra con alta absorción la dispersión sólo sucede en la superficie.

### 3.3.2 Calidad del refinamiento

Otro aspecto importante en cualquier tipo de análisis es evaluar la calidad del refinamiento, el cual nos permite una comparación estadística entre modelo calculado y el perfil medido (e.g. Hill y Flack, 1987; Hill y Howard, 1987). Varios factores han sido introducidos para proporcionar una comparación (Toby, 2006). Los más utilizados son:

- Suma ponderada de cuadrados (*Weighted Sum of Squares*):

$$WSS = \sum_{i=1}^N w_i (I_i^{exp} - I_i^{calc})^2, \quad w_i = \frac{1}{\sqrt{I_i^{exp}}}$$

La suma ponderada de cuadrados (*WSS*) sólo se utiliza para las rutinas de minimización. Su valor absoluto depende de la intensidad y el número de puntos.

- Índices  $R$ , donde  $N$  es el número de puntos y  $P$  es el número de parámetros:
  - Perfil ponderado de  $R$  (*R-weighted profile*):

$$R_{wp} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N [w_i (I_i^{exp} - I_i^{calc})]^2}{\sum_{i=1}^N [w_i I_i^{exp}]^2}}, \quad w_i = \frac{1}{\sqrt{I_i^{exp}}}$$

Su valor absoluto no depende del valor absoluto de las intensidades, es decir de los parámetros estructurales, pero depende del *background*. Con un *background* alto es fácil alcanzar valores muy bajos, pero con un aumento del número de picos es más difícil conseguir un buen valor. Un valor de  $R_{wp} < 0.15$  es aceptable para fases complejas, monoclinicas e incluso triclinicas. Con un *background* complicado mejor calcular  $R_{wp}$  con el *background* sustraído.

- $R$  esperado (*R-expected*):

$$R_{exp} = \sqrt{\frac{(N - P)}{\sum_{i=1}^N [w_i I_i^{exp}]^2}}, \quad w_i = \frac{1}{\sqrt{I_i^{exp}}}$$

$R_{exp}$  es el valor mínimo  $R_{wp}$  alcanzable usando un cierto número de parámetros refinables. Se necesita un sistema de ponderación válido para ser fiable.

- Calidad o bondad del ajuste (*the goodness of fit*):

$$GofF = \frac{R_{wp}}{R_{exp}}$$

Su valor debe ser igual a 1 para un refinamiento perfecto, pero en la práctica su valor es más grande. Un buen refinamiento debe mostrar valores *GofF* inferiores a 2. Su aplicación es limitada en los análisis con un ruido de fondo alto, ya que es bastante fácil alcanzar un valor cercano a 1. Con intensidades muy altas y *background* bajo es difícil llegar a un valor de 2. El *GofF* es sensible a las inexactitudes del modelo utilizado.

### 3.4. Difracción de electrones retrodispersados

La difracción de electrones retrodispersados (*Electron Backscatter Diffraction* - EBSD) se basa en el principio de que un haz de electrones generados en un microscopio electrónico de barrido (SEM) es la fuente de electrones dispersados sobre una muestra. Los electrones retrodispersados (BSE), difractarán simultáneamente en los planos de la red de la muestra, cumpliendo la ley de Bragg, y escaparán de la muestra generando un patrón de difracción que se puede medir mediante una pantalla de fósforo. Las diferentes orientaciones cristalográficas de un cristal generan diferentes patrones. Mediante el indexado de estos patrones, es posible realizar un estudio detallado de las orientaciones cristalográficas y desorientaciones, así como un análisis de la geometría y estructura de los límites de grano y subgrano, lo cual es fundamental para un estudio integral de cualquier muestra de roca.

#### 3.4.1 Formación de los patrones de Kikuchi

Para entender el EBSD, es necesario conocer el volumen de activación de la muestra, el cual es crítico para la resolución espacial. Para ello se utilizan las simulaciones Monte Carlo (Fig. 3.27). Por ejemplo, para una simulación en una muestra de aluminio, que tiene un número atómico similar al número atómico medio de muchos silicatos, la profundidad máxima es de 2-2.5  $\mu\text{m}$  para las condiciones habituales de trabajo en EBSD, es decir, 70° de inclinación y un voltaje de 20 kV (Maitland y Sitzman, 2007; Prior et al., 1999).

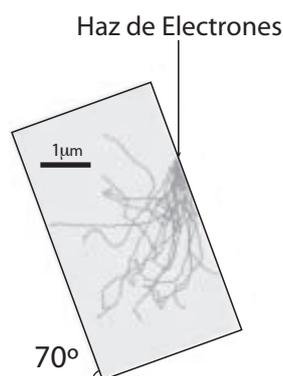


Figura 3.27. Simulación Monte Carlo, mostrando la interacción de haz de electrones dentro de una muestra de aluminio, cuya inclinación es 70°. Modificado de Prior et al. (1999).

El diámetro del haz de electrones incidente (1 nm) utilizado como fuente para EBSD es siempre mayor que el espaciado atómico (~0.1-0,3 nm). Por lo tanto, los electrones incidentes se propagan en todas las direcciones posibles dentro ese volumen de activación, gracias a la

interacción con la población de núcleos de la muestra, donde es muy probable que algunas de estas partículas lleguen a los planos cristalinos con un ángulo cumpliendo la ley de Bragg.

En un experimento de EBSD, tanto la longitud de onda ( $\lambda$ ) como el ángulo de difracción ( $\theta$ ) son variables ya que la fuente de electrones es policromática. Los electrones que satisfacen la ecuación de Bragg para la difracción describen trayectorias cónicas ( $180^\circ-2\theta^\circ$ ) para cada plano de la red cristalina (Fig. 3.29a). No obstante, estos conos no tienen las mismas intensidades, ya que cuando un haz de electrones incide sobre una muestra pueden surgir una variedad de interacciones (e.g. Goldstein et al., 2003; Reed, 2005). Fundamentalmente como los neutrones, en la dispersión elástica, los electrones no pierden una energía significativa en comparación con los electrones incidentes, pero sí se produce un cambio en la trayectoria. Esto se debe a la interacción del electrón incidente con el núcleo de la muestra (dispersión de Rutherford) y la interacción con la nube de electrones del átomo (Fig. 3.28). Por tanto, los electrones que pasan cerca de un núcleo son dispersados con ángulos mayores que los que pasan más alejados. Por el contrario, si ocurre una dispersión inelástica los electrones incidentes pierden una considerable energía debido a la activación de una variedad de procesos físicos en la muestra. Estos electrones son más conocidos como electrones secundarios (SE), entre otros.

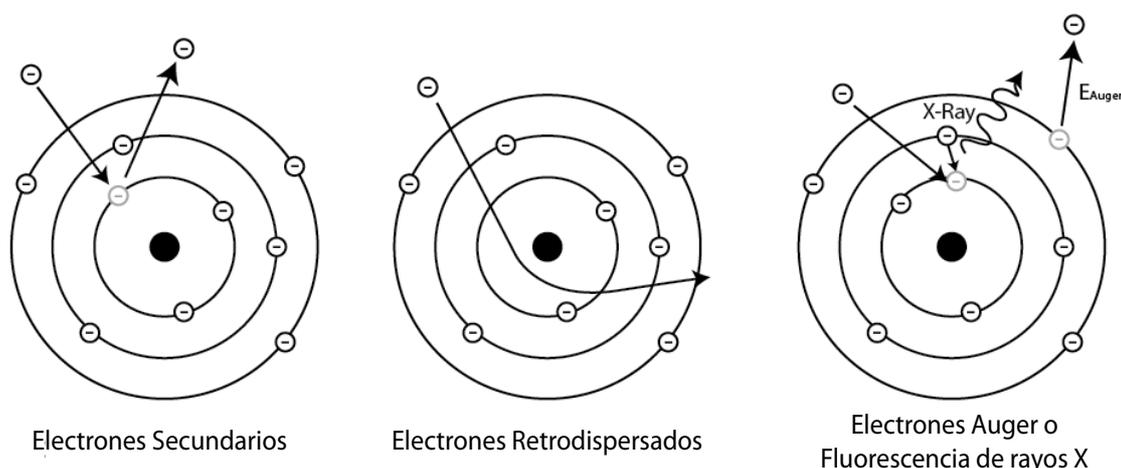


Figura 3.28. Interacción del electrón con el átomo. Diferencias entre electrones secundarios, electrones retrodispersados y la fluorescencia de rayos X. Modificado de Lloyd (1985).

Los BSE son aquellos que salen de la muestra a través de la superficie de incidencia después de sufrir uno o más eventos de dispersión. Evidentemente, los electrones que penetran más profundamente tienen más probabilidades de haber perdido más energía. Así pues, los BSE que tienen una energía cercana a la del haz incidente probablemente tendrán un origen más superficial en las simulaciones de Monte Carlo.

Estas trayectorias cónicas, conocidas como conos de Kossel, se generan en la parte superior e inferior de cada plano de red cristalina difractado (Fig. 3.29b). Debido a la geometría experimental, los conos de difracción se aproximan y parecen líneas rectas sub-paralelas proyectadas sobre una pantalla de fósforo, siendo su bisectriz la proyección directa de ese plano cristalino (e.g. Engler y Randle, 2010). Cada par de líneas subparalelas es considerada una banda. Una red de esas bandas de difracción dan lugar a los patrones de Kikuchi (Fig. 3.29c). En estos patrones también llamados patrones de difracción de electrones retrodispersados (EBSP), aparecerán múltiples bandas compartiendo una bisectriz y tendrán una anchura en relación a su orden de difracción. Donde estas se cruzan, interfieren positivamente y dan puntos brillantes que corresponden a un eje. Por ello, las posiciones relativas de las bandas y puntos en una EBSP, pueden ser reconocidos y definir elementos de

simetría. Así, haciendo un análisis detallado de los patrones puede identificarse un mineral y conocerse su orientación.

La resolución de los EBSP depende del voltaje, que controla el volumen de activación de los electrones en la muestra (Goldstein et al., 2003). Por tanto cuanto menor sea el volumen de activación, mayor será la resolución. Hay que encontrar un convenio entre la calidad y la resolución espacial de los EBSP.

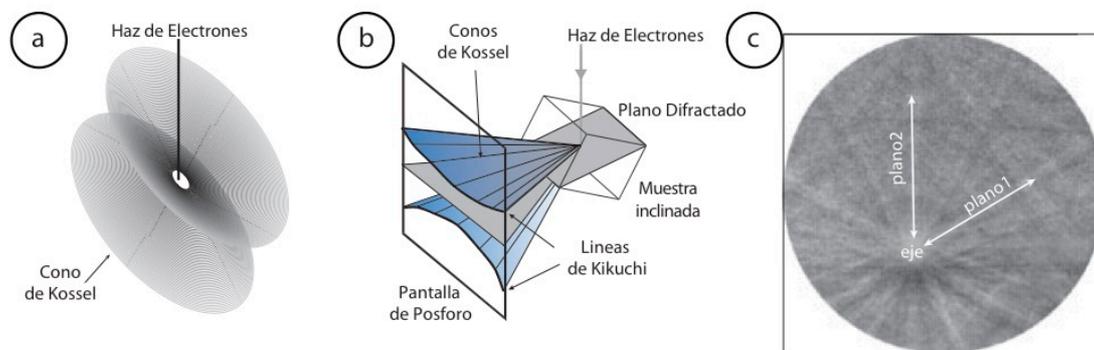


Figura 3.29. (a) Conos de Kossel (b) Esquema de la formación de los dos conos de Kossel por la difracción de un haz de electrones sobre los planos cristalinos de la muestra. (c) Respuesta como patrones de Kikuchi. Modificado de Prior et al. (1999).

### 3.4.2 Configuración experimental

El detector de electrones retrodispersados se encuentra acoplado a un microscopio electrónico de barrido (SEM). Para la adquisición de datos EBSD en este estudio ha sido utilizado el modelo CamScan X500 Crystal MicroProbe field emission gun FEG SEM del laboratorio de Microscopía Electrónica del Department of Earth, Ocean and Ecological Sciences de la Universidad de Liverpool (Fig. 3.30a) bajo la supervisión de la Dra. Mariani. Este EBSD-SEM fue construido a propósito para optimizar la adquisición de datos EBSD.

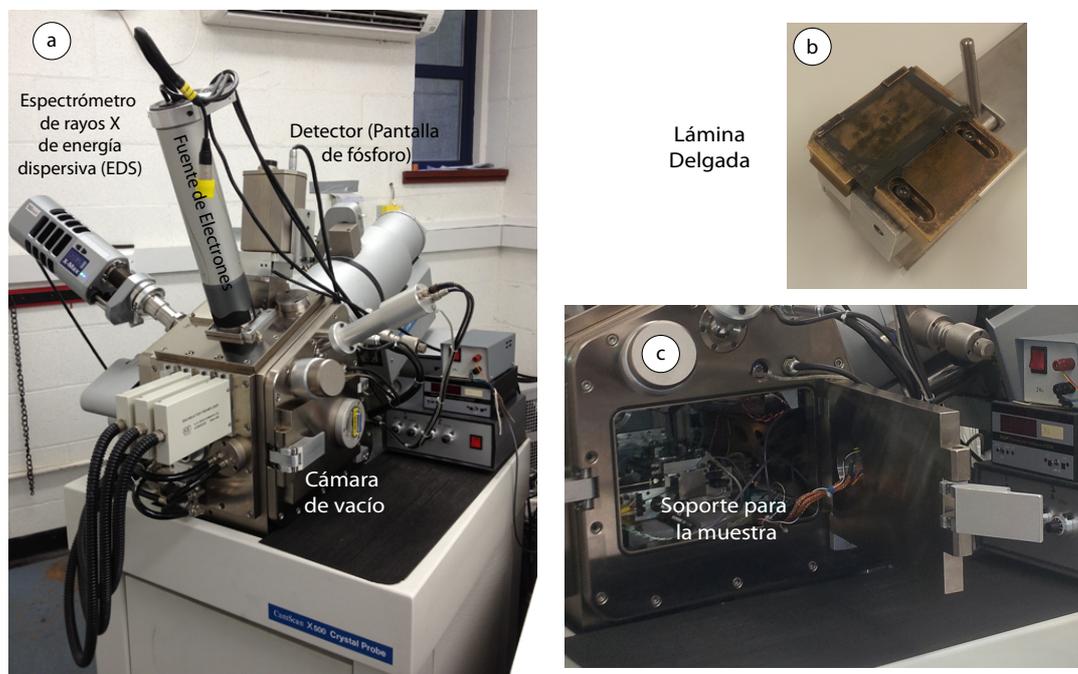


Figura 3.30. (a) Fotografía del CamScan X500 Crystal MicroProbe FEG SEM utilizado. (b) Posición de la muestra dentro del portamuestras (c) Detalle de la cámara de vacío.

Los dispositivos necesarios para la adquisición de EBSP consisten en una fuente de electrones, un cámara de vacío, y una pantalla de fósforo (detector F+Nordlys) que captura los electrones difractados, y que está acoplada a un sistema de cámaras digitales de alta resolución para su visualización en tiempo real. El posicionamiento del detector está restringido por la geometría de la cámara de vacío y los requisitos experimentales de la muestra, como experimentos a altas temperaturas (Fig. 3.30b). El detector se introduce en la cámara de vacío sólo cuando el EBSD está en funcionamiento. Esta geometría permite introducir muestras de gran tamaño (10 cm<sup>2</sup>). Estadísticamente, un ángulo de incidencia de 70° entre el haz de electrones y la muestra da el mayor número de BSE emitidos desde pocas decenas de nm de la superficie de la muestra, lo cual se traduce en una señal de EBSD más nítida. La orientación del sistema de cámaras es paralela a la orientación del haz y oblicua a la muestra. La calidad de EBSP está controlada por el voltaje, así como por la distancia de la pantalla de fósforo a la muestra. Así, cuanto más cerca estén la pantalla y la muestra, mayor será el rango angular de la EBSP, produciendo imágenes de mejor calidad.

El EBSD-SEM utilizado es adecuado para los minerales que producen patrones de difracción débiles, por ejemplo, minerales de baja simetría como plagioclasa o feldespato potásico. Porque con un ángulo de inclinación de 70° y un voltaje de 20kV alcanza una resolución espacial menor de 1 μm, además de poseer una cámara de alta resolución (600 puntos/segundo) que produce imágenes de mejor calidad en patrones que son más difíciles de indexar (Prior et al., 2009). Además, integra un espectrómetro de rayos X de energía dispersiva (EDX) para realizar una caracterización química de la muestra (400 puntos/segundo).

### 3.4.3 Preparación de muestras

El procedimiento de preparación de las muestras es trascendente en la precisión de adquisición de datos en los análisis de EBSD. La superficie de la muestra de interés deber ser lo más lisa posible para evitar sombras en el análisis causadas por distorsiones o contaminación. La preparación de la superficie incluye un pulido mecánico, que deja una capa amorfa dañando la red cristalina de la superficie, la cual se puede eliminar usando un pulido químico-mecánico (Lloyd, 1987; Prior et al., 1996). Si la preparación se realiza de forma correcta, se crea una superficie cristalina prístina, libre de impurezas, que se extiende unos pocos nanómetros dentro de la superficie de la muestra (volumen de activación) permitiendo la recopilación de patrones de buena calidad, nítidos y con contraste, para el análisis de EBSD. Aunque existen problemas de preparación con ciertos minerales, todos los que conforman las muestras de estudio son factibles para conseguir un buen pulido químico-mecánico. Además, este proceso es del vital importancia para obtener buenos patrones en los minerales con baja simetría (plagioclasa, hornblenda, dióxido y feldespato potásico). Este pulido, junto a los nuevos detectores de alta resolución, limitarán los problemas de desorientación que poseen estos minerales.

La reducción o eliminación de la carga se consigue cubriendo las muestras con una capa de unos pocos nanómetros de carbono. Otro aspecto importante es la pulcritud de las muestras. Las láminas delgadas deben mantenerse tapadas y escrupulosamente limpias. Cualquier contaminación o partícula de polvo interferirá en la obtención de los EBSP.

A continuación se describe detalladamente el procedimiento seguido para pulir las muestras utilizadas para esta tesis. Este procedimiento fue desarrollado por el autor durante su estancia temporal en la Universidad de Liverpool, bajo la dirección de la Dra. Mariani y el Dr. Allen.

### 3.4.3.1. Procedimiento de corte

El primer paso es orientar las muestras según los criterios de foliación y lineación medidos en el campo. La exactitud de este proceso tendrá importancia en los resultados de las orientaciones preferentes. Posteriormente se selecciona la superficie de corte paralela a la lineación de estiramiento y perpendicular a la foliación milonítica. Esta sección permite la visualización de ciertos indicadores cinemáticos microscópicos y de la gran mayoría de la microestructuras. La elección del tamaño de la muestra vendrá impuesto por el tamaño de grano de la muestra y tamaño del portamuestras del EBSD-SEM.

Las muestras se cortaron en superficies paralelas utilizando una sierra de diamante de precisión SYJ-160 Low Speed de MTI Corporation (Fig. 3.31a). En este estudio, al tener un tamaño homogéneo se decidió hacer bloques con un tamaño aproximado de 60 mm de longitud y 40 de anchura, que fueron pegados con resina encima de portas (Fig. 3.31b).

### 3.4.3.2. Procedimiento de pulido

Posteriormente se procede al pulido de las láminas delgadas. El primer paso es pulir manualmente la muestra contra un vidrio espolvoreado con carburo de silicio, un material sintético utilizado como abrasivo, empleando agua como lubricante durante 30 minutos, y trazando círculos para producir una abrasión uniforme (Fig. 3.31c). Se comienza utilizando el carburo de silicio de mayor tamaño de grano (220 grit) y se continúa cambiando el tamaño de grano (400, 600 y 800 grit) hasta llegar al menor tamaño (1000 grit). Entre cada paso es importante limpiar cuidadosamente el vidrio o utilizar otro, enjuagar la muestra bajo un chorro de agua corriente para eliminar cualquier rastro del abrasivo anterior, limpiar la muestra utilizando una máquina de ultrasonidos durante 30 segundos y secar con un papel secante (Fig. 3.31d). Hay que considerar que los tiempos de pulido expuestos aquí, en cada uno de los pasos, pueden variar dependiendo de varios factores como la velocidad de rotación de la pulidora, la presión ejercida sobre la muestra, el desgaste de la misma y la presencia de minerales de dureza baja.

El segundo paso es igual que el primero pero utilizando esta vez como abrasivo óxido de aluminio con un tamaño de grano de  $9.5 \mu\text{m}$  primero y luego de  $5 \mu\text{m}$ . El siguiente paso es un pulido mecánico utilizando la pulidora Ecomet III de Buehler Ltd. A bajas revoluciones sobre una superficie sintética empleando como lubricante una pasta con polvo de diamante con un tamaño de grano de  $0.3 \mu\text{m}$  durante aproximadamente 45 minutos (Fig. 3.31e). Antes de pasar al pulido químico-mecánico es importante comprobar la calidad del pulido mecánico bajo un microscopio de luz transmitida para discernir si todo está correcto o hay impurezas y es necesario repetir alguno de los pasos anteriores.

En el último paso se utiliza una solución de sílice coloidal como abrasivo conocido como SYTON (Fynn y Powell, 1979) con un tamaño de grano de 20 nm. Hay que tener en cuenta que esta solución reacciona con rocas ricas en calcio. Este proceso es un pulido a muy bajas revoluciones sobre una superficie con una trama. La muestra se introduce en una celda donde queda atrapada pero no está oprimida por ningún peso, para que rote libremente, de modo que si se causase algún daño por el proceso de pulido, este se distribuya homogéneamente por toda la muestra. Además, se utiliza una bomba que permite el movimiento continuo de la solución sobre toda el área.

Si todos los pasos anteriores han sido correctamente realizados, la muestra debería estar libre de impurezas. Después de este pulido final la muestra debe limpiarse, secarse y almacenarse en un lugar limpio, ya que la presencia de las partículas tiene el mismo efecto que impurezas en la superficie de la muestra.

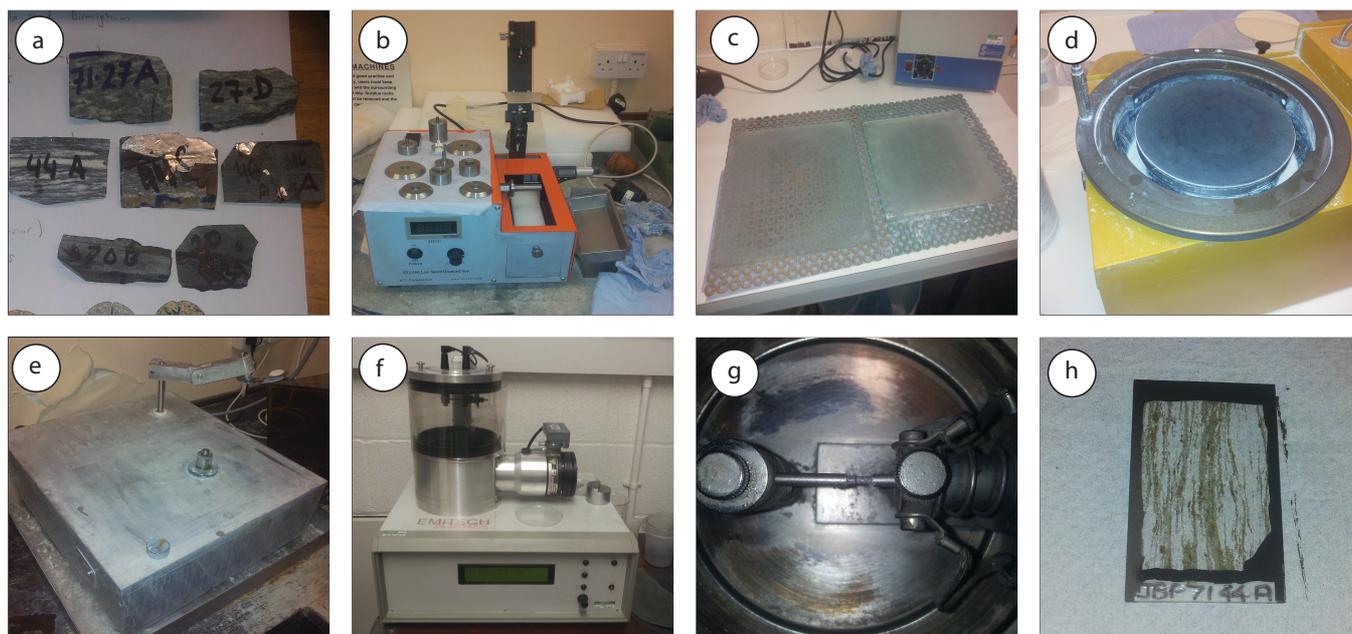


Figura 3.31. Proceso seguido en la preparación de muestras para EBSD. (a) Conjunto de muestras originales. (b) Máquina de sierra de diamante para la reducción del tamaño de la muestra. (c) Vidrios utilizados para el pulido de la muestra con diferentes tamaños de grano abrasivo desde 200 a 1000 grit. (d) Pulidora usada con óxido de silicio y pasta de diamante para un pulido de 9.5 a 0.3  $\mu\text{m}$ . (e) Máquina de pulido para la realización del ataque físico-químico a bajas revoluciones con sílice coloidal SYTON para alcanzar un pulido de hasta 20 nm. (f) Evaporizador de carbono utilizado para el revestimiento de las muestras. (g) Detalle de las varillas de carbono que se evaporan para recubrir la muestra con una capa de carbono. (h) Aspecto final de la muestra preparada para su análisis mediante EBSD.

#### 3.4.3.3. Procedimiento de revestimiento

La alta resolución de los EBSP alcanzable en metales es imposible de conseguir en rocas o muestras no conductoras debido a los problemas de cargas. El recubrimiento (*coating*) de la muestra con un material conductor, habitualmente carbono, resuelve en gran medida el problema de la acumulación de carga (e.g. Watt et al., 2006). Este método reduce ligeramente la intensidad, el contraste y la claridad de los EBSP.

Para este proceso se limpian las muestras con etanol y se pintan los bordes de las láminas delgadas con una solución coloidal de grafito. Una vez secas, las muestras se introducen en el evaporizador de carbono Emitech K-950X. Dentro de la máquina se encaja un varilla de carbono de alta pureza. Una vez conseguido el vacío oportuno, la degasificación y el precalentamiento de la varilla, se procede a la evaporación, que produce un revestimiento de una capa de 2-4 nm carbono (Fig. 3.31f y g).

#### 3.4.4 Adquisición de datos de difracción de electrones retrodispersados

El EBSD-SEM utilizado tiene implementado los software AZtecHKL y HKL Channel 5 de Oxford Instrument para monitorizar y analizar en tiempo real los patrones de difracción y realizar el post-procesado.

##### 3.4.4.1. Calibración

Para que la adquisición de EBSP tenga una fiabilidad y una geometría idéntica evitando distorsiones en todas las muestras analizadas, hay que realizar previamente una rutina de calibración (e.g. Engler y Randle, 2010). Básicamente, esta calibración consiste en la alineación de los tres sistemas de referencia (muestra, microscopio y escaneo) analizando la orientación cristalina de un estándar conocido, comúnmente un cristal único (*single crystal*) de silicio. Cada uno de los sistemas de referencia implicados posee tres ejes ortogonales. Para

una calibración precisa, se sigue un procedimiento estándar alineando el eje  $X_{Sample}$  de la muestra, en nuestro caso paralelo a la lineación, con el eje  $X_{Microscope}$  del sistema de referencia del microscopio. Esto ayudará a que cuando rotemos el portamuestras sobre el eje horizontal  $X_{Tilt}$  un ángulo de  $70^\circ$  para favorecer a los BSE, el área de análisis sea rectangular. Como último paso, hay que asegurarse que el eje  $X_{Scanning}$  del sistema de coordenadas del detector sea totalmente paralelo a los dos ejes X anteriormente citados, es decir, que se mueve de izquierda a derecha en la muestra. Con esta calibración, se consigue que los tres sistemas de referencia se correlacionen adecuadamente. Además, así puede refinarse la posición central del patrón y la distancia correcta al detector. La relación de los ejes puede observarse en la Figura 3.32.

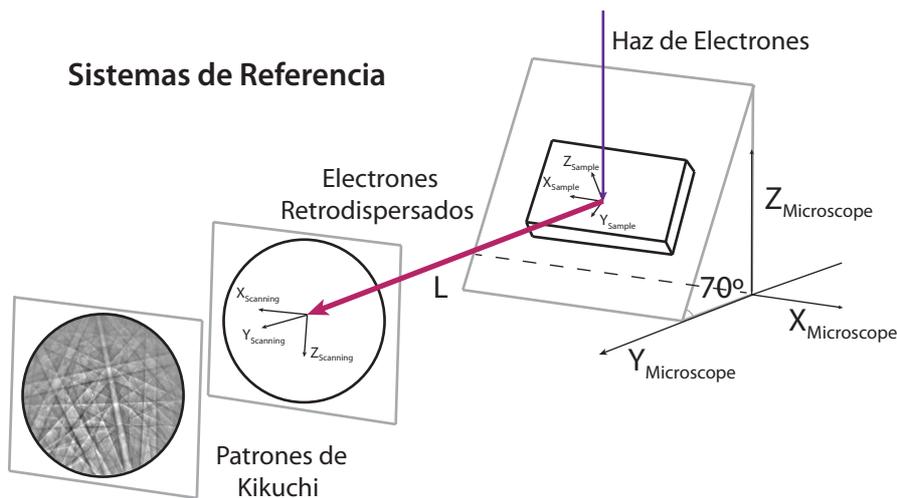


Figura 3.32. Descripción de los tres sistemas de referencia dentro de la configuración experimental para EBSD-SEM.  $X_{Sample}$ ,  $Y_{Sample}$  y  $Z_{Sample}$  son los ejes de la muestra, mientras que  $X_{Microscope}$ ,  $Y_{Microscope}$  y  $Z_{Microscope}$  son los ejes de microscopio electrónico de barrido y  $X_{Scanning}$ ,  $Y_{Scanning}$  y  $Z_{Scanning}$  son los ejes del detector.  $L$  es la distancia de la muestra al detector.

### 3.4.4.2. Substracción del valor de fondo (*background*)

Un problema constante en cualquier señal de BSE es el efecto significativo de fondo (*background*), que afecta a la calidad de los EBSP, debido a la componente policromática de la dispersión de los electrones. Fundamentalmente está causado por la emisión de señales de electrones con alta energía que escapan de la muestra sin ser difractados, o por electrones con baja energía, que perdieron su energía al interactuar con la materia, o incluso por la interferencia con los defectos en la muestra. Su corrección se realiza gracias a una función implementada (*autobackground*) en los paquetes de software como AZtecHKL o HKL Channel 5. El *background* debe ser aislado adquiriendo una señal promedio, desenfocando sobre una región con un área mayor para tener en cuenta un mayor número de cristales, y luego extraerlo de la señal original. Después de este proceso, la calidad de la señal adquiere un mayor contraste y mejora notablemente (Fig. 3.33).

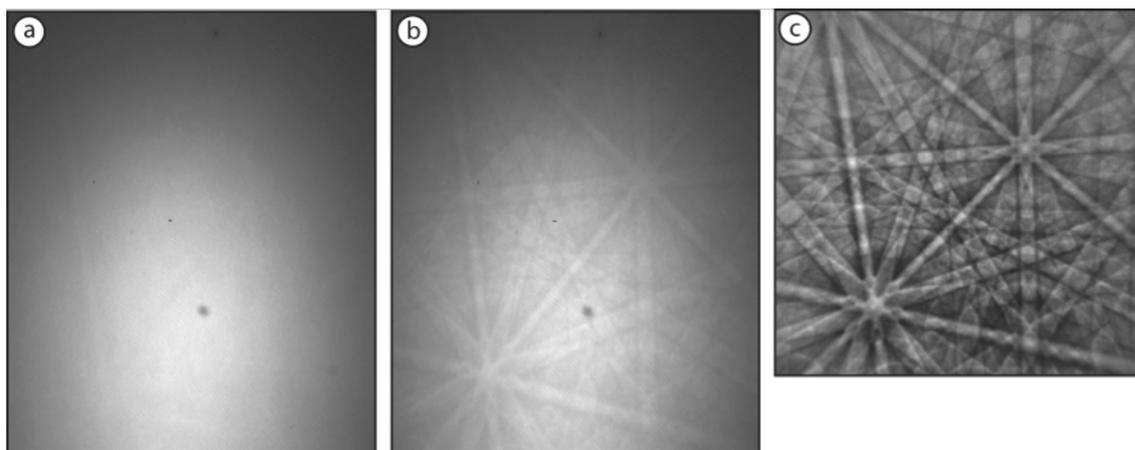


Figura 3.33. (a) Patrones de Kikuchi mostrando el efecto del *background*. (b) Efecto de la corrección realizada sobre el *background*, obteniendo unos los patrones de Kikuchi más nítidos. (c) Patrones simulación realizada mediante AZtechKHL.

#### 3.4.4.3. Identificación mineral

La identificación mineral de un EBSP se realiza por la posición relativa de las bandas respecto de los ejes, los cuales son las regiones de intersección de las bandas, y la simetría cristalina. La identificación en minerales de alta simetría es inequívoca. Sin embargo, la identificación y distinción entre minerales que forman una solución sólida es un proceso complejo, ya que varían sus composiciones mediante el reemplazo de elementos con radio iónico similar provocando cambios insignificantes en sus redes cristalinas (Mariani et al., 2008; McLaren y Reddy, 2008; Pearce et al., 2011). En este estudio, contamos con minerales del grupo de las plagioclasas (serie albita-anortita) y clinopiroxenos (diopsido-hedenbergita-jadeita) siendo su variación estructural imperceptible para las rutinas de identificación disponibles actualmente. Su correcta indexación fue llevada a cabo utilizando los datos combinados de EBSP y EDS suministrados por el aparato, aunque esto ralentizó la velocidad de la adquisición.

#### 3.4.4.4. Indexado

La indexación es la determinación de las orientaciones cristalográficas de un material a partir del análisis de los EBSP. La indexación de un mineral conocido implica el cálculo de la posición y la orientación de las bandas con respecto a un punto en el origen calibrado de antemano. Además, es preciso conocer el ángulo sólido, entre los conos de Kossel, que se proyecta como el ancho de las bandas, obteniendo así la orientación cristalográfica del mineral indexado. Este proceso puede realizarse de forma manual, o automáticamente utilizando un algoritmo de procesamiento de imágenes, conocido como la transformada de Hough (Krieger Lassen, 1998; Kunze et al., 1994; Schwarzer, 1997; Wright et al., 1993). Este algoritmo busca las coincidencias entre el conjunto de planos observados de la red cristalina del mineral analizado y una extensa base de datos teniendo en cuenta un margen de error. Pero, a su vez, requiere información sobre la simetría del cristal, los parámetros de la celdilla unidad, el número de planos de la red que dan bandas en los EBSP y los anchos estas bandas, que corresponden al espaciado interplanar. Para simplificar las líneas de Kikuchi y transformarlas en puntos, el algoritmo utiliza el espacio de Hough, que convierte cada punto de la imagen original  $(x_i, y_i)$  en una curva sinusoidal de coordenadas  $(\rho, \theta)$  mediante la siguiente función:

$$\rho = x_i \sin \theta + y_i \cos \theta$$

La suma resultante de todos los puntos de la imagen generará unas curvas sinusoidales que se cruzan en un punto común en el espacio Hough (Figura 6.7 de Engler y Randle, (2010). Esto simplifica la resolución del problema. El siguiente paso es la identificación

de los picos en el espacio de Hough, es decir, las bandas en el patrón original. Una vez aplicado a todas las bandas de los patrones de difracción, se puede conocer la separación entre las bandas por la distancia radial entre los picos y el ángulo entre bandas utilizando el espaciamiento angular de los picos. Para más detalles léase Engler y Randle, (2010).

La correcta indexación mediante software puede ser evaluada y corregida por comparación de las bandas recogidas en la EBSP del mineral analizado con una simulación de las bandas (Winkelmann, 2009). Para un ajuste fiable, se requiere que todas las bandas simuladas sean visibles y que no existan bandas adicionales que no se observen en la simulación. Cada mineral utilizado requiere un tiempo de experimentación para lograr un buen ajuste en las bandas. Pero es cierto que cuanto más baja es la simetría del cristal analizado más difícil es su comparación con la simulación, debido a complejidades y distorsiones en la red cristalina (Wheeler et al., 2001). Esta corrección previa a la indexación automática es importante para optimizar el procesamiento y obtener unos resultados de calidad, ya que el uso de insuficientes o demasiadas bandas pueden impedir que el equipo encuentre alguna solución.

En este estudio, la velocidad máxima de indexación automática ha sido de 600 puntos por segundo. La distancia de la muestra al detector fue de 25 mm. La gran calidad del detector y el aprovechamiento de los recursos del software nos han permitido un tamaño de punto o *spot/step size* de aproximadamente 2-2.5  $\mu\text{m}$ , obteniendo EBSP nítidos o con bajo ruido que han sido indexados, sin reducir significativamente la resolución espacial.

#### 3.4.4.5. Calidad de los análisis

Uno de los mayores errores que pueden producirse en el análisis de EBSD es la colocación equivocada de la muestra dentro del microscopio, sin su dirección de lineación  $X_{\text{Sample}}$  paralela al eje  $X_{\text{Scanning}}$  del microscopio. Este error repercute directamente en la medida y representación de la textura. Otro error importante es la realización de una calibración incorrecta, sobre todo de la posición central del patrón y la distancia al detector, ya que cada medición alejada del centro introducirá unos grados de error en la textura. Por ello, es crucial tener la cámara tan cerca de la muestra como sea físicamente posible para minimizar el error.

Además existen errores dependientes de la indexación. El fallo más común es la falta de indexación, donde el programa no es capaz de encontrar una solución coherente dentro de los límites establecidos. También existe la desindexación o *misindexing*, el cuál es un error en el proceso de indexado en el que a un punto se le asigna una orientación diferente a la solución correcta, ya que presentan patrones similares. Se pueden minimizar aumentando el número de bandas detectadas para ajustar el patrón. Este último error es frecuente en fases que pertenecen a una solución sólida. Por ello, para conocer la calidad o precisión de la indexación existe un parámetro de error en el software llamado desviación angular media (MAD). La mejor solución posible es aquella que tiene el menor MAD.

Ciertos parámetros de indexación en el software de adquisición de datos fueron impuestos, como la restricción del número de bandas de Kikuchi utilizadas para cada mineral o la limitación del MAD máximo a un valor por debajo de 1, para reducir al mínimo el nivel de desindexación y no indexación. Aún así, se mantuvieron los puntos suficientes indexados para reconstruir con detalle la microestructura de las muestras sin introducir artefactos.

### 3.5. Análisis de datos en EBSD

Los datos de EBSD procesados y expuestos en este trabajo han sido obtenidos mediante el uso de dos aplicaciones diferentes, HKL Channel 5 y MTEX (Bachmann et al., 2010). El primero es un paquete comercial de programas que permite realizar el post-procesado de datos de una manera intuitiva y rápida. Al contrario MTEX es un software libre de código abierto, que funciona mediante el software matemático MATLAB, permitiendo modificar y adaptar el análisis a sus necesidades mediante una línea de comandos (*script*). Todos los *scripts* creados para MTEX se pueden consultar en Anexo de este trabajo.

#### 3.5.1 Presentación de los resultados

Varias propiedades medidas en EBSD se pueden visualizar a través de mapas. Los programas nos dan la posibilidad de representar los datos desde varios puntos de vista. Por ejemplo, puede utilizarse el contraste de orientaciones (OC – *orientation contrast*), también conocido como contraste de banda (BC – *band contrast*), para conocer la variación de la señal de los BSE debido a la orientación cristalográfica en un dominio dentro de la muestra estudiada (e.g. Prior et al., 1996; Prior y Wheeler, 1999; Trimby y Prior, 1999). Los cambios bruscos en la escala de grises suelen corresponder a una transformación súbita de la orientación cristalográfica, pudiendo ser un límite de grano o subgrano, o una transformación de la estructura, como puede ser un límite entre una fase y otra. Por el contrario, los cambios graduales en la escala de grises pueden corresponder a variaciones graduales en la orientación cristalográfica. Esta función depende de varios factores, incluyendo la calidad de la superficie, la distorsión de la red cristalina y el voltaje. La presencia de minerales con baja simetría o la realización de un mal pulido pueden impedir observar el BC de una manera adecuada, generando errores (Fig. 3.34).

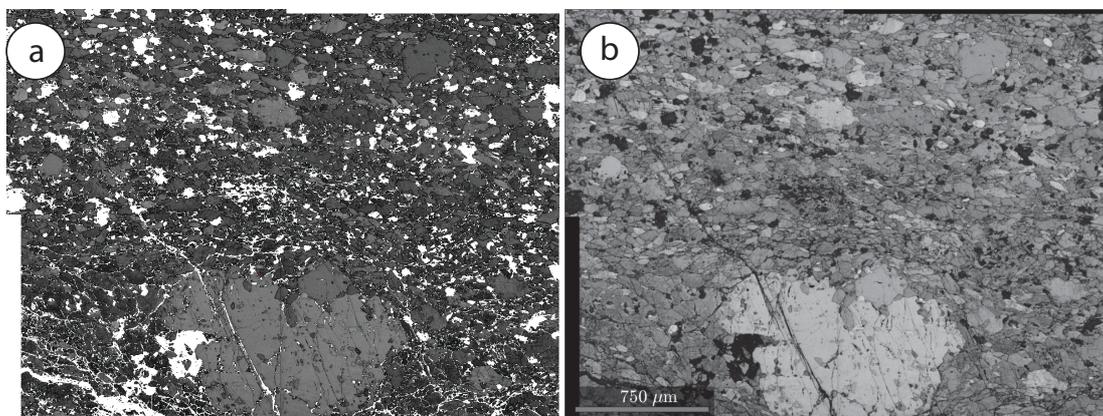


Figura 3.34. Mapa de contraste de orientaciones o contraste de bandas para una anfibolita. Calculado con (a) Channel 5 y (b) MTEX.

Además existe la posibilidad de crear un mapa composicional o de fases, donde cada pixel tenga un color diferente de acuerdo con la fase determinada por la indexación en EBSD. Para este estudio, se han elegido los colores amarillo (plagioclasa), verde (hornblenda), rojo o marrón (granate), azul (diópsido), magenta (cuarzo) y rosa (biotita) (Fig. 3.35).

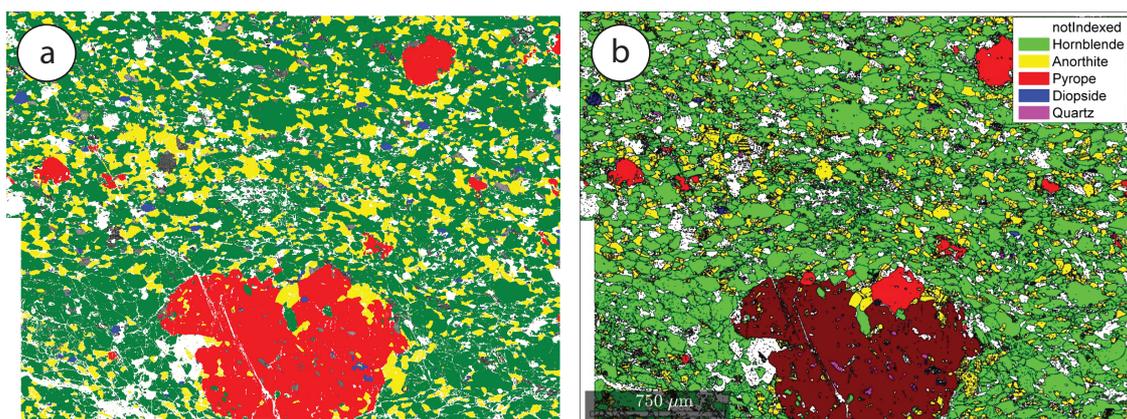


Figura 3.35. Mapas de composiciones para una anfibolita, calculado con (a) Channel 5 y (b) MTEX para la misma anfibolita de la Figura 3.35.

Para representar cualquier otro mapa procedente de los datos de EBSD primero se definen los límites de grano y subgrano establecidos para este estudio. Realmente, el programa mide la desorientación en grados entre dos pixeles adyacentes (Shigematsu et al., 2006). El esquema de color utilizado en este estudio es el siguiente: rosa (grano  $>15^\circ$ ), azul (subgrano  $> 10^\circ$ ), verde (ángulos intermedios  $> 5^\circ$ ), amarillo (bajos ángulos  $> 2^\circ$ ), rojo (macla polisintética de la plagioclasa  $>180^\circ$ ) (Fig. 3.36).

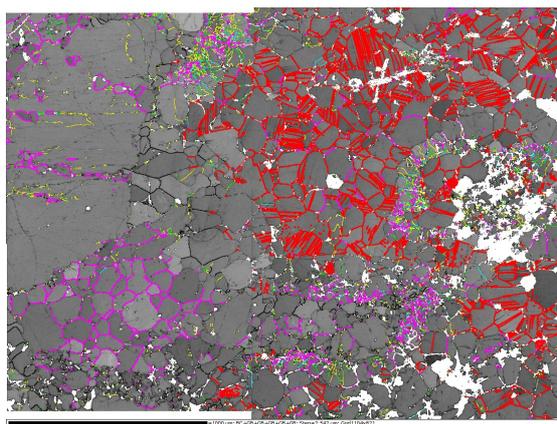


Figura 3.36. Mapa de límites de grano y subgrano establecidos para este estudio. Calculado con Channel 5.

También se puede representar la orientación preferente de los granos en un mapa asignando a cada rotación de los ángulos de Euler un color en la escala RGB (Fig. 3.37). Sin embargo, esa imagen es complicada de interpretar y a efectos prácticos es inservible. Para la interpretación de la textura preferimos emplear las figuras de polo, ya sean normales o inversas. Pero para definir la textura de un mineral se necesitan grandes mapas para obtener un número estadísticamente representativo de granos y conseguir eliminar el efecto de los granos de gran tamaño. Estos mapas son creados mediante pegado de una serie de mapas consecutivos más pequeños. Pero para que todo funcione correctamente hay que mantener un tamaño de punto o *spot/step size* de la misma medida.

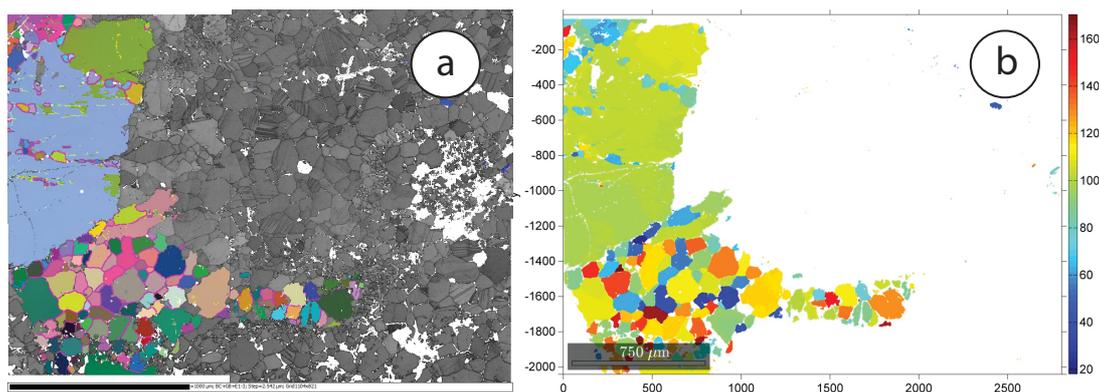


Figura 3.37. Mapa de orientaciones de Euler del diópsido para misma anfibolita de la figura 3.36, calculado con (a) Channel 5 y (b) MTEX. Nótese que el mapa esta formado por una red de cuatro mapas más pequeños.

Un aspecto problemático es la presencia de píxeles, o incluso zonas más grandes, sin información debido a que no se han podido indexar. Este error se conoce como no indexación (*nonindexing*). Además la desindexación (*misindexing*) se refiere a las orientaciones asignadas que son diferentes de la solución correcta por un ángulo significativamente mayor al error angular inherente en la indexación EBSD (Prior et al., 2009). Estos problemas se acentúan con la presencia de minerales monoclinicos y triclinicos, debido a la gran variabilidad de sus ángulos. Se puede disminuir el porcentaje de desindexación reduciendo la distancia entre la muestra y la pantalla de fósforo a la hora de acometer el análisis. También se puede lograr mediante un buen ajuste manual en las bandas recogidas en la EBSP previo a la automatización del algoritmo de indexación, obteniendo errores suficientemente pequeños para que los datos sean útiles.

### 3.5.2 Suavizado

Por muy cuidadosos que seamos en el análisis de datos en EBSD, siempre obtendremos un porcentaje de desindexación o de no indexación en cada una de las muestras. Para subsanar estos problemas y eliminar ciertos errores y artefactos ambas utilidades ofrecen la posibilidad de aplicar diferentes filtros de suavizado.

Channel 5 brinda la posibilidad de ejecutar un sencillo procedimiento como es la eliminación de picos salvajes (*wild spikes*). Simplemente sustituye los píxeles individuales que son diferentes en orientación y composición de sus ocho píxeles adyacentes por un pixel igual que esos ocho píxeles (Fig. 3.38). Este algoritmo sólo es adecuado en mapas con altas tasas de indexación.

Este software ofrece otra rutina de extrapolación en la que se puede asumir que un pixel no indexado tenga, con cierta tolerancia, la orientación promedio de los  $n$  vecinos que le rodean (e.g. Bestmann y Prior, 2003; Halfpenny et al., 2006; Prior et al., 2002), y siendo  $n$  el número de píxeles adyacentes. Esta extrapolación se conoce como reducción de ruido (*noise reduction*) y utilizando  $n=8, 7, 6$  o  $5$ , no crea artefactos significativos. Este suavizado de datos se puede aplicar a ciertas zonas o subconjuntos de las muestras estudiadas. Sin embargo, no puede reconstruir las zonas con problemas de indexación, ya que generaría artefactos. El programa reporta un porcentaje de desindexación para cada muestra, que en nuestro caso nunca ha sido superior al 25% teniendo en cuenta que este valor también considera los bordes de los mapas.

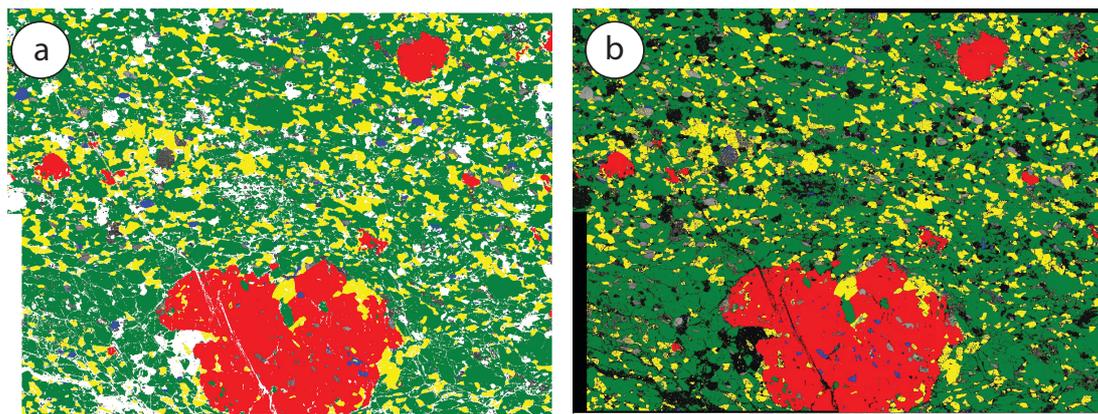


Figura 3.38. Mapa de composición (a) antes del proceso de suavizado y (b) después de aplicar la eliminación de los picos salvajes y la reducción de ruido en Channel 5.

MTEX permite reducir el porcentaje de desindexación o de no indexación de los datos de EBSD mediante la aplicación de un filtro de suavizado. El filtro más sencillo de todos los disponibles es el de la media (*mean filter*), el cual toma una media de todas las orientaciones dentro de un determinado rango de píxeles adyacentes. Este filtro permite especificar el tamaño del rango de píxeles adyacentes (e.g. 5x5) y su relevancia desde una distribución gaussiana para el cálculo de la media. La gran desventaja de este filtro es que suaviza todos los límites de subgrano y es muy sensible a los valores atípicos, y por ello no ha sido utilizado en este estudio. Sin embargo, el filtro de la mediana (*median filter*) utiliza la mediana de todas las orientaciones considerando la distancia media de cada píxel con respecto a los demás. Este filtro es más preciso ya que conserva los límites de los subgranos (Fig. 3.39a y b). El filtro de *Spline* suaviza los cuaterniones proyectándolos en el espacio tangencial y realizando un suavizado por la aproximación *Spline* implementada en el *software* Matlab (Muralikrishnan y Raja, 2009) (Fig. 3.39c). Además suministra automáticamente un parámetro  $\alpha$  de calibración del suavizado. El último de los filtros es el filtro *halfquadratic*, que se distingue del filtro de suavizado *Spline* porque mantiene mejor los límites de granos internos (bajos ángulos). Este filtro utiliza las técnicas de minimización *halfquadratic* en cuaterniones para suavizar los datos procedentes del EBSD. Permite definir el parámetro  $\alpha$  de calibración del suavizado, el peso, la tolerancia para el descenso de gradiente y el umbral para los límites de subgranos (Bergmann et al., 2016) (Fig. 3.39d). Todos los filtros descritos anteriormente también pueden usarse para la interpolación de los píxeles no indexados, utilizando el comando FILL. Para más detalle sobre los *scripts* utilizados véase el Anexo II. Para este estudio se decidió seleccionar el filtro de *Spline* como método de suavizado, porque no distorsiona gravemente las orientaciones, preserva los límites de subgrano sin enfatizarlos y mantiene los valores máximos y mínimos originales.

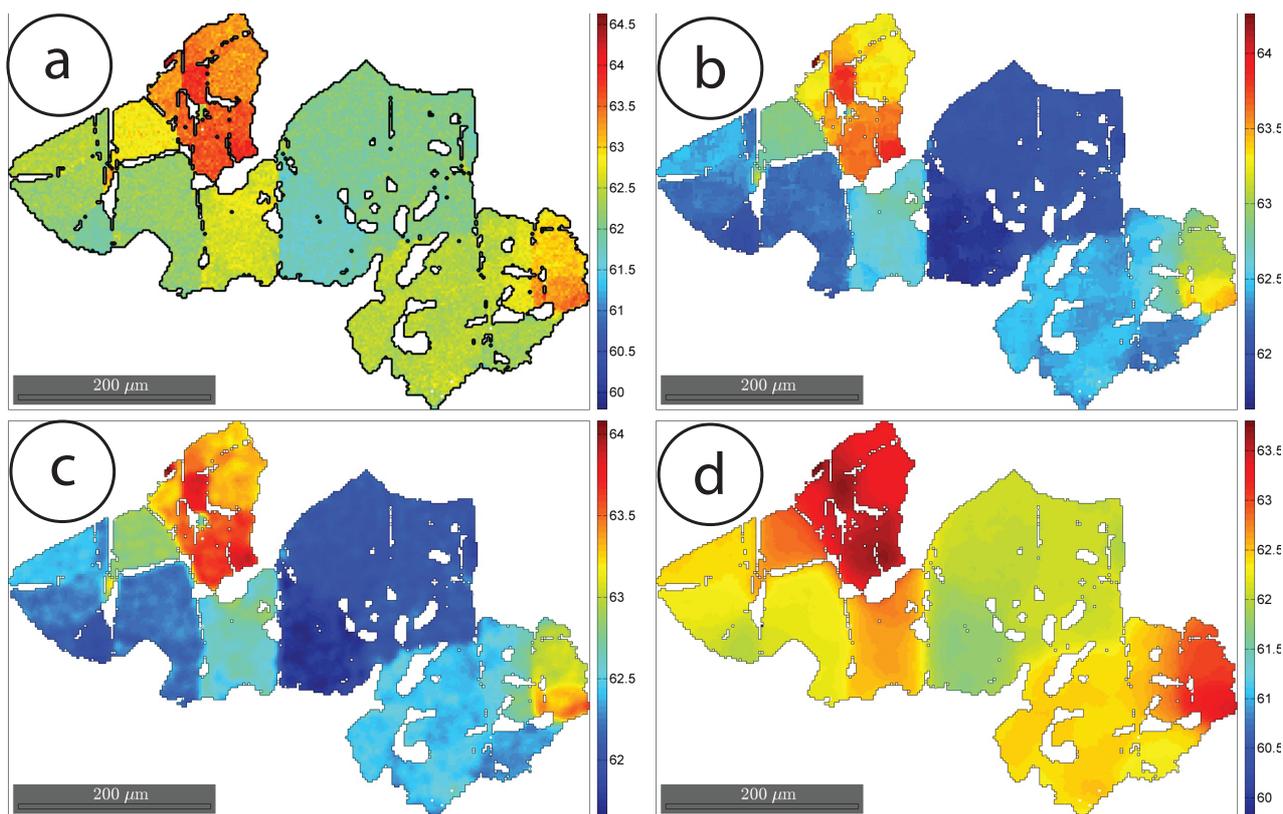


Figura 3.39. Mapa de orientaciones de un granate (a) antes del proceso de suavizado y después de aplicar (b) el filtro de la mediana, (c) el filtro de *Spline* y (d) el filtro *halfquadratic* en MTEX. La leyenda está referenciada en grados.

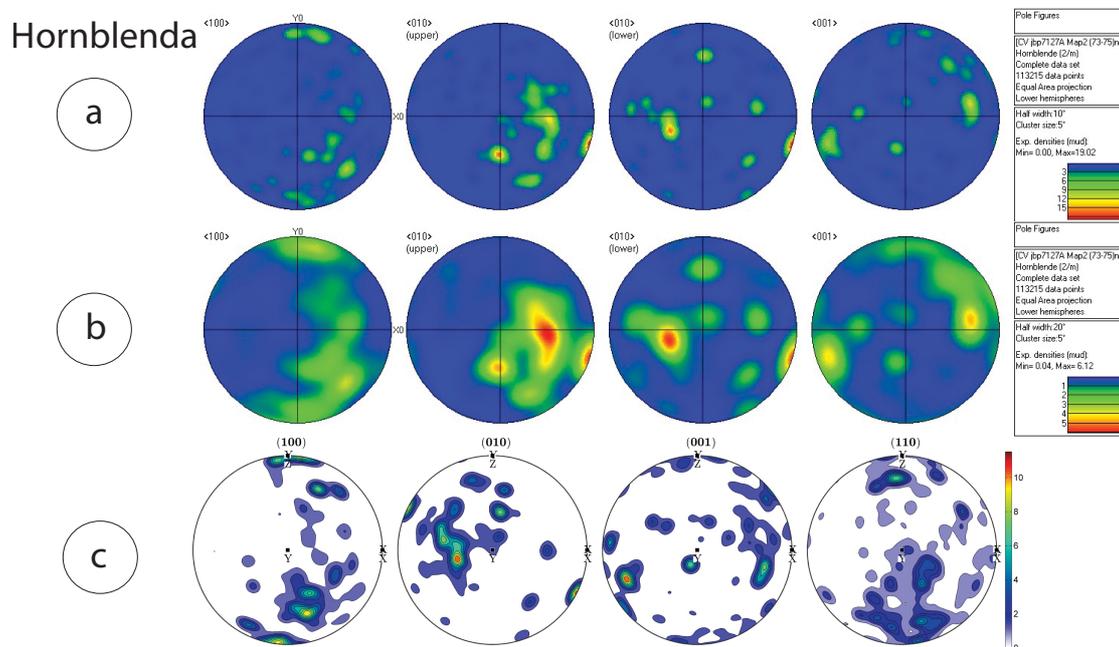


Figura 3.40. Comparación entre las figuras de polos experimentales para la textura de la hornblenda en una muestra de anfibolita. (a) Calculadas usando Channel 5 para una anchura media (*halfwidth*) de 10° y un *cluster size* de 5°. (b) Calculadas usando Channel 5 para una anchura media (*halfwidth*) de 20° y un *cluster size* de 5°. (c) Calculadas con MTEX. Escala expresada en múltiplos de una distribución uniforme (m.u.d). Obsérvese que los planos representados en Channel 5 y MTEX son diferentes.

### 3.5.3 Cuantificación textural

La orientación de varios planos o direcciones cristalográficas particulares para cada mineral se puede representar a través de sus figuras de polos experimentales, ya sean normales o inversas (Mainprice et al., 2004; Vauchez et al., 2005). Estas Figuras de polos experimentales son calculadas directamente a partir de los datos de EBSD, tanto en Channel 5 como en MTEX (Fig. 3.40).

#### 3.5.3.1. Cálculo de la función de distribución de orientaciones (ODF)

El método para calcular o estimar la ODF de un mineral a partir de los datos experimentales de EBSD en MTEX se conoce como estimación de densidad del núcleo (*kernel density estimation*) (Hielscher, 2013; Hielscher et al., 2010; Mainprice et al., 2015). Una ODF de un mineral se puede definir como:

$$f(g) = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^M \psi(g g_i^{-1})$$

donde  $g$  son las orientaciones de un número  $N$  de píxeles o granos para una estimación de densidad del núcleo  $\psi$ . Esta estimación es una función con forma de campana, donde se coloca un compendio de todas las orientaciones medidas. De esta manera se obtiene una función suavizada del espacio de orientaciones. Existen multitud de estimaciones de densidad del núcleo disponibles en MTEX (Abel Poisson, de La Valee Poussin, von Mises Fisher, bump, Dirichlet, Gauss Weierstrass, fibre von Mises Fisher y Square Singularity; Fig. 3.41). La estimación de La Valee Poussin función radial ha sido utilizada en este estudio por defecto (Hielscher y Schaeben, 2008).

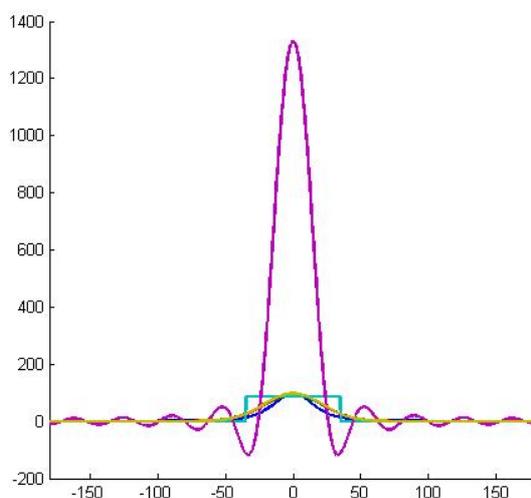


Figura 3.41. Gráfico de la función con forma de campana que representa una estimación de densidad del núcleo de La Valee Poussin.

Evidentemente, la elección de una estimación de densidad del núcleo en particular y el valor de la anchura media (*halfwidth*) de la campana tienen un gran impacto en la ODF resultante (Robin y Craig, 1986). Por ello, MTEX incluye un algoritmo que selecciona automáticamente la anchura media. Pero para evitar el problema de una anchura media demasiado pequeña, se debe llevar a cabo una adecuada reconstrucción de los granos, ya que el algoritmo utiliza una sola medición por grano.

Para comparar el efecto de anchura media en la computación de la ODF han sido calculadas las Figuras de polos correspondientes a la textura de la hornblenda en una muestra

a través de la estimación de La Valee Poussin para una anchura media predeterminada de  $10^\circ$  y  $20^\circ$ ; y para una anchura media calculada usando del algoritmo CALCKERNEL (Fig. 3.42). Como se puede observar en el gráfico, en el primer caso las PF poseen varios máximos y submáximos aislados con unos valores bastante altos ( $>4$  m.u.d). Además, en el plano (100), se puede observar perfectamente un círculo menor. En el segundo caso, los máximos crecen eliminando todo rastro de los submáximos anteriores. Esto sobrepone una simetría monoclinica, perdiendo bastante información que antes casi no existía y hace caer los valores máximos ( $>2.2$  m.u.d). Sin embargo el último caso es una combinación de los anteriores, ya que al calcular automáticamente la anchura media del pico, los máximos se redondean con respecto al ejemplo primero, pero se mantiene toda la información cristalográfica, conservando unos valores bastante altos ( $>3.5$  m.u.d). Por ello pensamos que el cálculo de la ODF mediante la selección automática la anchura media es la forma más fidedigna de representar la ODF.

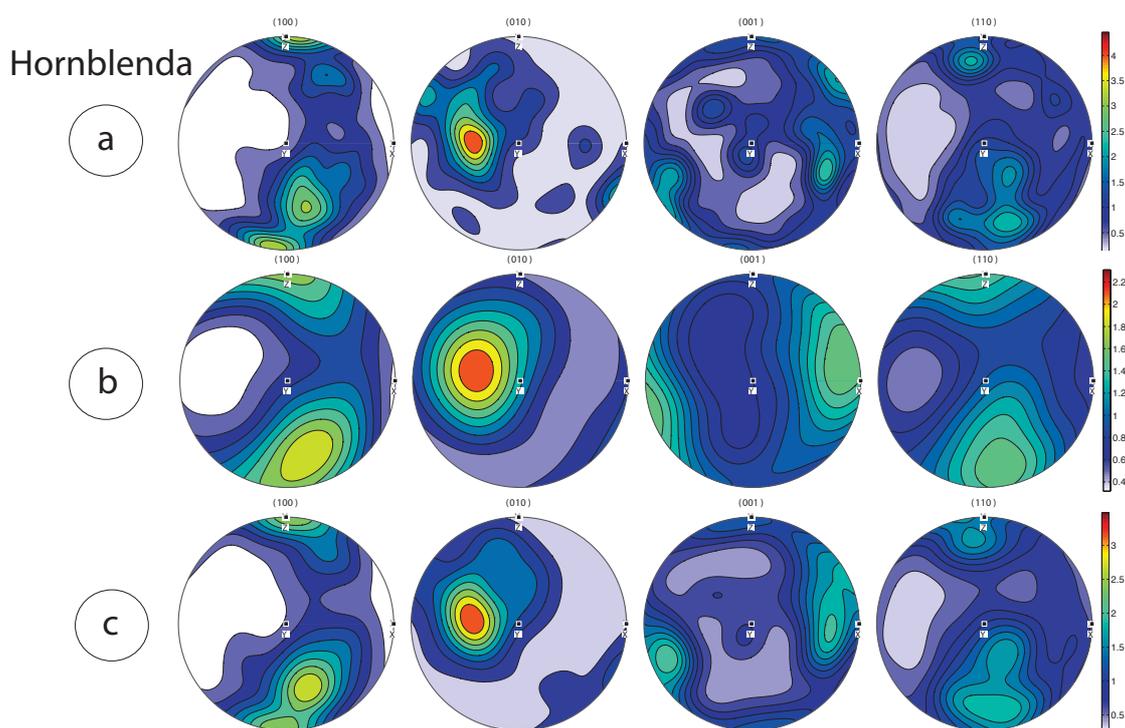


Figura 3.42. Comparación entre las figuras de polos calculadas desde una ODF para la textura de la hornblenda en la misma muestra de anfibolita de las Figuras 3.36 y 3.37. (a) Figuras de polo calculadas para una anchura media (*halfwidth*) de  $10^\circ$ , (b) para una anchura media de  $20^\circ$  y (c) calculadas a través del algoritmo CALCKERNEL que selecciona automáticamente la anchura media. Escala expresada en múltiples de una distribución uniforme (m.u.d). Todas las figuras han sido computadas en MTEX.

### 3.5.4 Análisis de la desorientación

Los límites de grano se pueden definir como defectos bidimensionales que introducen un ángulo de desorientación en la red cristalina (Poirier., 1985). Si el límite de grano del cristal posee un ángulo de desorientación superior a  $15^\circ$ , debe ser descrito como dos cristales distintos con diferentes orientaciones cristalográficas. Pero si este límite tiene un ángulo más bajo, se denomina límite de subgrano. Realmente los límites de grano presentan una estructura atómica altamente desordenada con un elevada energía interna libre (Passchier y Trouw, 2005). En diversas situaciones geológicas, se espera una distribución aleatoria de los límites de grano dentro de un volumen dado de roca, como por ejemplo en la cristalización de rocas ígneas sin esfuerzos externos. Sin embargo, rocas dinámicamente recrystalizadas por rotación de límites de subgranos revelan una alineación de dichos límites (e.g. Lloyd, 2004). En este caso, la energía interna de los límites de grano es directamente proporcional al ángulo de

desorientación de los cristales. Ya que la energía mínima depende de cada mineral, éste desarrollará un determinado ángulo de desorientación (Wheeler et al., 2001). Por ejemplo, los límites de grano de filosilicatos y otros minerales prismáticos están fuertemente controlados por la cristalografía, por lo que incluso sin la acción de los procesos de deformación y recristalización tendrán límites de grano de alto ángulo (e.g. Lloyd y Kendall, 2005). Por todo ello, es evidente que las características relacionadas con las desorientación pueden proporcionar información importante acerca de la evolución de las microestructuras y los procesos responsables de su desarrollo.

### 3.5.4.1. Concepción teórica y geometría básica de la desorientación

La desorientación entre dos redes cristalinas se puede expresar mediante un eje y un ángulo de rotación. El dibujo esquemático de la Figura 3.43 muestra las posibles rotaciones de dos cristales, uno de baja simetría y otro de alta simetría. Para este último, existen más de un eje y un ángulo de rotación posible para rotar el cristal. Sin embargo para un cristal con baja simetría sólo existe un eje y ángulo de desorientación capaz de rotar el cristal. El número de ejes y ángulos de desorientación aumenta proporcionalmente con aumento de la simetría del cristal (Wheeler et al., 2001). Esto plantea el problema de qué eje y ángulo elegir para definir la desorientación. Habitualmente se utiliza el menor de esos ángulos y su correspondiente eje de rotación (e.g. Díaz Aspiroz et al., 2007; Randle, 1992). Además, el eje de la desorientación está considerado un vector no direccional, haciendo que el ángulo máximo de desorientación entre dos cristales sea como máximo de  $180^\circ$  y por convenio siempre positivo, ya que las rotaciones mayores a este valor son equivalentes a las rotaciones inferiores en sentido opuesto.

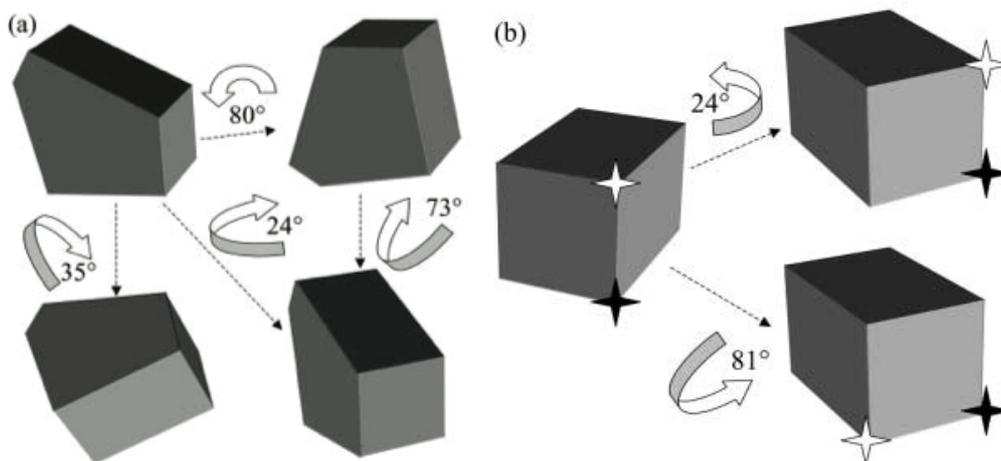


Figura 3.43. (a) Desorientación entre cristales de baja simetría. (b) Desorientación entre cristales de alta simetría. Nótese que los dos cubos finales tienen la misma orientación. Modificado de Wheeler et al. (2001).

### 3.5.4.2. Representación de la desorientación

Existe la posibilidad de visualizar la desorientación mediante mapas de granos (*intergranular misorientation*) o de límites de grano otorgando a cada ángulo de la desorientación un valor RGB. Estos mapas son muy vistosos, pero sólo son un complemento de una interpretación más detallada (Fig. 3.44).

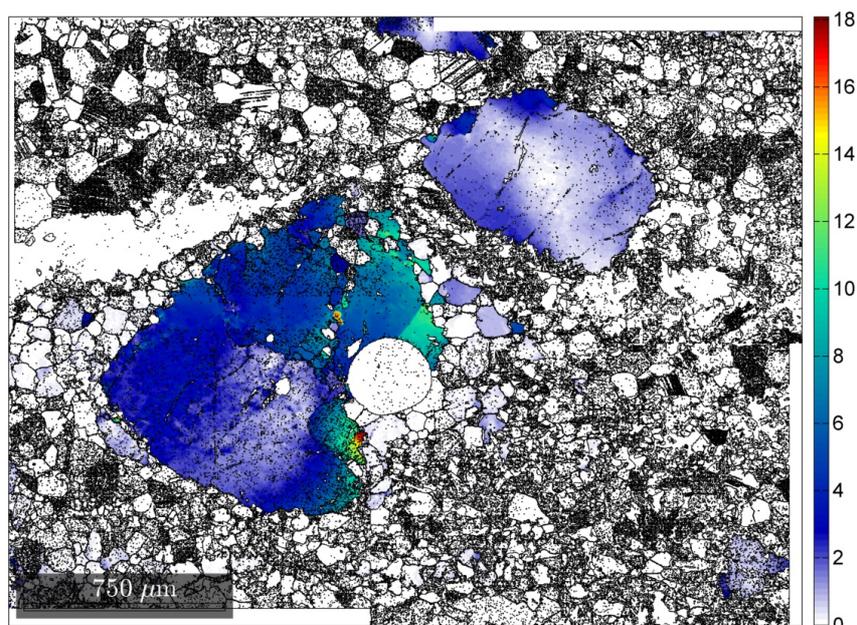


Figura 3.44. Ejemplo de mapa de desorientaciones para los granos (*intergranular misorientation*) de diópsido en un agregado polifásico creado en MTEX. Escala en grados.

La distribución de ángulos de la desorientación se representa utilizando histogramas o diagramas de frecuencia acumulada (Fig. 3.45), mientras que la distribución de los ejes de la desorientación se representan con el uso de figuras de polo inversas (IPFs) (Morawiec, 2004). Es útil trazar los ejes de la desorientación en función de los principales ejes cristalográficos del cristal porque facilita la visualización de la orientación en relación con las principales direcciones cristalográficas del mineral en cuestión.

Algunas características claves se obtienen a partir de la interpretación de los histogramas de frecuencia relativa a los ángulos de la desorientación para cristales vecinos. Pero los ángulos bajos de la desorientación ( $0-10^\circ$ ) son propensos a reflejar errores debido a la inexactitud de las medidas de estos límites mediante EBSD (e.g. Wheeler et al., 2003). Sin embargo, según Humphreys y Bate, (2006), este error se puede reducir mediante la recolección de un gran número de medidas y la disminución del *stepsize* a la hora de la medición. Por ello para este trabajo se eligió un *stepsize* aproximado de  $2\ \mu\text{m}$ . Teniendo en cuenta este detalle se pueden relacionar los ángulos bajos de la desorientación ( $10-20^\circ$ ) con el desarrollo de límites de subgranos.

Es interesante discutir que la distribución de ángulos de la desorientación tiene ligeras variaciones dependiendo del programa en el que sea representada (Fig. 3.45). En primer lugar, Channel 5 permite eliminar los picos producidos a bajos ángulos, ya que son bastante inexactos, como ha sido explicado anteriormente. Además las frecuencias varían levemente debido a que su distribución ha sido calculada a partir de los granos en Channel 5, y en función de la ODF en MTEX.

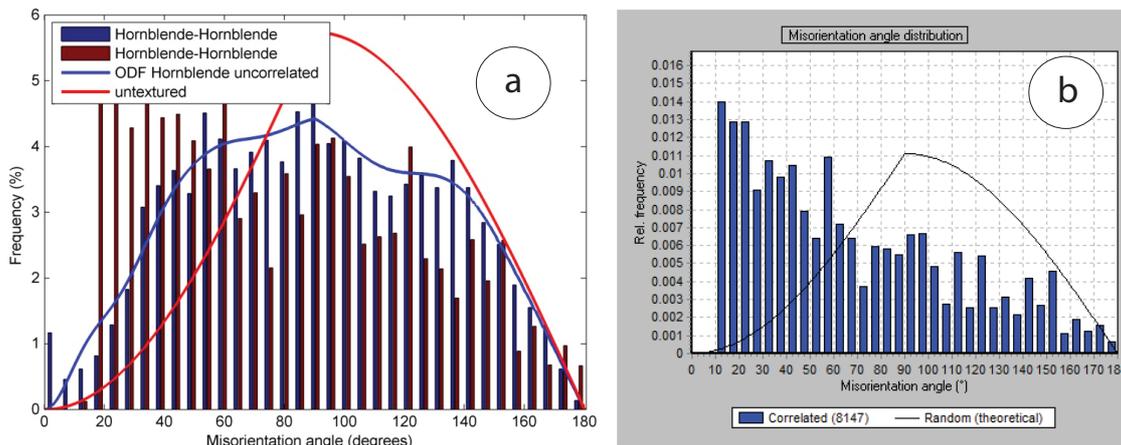


Figura 3.45. Representación de la distribución angular de la desorientación mediante diagrama de frecuencias utilizando (a) MTEX y (b) Channel 5. En el primer histograma la frecuencia está expresada en %, las barras azules son la desorientación entre pares aleatorios o pares sin correlación y las barras moradas son la desorientación entre pares de vecinos o pares correlacionados, además se representa mediante una línea la distribución acumulada al azar teórica y la distribución de la ODF de los granos sin correlación. En el caso de Channel 5, las barras azules representan la desorientación entre pares de vecinos y la línea negra es la distribución acumulada al azar teórica.

### 3.5.4.3. Significado de la desorientación en un agregado policristalino

En un agregado o conjunto de cristales, es posible calcular el eje y el ángulo de desorientación para cada par de cristales adyacentes, denominado distribución de la desorientación de pares de vecinos (*neighbour-pair*) o también llamados pares correlacionados (*correlated*). Otro tipo de distribución que se puede calcular se refiere a pares de cristales seleccionados al azar dentro del agregado, conocida como distribución de la desorientación de pares aleatorios (*random-pair*) o pares sin correlación (*uncorrelated*) (e.g. Cao et al., 2010; Faul y Fitz Gerald, 1999; Frets et al., 2012; Jiang et al., 2000). En este caso, el número total de cristales del agregados ( $N$ ) se utiliza en la ecuación  $N(N-1)/2$  para determinar el número de desorientaciones posibles.

Según Wheeler et al., (2001) la distribución de la desorientación entre pares aleatorios seleccionados dentro del agregado no proporciona ninguna información diferente de la obtenida a partir de los pares de cristales adyacentes. Por ejemplo, en un agregado con una fuerte orientación cristalográfica, la desorientación mostrará picos a bajos ángulos en los pares vecinos pero es posible que esa relación no se conserve en el estudio de la distribución de la desorientación en pares aleatorios. Sin embargo, la distribución de la desorientación se calcula para todos los pares de cristales adyacentes en el conjunto del agregado. La comparación estadística entre la distribución de la desorientación entre pares aleatorios y pares vecinos puede presentar una similitud o discrepancia. Esta discrepancia revela que los cristales vecinos tienen una interacción física diferente de los pares al azar, que derivan de un proceso de herencia paterna (Trimby et al., 1998) o disminución de tamaño de grano, pero que no se observa en los granos seleccionados al azar dentro de un agregado.

Otro aspecto a tener en cuenta en el análisis de los ejes de la desorientación es la influencia de la simetría del cristal en el ángulo máximo de desorientación. En general, cuanto mayor es la simetría del cristal, menor es el ángulo máximo de desorientación. Las zonas con mayores ángulos al ángulo máximo de desorientación son conocidas como zonas prohibidas, y son características de cada uno de los 11 grupos de Laue. Por ejemplo, el ángulo máximo de desorientación en un cristal que pertenezca al grupo  $m3m$ , como el granate, es de  $62.8^\circ$ , ya que su zona prohibida crece con el incremento de la desorientación hasta el citado valor. O los

crisales que pertenecen al grupo  $\bar{3}m$ , como el cuarzo, tienen un ángulo máximo de desorientación de  $104,5^\circ$ , pero las rotaciones en torno al eje  $\langle c \rangle$  no puede ser mayores de  $60^\circ$  debido al eje de rotación ternario paralelo a este eje (Fig. 3.46).

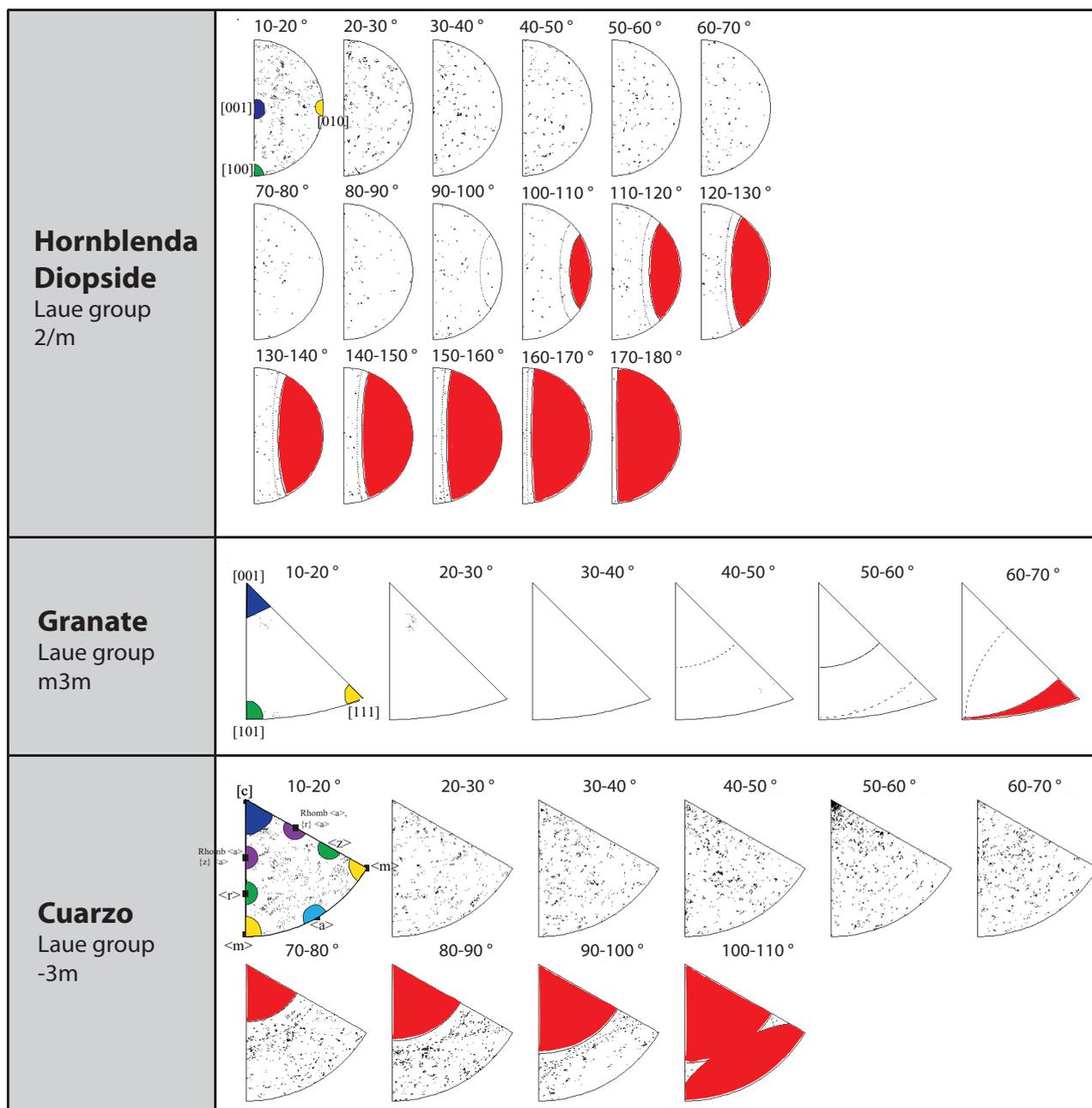


Figura 3.46. Representación de los ejes de la desorientación, mostrando las zonas prohibidas características de cada grupo de Laue, en color rojo, y la disposición de cada dirección cristalográfica para los minerales utilizados en este estudio (diópsido, hornblenda, granate y cuarzo).

A partir de estos tensores se pueden representar gráficamente las superficies de velocidad de las ondas longitudinales y transversales ( $V_P$ ,  $V_{S1}$ ,  $V_{S2}$ ) medidos en km/s con o sin su polarización, además del cálculo de la birrefringencia de las ondas transversales ( $\delta V_S = V_{S1} - V_{S2}$ ), medido en km/s o porcentaje (%). Asimismo se puede representar la diferencia entre las superficies de velocidad de las ondas longitudinales y transversales ( $V_P/V_{S1}$ ,  $V_P/V_{S2}$ ) y calcular la anisotropía de las ondas P y S, automáticamente.

Figura 3.49. Representación de las superficies de velocidad para el agregado de cristales de hornblenda, utilizando su ODF, presente en una roca anfibolítica. (a) velocidad de las ondas P (km/s), (b) anisotropía de las ondas S (%), (c) anisotropía de las ondas S con la polarización de sus ondas (%), (d) velocidad de las ondas  $V_{S1}$  (km/s), (e) velocidad de las ondas  $V_{S2}$  (km/s), (f) birrefringencia de las ondas transversales ( $\delta V_S = V_{S1} - V_{S2}$ ), (g) diferencia entre las velocidades de las ondas  $V_{S1}$  y (h) diferencia entre las velocidades de las ondas  $V_{S2}$ . El valor máximo se representa mediante un punto negro y el valor mínimo mediante un punto blanco.

Además, el programa permite calcular el módulo de Young sobre una dirección determinada y representarlo gráficamente mediante una figura de polos (Fig. 3.50a), así como la compresibilidad lineal (Fig. 3.50b), que es la deformación de una muestra al azar causada por aumento de la presión hidrostática descrita mediante un tensor de segundo rango

### 3.5.5.3. Significado de la desorientación en un agregado policristalino

Para el cálculo de las propiedades elásticas del conjunto de la roca, se debe conocer el porcentaje de cada fase dentro de la muestra estudiada. Esto puede obtenerse fácilmente utilizando el comando CALCGRAINS en MTEX, aunque preferimos hacer una combinación entre ese valor y los porcentajes observados en las diferentes láminas delgadas. El programa se limita a hacer una sencilla media de las propiedades de las propiedades de las distintas fases que componen el agregado, utilizando su ODF o los datos originales del EBSD (Fig. 3.51), teniendo en cuenta el peso de cada fase dentro del agregado (e.g. Tatham et al., 2008).

Se pueden representar las mismas superficies de velocidad calculadas para el tensor policristalino, pero esta vez, se interpretan como la variación de las ondas sísmicas al atravesar un agregado polifásico (Fig. 3.52).

Aprovechando la sencillez del cálculo del tensor para un agregado polifásico, pueden modificarse las proporciones de las diferentes fases dentro del volumen de roca, para conocer el efecto de esas fases en las propiedades sísmicas del conjunto de la roca (e.g. Lloyd et al., 2011a y b). Esto se conoce como recetas de rocas.

## 3.6. Química mineral

Todos los análisis minerales y mapas composicionales se realizaron en el ICTS-Centro Nacional de Microscopía Electrónica de la Universidad Complutense de Madrid, utilizando una microsonda modelo JEOL-Superprobe JXA-8900M, equipada con cinco espectrómetros. Las condiciones de trabajo para los análisis puntuales fueron 15 kV de voltaje de aceleración y 20 nA de corriente de haz. El diámetro del haz se focalizó en 1  $\mu\text{m}$  para microinclusiones y en 5  $\mu\text{m}$  en el resto del análisis. Los mapas composicionales de rayos X se registraron a 20 kV y 150 nA para detectar algún posible zonado composicional.

## 3.7. Geocronología

### 3.7.1 Instrumentación y análisis

Los análisis de U-Th/Pb, REE y Hf en Zrn, Ttn y Mnz para la datación de rocas en este estudio se realizaron mediante ablación láser (LASS- *Laser Ablation Split Stream*) en la Universidad de California en Santa Bárbara. Se utilizó un láser ultravioleta excimer de Photon Machines de 193 nm con una celda para muestras HelEx adaptado a dos espectrómetros de masas, un espectrómetro de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP-MS -*Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry*) de múltiples colectores de alta resolución de Nu Plasma HR (MC-ICP-MS) y ICP-MS cuadrupolo Agilent 7700S (Fig. 3.53; Kylander-Clark et al., 2013). Esta instalación permite el análisis isotópico y composicional (REE) simultáneo, con una resolución espacial de 20  $\mu\text{m}$  para Zrn, de 7-10  $\mu\text{m}$  para Mnz (Košler et al., 2001) y de 50  $\mu\text{m}$  para Ttn (Stearns et al., 2016), alcanzando una profundidad de entre 6  $\mu\text{m}$  para la Mnz y 30  $\mu\text{m}$  para la Ttn. El láser, con una fluencia de  $\sim 1 \text{ J/cm}^2$ , se disparó dos veces para eliminar el Pb

común de la superficie de la muestra y se dejó que este material se limpiara durante 15 s, para a continuación utilizarse durante 20 s por punto, con una frecuencia de 3 Hz. En el ICP-MS, las masas  $^{204}\text{Pb} + \text{Hg}$ ,  $^{206}\text{Pb}$ ,  $^{207}\text{Pb}$  y  $^{208}\text{Pb}$  se midieron en contadores de iones y las masas  $^{232}\text{Th}$  y  $^{238}\text{U}$  fueron medidas en detectores Faraday.

Los análisis fueron reducidos usando la versión 2.5 de *lolite* (Paton et al., 2011) y las relaciones isotópicas  $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$  y  $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$  para cada análisis se trazaron en diagramas de Tera-Wasserburg usando los programas *Isoplot* y *Topsoil* (Ludwig, 2012; Zeringue et al., 2014). Todas las incertidumbres de los datos presentan un intervalo de confianza del 95%, suponiendo una distribución gaussiana de los errores medidos. El material de referencia primario (RM- *reference material*) utilizado para la estandarización U-Th/Pb en Mnz fue el 44069 (Aleinikoff et al., 2006), mientras que para la corrección de los elementos traza se utilizó Bananeira como RM (Kylander-Clark et al., 2013; Palin et al., 2013); y FC-1 (Horstwood et al., 2003), Trebilcock (Tomascak et al., 1996) y Bananeira como RM secundarios, suministrando unas edades  $^{206}\text{Pb} / ^{238}\text{U}$  dentro del 2% de sus valores aceptados. Para corregir las proporciones de U-Pb en la Ttn se utilizaron como RM, la Ttn de Bear Laken (Aleinikoff et al., 2007) y la Ttn Y1710C5 (Spencer et al., 2013). Por otra parte, tanto las composiciones isotópicas como la corrección de los elementos traza para el Zrn se calibraron utilizando las muestras 91500 (Wiendenbeck et al., 1995) y GJI (Jackson et al., 2004) como RM. Las mediciones de plomo radiogénico frente a plomo común ( $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ ) poseen hasta un 2% de error adicional atribuible a la variación en estadísticas de conteo y la estabilidad de la señal de ablación (Hacker et al., 2015b; Spencer et al., 2013). Estos errores externos fueron incorporados a los datos de todos los experimentos. Por último, las tierras raras (REE) de Zrn, Ttn y Mnz fueron normalizados frente a los valores del condrito de McDonough y Sun (1995).

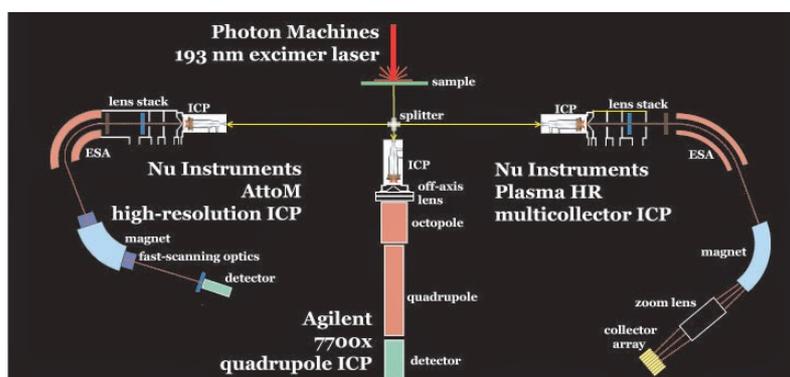


Figura 3.53. Esquema de trabajo en LASS-ICP-MS. Extraído de la página web de UC Santa Barbara Earth Sciences.

### 3.7.2 Preparación de las muestras

La preparación de las muestras para datación se realizó en los laboratorios de la Universidad Complutense de Madrid. El proceso seguido se explica a continuación. Primero se tritura, pulveriza y tamiza la roca hasta conseguir el tamaño de grano deseado de 0.1-0.5 mm. Luego se consigue una concentración de los minerales pesados, aprovechando su densidad, por agitación en una mesa Wilfley™. Posteriormente se clasifican los minerales por separación magnética y líquidos pesados (yoduro de metileno,  $\text{CH}_2\text{I}_2$ ), seleccionando los Zrn (translúcidos, incoloros o ligeramente marrones), Mnz (amarillas) y Ttn (blancas) apropiados, según su morfología externa, bajo un microscopio binocular. La mayoría de los Zrn tienen un hábito irregular (metamórfico), bipiramidal elongado (ígneo) e incluso idiomorfo (detrítico) o con signos de abrasión, siempre con escasas inclusiones minerales. Las Ttn son siempre redondeadas con un tamaño de grano ligeramente superior al de las Mnz, que presentan un hábito irregular o fracturación y una distribución del tamaño de grano más variable. Todos los Zrn, Mnz y Ttn acumulados se agrupan en filas paralelas en una placa de cristal, utilizando un adhesivo de

doble cara, y se unen con una resina epoxi, dejando una cara plana que posteriormente será pulida con papel abrasivo de carburo de silicio (4000 grit) y óxido de aluminio con un tamaño de grano de  $0.3 \mu\text{m}$ , y revestida con oro, para evitar los problemas de carga. Esto permite tomar imágenes de catodoluminiscencia (CL) en un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-820 sobre los Zrn, mapas composicionales sobre las Mnz en una microsonda JEOL Superprobe JXA-8900M (Centro Nacional de Microscopía Electrónica, Madrid), e imágenes de electrones secundarios (SE), para determinar su ubicación exacta, identificar su estructura interna, inclusiones y defectos, antes de comenzar el análisis de geocronología.

# CAPÍTULO 4: PARAGNEISES MIGMATÍDICOS DE ALTA PRESIÓN: TEXTURA Y EVOLUCIÓN METAMÓRFICA

CHAPTER 4:  
HP MIGMATITIC PARAGNEISSES:  
TEXTURE AND METAMORPHIC  
EVOLUTION



# CAPÍTULO 5: ANÁLISIS CUANTITATIVO DE LA TEXTURA Y LA ANISOTROPÍA SÍSMICA EN ANFIBOLITAS

CHAPTER 5:  
QUANTITATIVE ANALYSIS OF  
TEXTURE AND SEISMIC  
ANISOTROPY IN AMPHIBOLITES





**CAPÍTULO 6:  
ANÁLISIS CUANTITATIVO DE  
TEXTURAS EN METABASITAS  
DE ALTA PRESIÓN Y ALTA  
TEMPERATURA:  
IMPLICACIONES REOLÓGICAS**

**CHAPTER 6:  
QUANTITATIVE TEXTURE ANALYSIS  
OF HP-HT METABASITES:  
RHEOLOGICAL IMPLICATIONS**



# CAPÍTULO 7: GEOCRONOLOGÍA

## CHAPTER 7: GEOCHRONOLOGY





# CAPÍTULO 8: CONCLUSIONES

## CHAPTER 8: CONCLUSIONS



## Conclusions

The Sobrado unit, within the Upper Allochthon of the Órdenes complex (NW Iberia) represents an excellent example of exhumed lithosphere. The different kinds of rocks that form this unit allow us to study several processes that affect the intermediate-lower crust. This lithosphere was built up as a result of a complex orogenic process of amalgamation of allochthonous units. The combination of microstructure and texture analysis and petrology, led us to correlate deformation and metamorphism. We have calculated elastic properties and seismic anisotropy for each lithotype (amphibolites, granulites and eclogites) to use them as analogues for the interpretation of geophysical data in lithological and deformative terms, a decisive task to figure out crustal - mantle geodynamic. Migmatitic paragneisses of the intermediate slice in the Sobrado unit shows the effects of partial melting on the rheology of common lithologies of the continental crust. On the one hand, the fabric evolution and seismic properties of the amphibolites of the upper slice could be related to seismic anisotropy of the deep crust, even though actual interpretations must be done with caution. On the other hand, the rheology and seismic properties of the eclogites and basic granulites have been investigated as likely rheological boundary in a subduction / collisional context.

Textural analyses have been done with two different methods: neutron and electron diffraction. Neutron diffraction (D1B-ILL and HIPPO-LANSCE) has clear advantages for coarse-grained polymineralic rocks, while electron backscatter diffraction (SEM-EBSD) provide more detail on microstructure, although within a limited volume.

**Deformation conditions.** The metamorphic evolution of HP-HT Sobrado unit has been previously investigated, estimating metamorphic peak conditions in  $T = 850^{\circ}\text{C}$  and a minimum pressure of 15 kbar in the lower slice, and  $675\text{-}750^{\circ}\text{C}$  and 9.5-12 kbar in the upper slice, reflecting a high-pressure environment as those in subduction context. Thermobarometric analysis of the paragneisses from the intermediate slice has been done for the first time in this study. We have distinguished two stages: A) A melt production stage, and B) the crystallization stage. With the balance of mineral reaction % of melt was estimated. As a consequence, strain partitioning was widespread at different scales, and the melting-crystallization-deformation interaction determined the mechanical behaviour of minerals. Preferred melt segregation and gneissic banding was driven by heterogeneous strain accommodation. Texture analysis was carried by neutron diffraction (D1B-ILL and HIPPO-LANSCE), showing coherent patterns with high-P and high-T conditions. The proposed P-T trajectories represent an exhumation process in the HP-HT unit, probably within a convergence context, confirming that fabrics were contemporaneous with the high-grade metamorphism.

**Deformation mechanisms.** The Sobrado unit represent a section of the lithosphere intensely deformed. Deformation was accumulated heterogeneously. Partial melting in paragneissic rock (and also in metabasites) results in drastic rheological change and different scales. In our case, the deformation was accumulated in leucosome domains. Texture patterns also points to intracrystalline deformation. The textures measured in these paragneisses are synkinematic with the fusion and compatible with the HP-HT conditions reached. Textures and microstructures of quartz, plagioclase and garnet indicate an activation of intracrystalline plasticity processes with recrystallization, changing the dominant mechanism (dislocations creep or diffusion creep). For example, the quartz girdles are compatible with the activation of the basal  $\langle a \rangle$ , rhomb  $\langle a \rangle$  and prism  $\langle a \rangle$  slip systems. Plagioclase textures are more complex but compatible with the activity of known slip systems. However, the K-feldspar seems to accommodate deformation by diffusional creep with secondary intracrystalline plasticity.

Metabasites from the upper slice in Sobrado, show an evolution from foliated coronitic metagabbros (A1), HT amphibolite (B1-B2) to fine-grained amphibolites (ultramylonites) (C1). This evolution represents a progressive hydration of the rocks, replacing igneous clinopyroxene ( $Cpx_1$ ) with recrystallized clinopyroxene ( $Cpx_2$ ) first, and eventually, a complete substitution with hornblende. The progressive mylonitization of these rocks produces a strong alignment and texture hornblende. The development of subgrains in amphibole, pyroxene, plagioclase and garnet indicates an intracrystalline deformation, by dislocation glide, assisted by dynamic recrystallization. All textures are consistent with metamorphic conditions in these rocks. The clinopyroxene and hornblende textures are compatible with the activity slip systems of HT conditions. We have identified a change in the hornblende slip system. To the best of our knowledge this is the first time this change has been documented in natural tectonites. Textural patterns in plagioclase are compatible with (010)[001] slip system, the most frequent slip system under this temperature. Relatively low intensities and their grain fabric in plagioclase, suggest that the dislocation slip could be assisted by diffusion, with evidences of migration of grain boundaries. An alternative explanation may be the activation of grain boundary sliding assisted by dislocation slip (DisGBS) in some cases. Quartz rich amphibolites, show a quartz texture compatible with the activation of the dislocations slip on basal  $\langle a \rangle$ , rhomb  $\langle a \rangle$  and prism  $\langle a \rangle$  systems, with widespread dynamic recrystallization of moderate-high temperature (subgrain rotation and grain boundary migration mode (SGR-GBM)).

In basic granulites and eclogites, from the upper-intermediate and lower slices, respectively, texture and microstructures, suggests high-T deformation. In eclogites the rheology is controlled by clinopyroxene, while plagioclase dominates in basic granulites. Pyroxene shows a change of the active slip systems depending on the metamorphic conditions. The eclogite retrogression results in pyroxene substitution by hornblende. Plagioclase was extensively recrystallized by grain boundary migration and subgrain rotation, while texture patterns suggest the activation of (010) [100] [001]. Considering temperature, cooperation of diffusional and dislocation based creep is highly probable.

**Kinematics.** Kinematic interpretation is limited due to the complex tectonothermal evolution of the unit and the strong mechanical properties between layers. It is clear that late reworking of Sobrado antiformal stack partially transposed the original orientation of the fabrics). Equivalent units in Cabo Ortegal complex show similar evidences, and clearly depart from fabrics of some ophiolitic units (top-to-the ESE, Gómez-Barreiro et al., 2010). Overall, the Sobrado unit is a natural laboratory that demonstrates how kinematics results may change depending on mechanical behaviour of the analysed volume.

**Seismic model.** The fabric controls the elastic behaviour of the rock, particularly, the anisotropy. The calculation of seismic properties from texture, allowed us to establish a seismic model for the Sobrado unit, except the ultramafic rocks, which are completely retrogressed. Two significant seismic reflectors were found. The impedance contrast between eclogites and basic granulites has been evaluated within the model.

As in previous studies, a general increase of the maximum P-waves velocities ( $V_{Pmax}$ ) is observed with the increase of the density and percentage of  $SiO_2$ .  $V_{Pmax}$  ranges from 8.14 km/s to 6.53 km/s. Seismic anisotropy is higher in felsic than in mafic rocks.

Seismic velocities calculated after texture agree with previous results. The texture pattern and intensity of the principal phase determines the elastic response of the whole rock, modulated by the constructive or destructive interaction with other phases.

In the case of paragneisses, quartz controls the elastic response of the aggregate.

In amphibolites, the hornblende texture determines elastic properties. Variations in

texture patterns may result in important changes in seismic signal. This study confirms that amphiboles, with medium-to-high intensity textures, could be the source of anisotropy of the lower crust.

Eclogites and basic granulites seismic properties present the higher  $V_P$  and lower  $A_{VP}$  observed in this study, similar to available pulse transmission measurements. These properties are directly related to the mineral composition. Clinopyroxene texture determines the elastic behaviour of the aggregate, modulated by the constructive or destructive interference of the rest of the minerals that form the aggregate. The retrogradation of the eclogites produces the formation of hornblende after pyroxene.

There is no clear correlation between the  $V_P$ ,  $\partial V_S$  maxima and the  $V_{S1}$  polarization directions of the Sobrado unit with regard to the rock reference system (XYZ). Just in amphibolites and basic granulites of the intermediate slice, the maxima are parallel to the rock lineation and the lowest propagation velocity is orthogonal to the foliation.

**Advances in geochronology.** In order to constrain the tectonothermal evolution of the Sobrado unit, U-Pb geochronology and REE analysis in migmatitic paragneisses of the intermediate slice, and mylonitic amphibolites of the upper slice, of Sobrado unit, were done on a LASS-ICP-MS. In the paragneisses, the youngest zircon age agrees with most of the monazite ages, giving a Devonian age. This age represents a minimum age of the high-P granulite facies metamorphism. This event corresponds to one of the first phases of the Variscan orogeny. Besides, titanite analyses in the mylonitic amphibolite of the upper slice constraint the age of the exhumation, with highly uniform REE patterns, representing the continuation of the exhumation process. Metamorphic conditions evolved from granulites to amphibolite facies along this exhumation path. There is an evident correlation between texture of zircon grains in cathodoluminescence and  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  ages. The zircon maximum depositional age of the Sobrado paragneisses is estimated. There are several inheritances, with cogenetic zircons related to the peri-gondwanic magmatic arc, and inherited zircons reflecting a West African Craton provenance.



## Conclusiones

La unidad de Sobrado, en el alóctono superior del complejo de Órdenes (NW de Iberia), representa un excelente ejemplo de litosfera exhumada. Las diferentes rocas que componen esa unidad permiten estudiar distintos procesos que afectan a la sección de corteza media-inferior en una litosfera construida como resultado de un proceso orogénico complejo, con la amalgamación de unidades alóctonas y composicionalmente contrastadas. El análisis combinado de la microestructura y textura permitió contextualizar las condiciones de deformación y el metamorfismo, poniendo de relieve la estrecha correlación entre ambos. Por otro lado, el cálculo de las propiedades elásticas y la valoración de la anisotropía sísmica en cada litotipo (anfíbolitas, granulitas y eclogitas) permite utilizar las mismas como análogos en la interpretación de los datos geofísicos actuales, y mejorar su interpretación en términos no sólo petrológicos, sino del estado deformativo, el cual es crítico para entender la geodinámica profunda. Por ejemplo, los paragneises migmatíticos de la escama intermedia ofrecen la posibilidad de analizar los efectos de anatexia en la reología, a escala microscópica, en litologías comunes de la corteza continental. Por otra parte, la evolución de la fábrica y propiedades sísmicas de las anfíbolitas de la escama superior permiten su estudio como posibles responsables de la anisotropía sísmica de una corteza profunda y cómo su interpretación debe realizarse con precaución a la hora de evaluar datos actuales. De igual manera, la reología y propiedades sísmicas de las eclogitas y granulitas básicas de la unidad se examinan como probable límite reológico en contextos subductivos.

El análisis textural se ha realizado utilizando dos técnicas: difracción neutrónica y de electrones. La difracción neutrónica (D1B-ILL y HIPPO-LANSCE) tiene ventajas en rocas poliminerálicas con un tamaño de grano relativamente grueso, mientras que la difracción de electrones retrodispersados (SEM-EBSD), proporciona información más detallada de aspectos microestructurales, aunque de un volumen muy restringido.

**Condiciones de la deformación.** La evolución metamórfica de la unidad AP-AT de Sobrado ha sido investigada con anterioridad, indican unas condiciones de pico metamórfico de  $T = 850^{\circ}\text{C}$  y una presión mínima de 15 kbar en la escama inferior, características de contextos subductivos, y unos valores de entre  $675\text{-}750^{\circ}\text{C}$  y 9.5-12 kbar en la escama superior. En este estudio se ha completado la termobarometría de los paragneises de la escama intermedia, detallando una etapa de producción preferente de fundido (etapa A), y otra etapa de cristalización de ese mismo fundido (etapa B). Con todo, estos resultados deben ser refinados con modelos cuantitativos avanzados por lo que su interpretación debe tomarse con cautela. Las trayectorias P-T propuestas representan un proceso exhumativo sufrido por la unidad AP-AT, en un contexto de convergencia, corroborando que las fábricas observadas son contemporáneas con el metamorfismo. En términos de engrosamiento las condiciones observadas corresponden a  $>50$  km para las eclogitas de la escama inferior, mientras que los paragneises migmatíticos de la escama intermedia habrían estado en un rango de 38 a 50 km y la escama superior a ca. 31-40 km de la superficie.

**Mecanismos de deformación.** La unidad de Sobrado representa una sección litosférica muy deformada. Las diferentes secciones de esta litosfera han acumulado la deformación de manera heterogénea. La partición de la deformación en los paragneises está vinculada con la presencia de fundido. Las texturas medidas en estos paragneises son sincinemáticas con la fusión y compatibles con las condiciones AP-AT alcanzadas. Las texturas y microestructuras del cuarzo, la plagioclasa y el granate indican una activación general de procesos de plasticidad intracristalina con recristalización, variando el mecanismo dominante (*creep* de dislocaciones o *creep* de difusión), no sólo entre las fases, sino en los diferentes microdominios y etapas. Por ejemplo, las guirnaldas observadas en el cuarzo son compatibles con la activación de los sistemas de deslizamiento basal  $\langle a \rangle$ , rhomb  $\langle a \rangle$ , prism  $\langle a \rangle$ . Las

texturas de la plagioclasa son más complejas pero compatibles con la actividad del sistema de deslizamiento (010)[001], ampliamente propuesto como el principal sistema de deslizamiento en estas condiciones. Sin embargo, el feldespato potásico parece asumir la deformación mediante *creep* difusional con cierta plasticidad intracristalina.

Las metabasitas de la escama superior muestran una evolución desde metagabros coroníticos foliados (retrogranulitas) (A1), a anfibolitas de AT (B1 y B2) y anfibolitas de grano fino, de carácter ultramilonítico (C1). Esta evolución representa una progresiva hidratación de las rocas, con el remplazamiento paulatino de los clinopiroxenos de origen ígneo (Cpx<sub>1</sub>) por clinopiroxenos recristalizados (Cpx<sub>2</sub>). La progresiva milonitización de estas rocas produce un fuerte alineamiento de los cristales de hornblenda, creando una fuerte orientación cristalográfica. El desarrollo de subgranos en el anfíbol, piroxeno, plagioclasa y granate, indica una deformación intracristalina, mediante el deslizamiento de dislocaciones, asistido por fenómenos de recristalización dinámica como posible mecanismo de deformación. Todas las texturas son coherentes con las condiciones metamórficas dominantes en estas rocas. Las texturas del clinopiroxeno, al igual que la hornblenda, son compatibles con la actividad sistemas de deslizamiento típicos de condiciones de alta T. Los patrones de texturas de la plagioclasa sugieren, de nuevo, el dominio del sistema de deslizamiento más frecuente con unas intensidades débiles. Estas bajas intensidades y su fábrica de forma sugieren que el deslizamiento de dislocaciones pudo haber sido asistido por fenómenos de difusión, con evidencias de migración de límites de grano y, probablemente en algunas muestras, la activación de mecanismos de deslizamiento de límites de grano asistidos por deslizamiento intracristalino de dislocaciones (DisGBS). De igual manera que en los paragneises, la textura y microestructura del cuarzo es compatible con la activación del *creep* de dislocaciones (basal <a>, rhomb <a>, prism <a>) con recristalización dinámica de temperatura moderada-alta, con rotación progresiva de subgranos y migración de límites de granos (SGR-GBM).

En las granulitas básicas y las eclogitas, la textura y las microestructuras presentadas, como extinción ondulante y subgranos en el clinopiroxeno, hornblenda y plagioclasa, son compatibles con deformación intracristalina de alta temperatura. La reología de estas rocas está dominada por la textura del clinopiroxeno, que presenta un cambio de los sistemas de deslizamiento activos dependiendo de las condiciones de metamorfismo. La hidratación de las eclogitas, deriva en la formación de hornblenda. Las texturas de la plagioclasa son concordantes con una recristalización dinámica por movilidad de los límites de grano y rotación de subgranos, además de la activación de (010) como plano de deslizamiento y [100] o [001] como dirección de deslizamiento predominante. Aunque no se descarta la cooperación del deslizamiento de granos y la difusión debido a las altas temperaturas.

**Cinemática.** La interpretación cinemática es complicada en este contexto, al existir, por un lado una historia tectonometamórfica compleja, y por otro un conjunto de litologías con propiedades mecánicas muy contrastadas. Es evidente que el apilamiento antiformal y el reapretamiento del mismo han trastocado la orientación original de las fábricas. Dicha cinemática es común en unidades equivalentes de otros complejos alóctonos, pero contrasta con la obtenida en algunas fábricas de las unidades ofiolíticas (Techo al ESE; Gómez-Barreiro et al. 2010). Se pone de manifiesto que existe una dependencia importante entre la composición y el registro deformativo que no debe obviarse cuando se realizan interpretaciones tectónicas. En este sentido la unidad de Sobrado es un laboratorio natural, en el que puede observarse la respuesta diferente de distintas litologías a la misma evolución tectónica.

**Modelo sísmico.** La variedad de fábricas se refleja en el comportamiento elástico de la roca. La simulación de las propiedades sísmicas derivadas de la textura de los agregados ha permitido establecer un modelo sísmico para toda la unidad de Sobrado, exceptuando las rocas ultramáficas, que se encuentran completamente serpentinizadas. Se identifican reflectores

sísmicos de diferente orden entre las distintas litologías.

Como en estudios precedentes, se observa un incremento general de las velocidades máximas de las ondas P ( $V_{Pmax}$ ), con el aumento de la densidad y porcentaje de  $SiO_2$ . Las  $V_{Pmax}$  van de 8.14 km/s a 6.53 km/s. Generalmente la anisotropía es más pronunciada en las rocas félsicas que en las máficas.

En el estudio de las propiedades sísmicas derivadas de la textura de los agregados y el cálculo de las recetas de roca en la unidad de Sobrado se obtienen velocidades sísmicas similares a las presentadas en estudios previos de cortezas medias e inferiores.

En el caso de los paragneises, la respuesta elástica de la roca está dominada principalmente por el cuarzo. En las anfibolitas, la textura de la hornblenda determina las propiedades sísmicas del conjunto. El cambio de textura tiene un impacto en dichas propiedades, pudiendo emplearse en la interpretación de datos sísmicos actuales. Este estudio confirma que los anfíboles en proporciones significativas, con texturas de intensidad media-alta, y no los filosilicatos, pueden ser los principales responsable de la anisotropía sísmica de la corteza inferior.

La simulación de las propiedades sísmicas de las eclogitas y granulitas básicas presentan las mayores  $V_P$  y menores  $A_{VP}$  observadas en este estudio, similares a medidas de transmisión por pulso disponibles. Estas propiedades están relacionadas directamente con la abundancia mineral, principalmente por la respuesta sísmica de los monocristales de clinopiroxeno.

**Avances en geocronología.** Se realizaron dataciones U-Pb con tierras raras (REE) mediante LASS-ICP-MS en paragneises migmatíticos de la lámina intermedia y anfibolitas miloníticas de la lámina superior, con el objeto de constreñir la evolución tectonotermal de la unidad. En los paragneises, la edad más joven obtenida en circones concuerda con la mayoría de los datos obtenidos en las monacitas, dando una edad devónica. Dicha edad debe representar la edad mínima del evento metamórfico, en facies de las granulitas de alta presión, correspondiendo a las primeras manifestaciones de la Orogenia Varisca. Por otro lado, los análisis de titanitas en la anfibolita milonítica de la lámina superior revelan la edad del proceso exhumativo, donde las condiciones metamórficas evolucionaron desde las granulitas hasta la facies de las anfibolitas. Existe una evidente correlación entre la textura de los granos de circones en catodoluminiscencia, los patrones de REE y las edades  $^{206}Pb/^{238}U$  obtenidas.

La edad máxima de sedimentación de los circones de los paragneises de la unidad de Sobrado se ha establecido. Existe una serie de herencias, de circones cogenéticos, que se relacionan con el mencionado arco magmático peri-gondwánico. Mediante la comparación con otros estudios previos, se establece que los protolitos de los circones heredados más antiguos de ~ 530 Ma. proceden del cratón oeste africano.



# BIBLIOGRAFÍA

REFERENCES



- Ábalos, B., 1997. Omphacite fabric variation in the Cabo Ortegal eclogite (NW Spain): relationships with strain symmetry during high-pressure deformation. *Journal of Structural Geology* 19, 621–637. doi:10.1016/S0191-8141(97)00001-1
- Ábalos, B., Fountain, D.M., Gil Ibarra, J.I., Puelles, P., 2011. Eclogite as a seismic marker in subduction channels: Seismic velocities, anisotropy, and petrofabric of Cabo Ortegal eclogite tectonites (Spain). *GSA Bulletin* 123, 439–456. doi:10.1130/B30226.1
- Abati, J., Dunning, G.R., Arenas, R., Díaz García, F., González Cuadra, P., Martínez Catalán, J.R., Andonaegui, P., 1999. Early Ordovician orogenic event in Galicia (NW Spain): Evidence from U-Pb ages in the uppermost unit of the Ordenes Complex. *Earth and Planetary Science Letters* 165, 213–228. doi:10.1016/S0012-821X(98)00268-4
- Abati, J., Arenas, R., Martínez Catalán, J.R., Díaz García, F., 2003. Anticlockwise P-T Path of Granulites from the Monte Castelo Gabbro (Ordenes Complex, NW Spain). *Journal of Petrology* 44, 305–327. doi:10.1093/ptrology/44.2.305
- Abati, J., Castiñeiras, P.G., Arenas, R., Fernández-Suárez, J., Gómez Barreiro, J.G., Wooden, J.L., 2007. Using SHRIMP zircon dating to unravel tectonothermal events in arc environments. The early Palaeozoic arc of NW Iberia revisited. *Terra Nova* 19, 432–439. doi:10.1111/j.1365-3121.2007.00768.x
- Abati, J., Gerdes, A., Suárez, J.F., Arenas, R., Whitehouse, M.J., Fernández, R.D., 2010. Magmatism and early-Variscan continental subduction in the northern Gondwana margin recorded in zircons from the basal units of Galicia, NW Spain. *Bulletin of the Geological Society of America* 122, 219–235. doi:10.1130/B26572.1
- Ackerman, L., Cemič, L., and Langer, K., 1983. Hydrogarnet substitution in pyrope: A possible location for 'water' in the mantle. *Earth and Planetary Science Letters* 62, 208–214.
- Acosta-Vigil, A., Cesare, B., London, D., Morgan, G.B., 2007. Microstructures and composition of melt inclusions in a crustal anatectic environment, represented by metapelitic enclaves within El Hoyazo dacites, SE Spain. *Chemical Geology* 237, 450–465. doi:10.1016/j.chemgeo.2006.07.014
- Aerden, D.G.A.M., 2004. Correlating deformation in Variscan NW-Iberia using porphyroblasts; implications for the Ibero-Armorican Arc. *Journal of Structural Geology* 26, 177–196. doi:10.1016/S0191-8141(03)00070-1
- Aines, R.D., and Rossman, G.R., 1984. Water content of mantle garnets. *Geology* 12, 720–723.
- Albert, R., Arenas, R., Gerdes, A., Sánchez-Martínez, S., Fernández-Suárez, J., Fuenlabrada, J.M., 2015. Provenance of the Variscan Upper Allochthon (Cabo Ortegal Complex, NW Iberian Massif). *Gondwana Research* 28, 1434–1448. doi:10.1016/j.gr.2014.10.016
- Aleinikoff, J.N., Schenck, W.S., Plank, M.O., Srogi, L.A., Fanning, C.M., Kamo, S.L., Bosbyshell, H., 2006. Deciphering igneous and metamorphic events in high-grade rocks of the Wilmington complex, Delaware: Morphology, cathodoluminescence and backscattered electron zoning, and SHRIMP U-Pb geochronology of zircon and monazite. *Bulletin of the Geological Society of America* 118, 39–64. doi:10.1130/B25659.1
- Aleinikoff, J.N., Wintsch, R.P., Tollo, R.P., Unruh, D.M., Fanning, C.M., Schmitz, M.D., 2007. Ages and origins of rocks of the Killingworth dome, south-central Connecticut: Implications for the tectonic evolution of southern New England. *American Journal of Science* 307, 63–118. doi:10.2475/01.2007.04
- Aleksandrov, K.S., Ryzhova, T.V.A., 1961. The elastic properties of rock-forming minerals, I: pyroxenes and amphiboles. *Izvestiya Academy of Sciences, USSR, Geophysics* 9, 1339–1344.
- Almqvist, B.S.G., Mainprice, D., Madonna, C., Burlini, L., Hirt, A.M., 2011. Application of differential effective medium, magnetic pore fabric analysis, and X-ray microtomography to calculate elastic properties of porous and anisotropic rock aggregates. *Journal of Geophysical Research* 116, B01204. doi:10.1029/2010JB007750
- Almqvist, B.S.G., Misra, S., Klonowska, I., Mainprice, D., Majka, J., 2015. Ultrasonic velocity drops and anisotropy reduction in mica-schist analogues due to melting with implications for seismic imaging of continental crust. *Earth and Planetary Science Letters* 425, 24–33. doi:10.1016/j.epsl.2015.05.039
- Altenberger, U., Wilhelm, S., 2000. Ductile deformation of K-feldspar in dry eclogite facies shear zones in the Bergen Arcs, Norway. *Tectonophysics* 320, 107–121. doi:10.1016/S0040-1951(00)00048-2
- Álvarez-Valero, A.M., Cesare, B., Kriegsman, L.M., 2005. Formation of elliptical garnet in a metapelitic enclave by melt-assisted dissolution and reprecipitation. *Journal of Metamorphic Geology* 23, 65–74. doi:10.1111/j.1525-1314.2005.00562.x
- Álvarez-Valero, A.M., Cesare, B., Kriegsman, L.M., 2007. Formation of spinel-cordierite-feldspar-glass coronas after garnet in metapelitic xenoliths: Reaction modelling and geodynamic implications. *Journal of Metamorphic Geology* 25, 305–320. doi:10.1111/j.1525-1314.2007.00690.x
- Álvarez-Valero, A.M., Kriegsman, L.M., 2007. Crustal thinning and mafic underplating beneath the Neogene Volcanic Province (Betic Cordillera, SE Spain): Evidence from crustal xenoliths. *Terra Nova* 19, 266–271. doi:10.1111/j.1365-3121.2007.00745.x
- Álvarez-Valero, A.M., Kriegsman, L.M., 2010. Chemical, petrological and mass balance constraints on the textural evolution of pelitic enclaves. *Lithos* 116, 300–309. doi:10.1016/j.lithos.2009.09.009
- Álvarez-Valero, A.M., Waters, D.J., 2010. Partially melted crustal xenoliths as a window into sub-volcanic processes: Evidence from the Neogene Magmatic Province of the Betic Cordillera, SE Spain.

- Journal of Petrology 51, 973–991. doi:10.1093/petrology/egq007
- Álvarez-Valero, A.M., Jagoutz, O., Stanley, J., Manthel, C., Maz, A. El, Moukadiri, A., Piasecki, A., 2014a. Crustal attenuation as a tracer for the emplacement of the Beni Bousera ultramafic massif (Bético-Rifean belt). *Bulletin of the Geological Society of America* 126, 1614–1624. doi:10.1130/B31040.1
- Álvarez-Valero, A.M., Gómez-Barreiro, J., Alampi, A., Castineiras, P., Martínez Catalán, J.R., 2014b. Local isobaric heating above an extensional detachment in the middle crust of a Variscan allochthonous terrane (Ordenes complex, NW Spain). *Lithosphere* 6, 409–418. doi:10.1130/L369.1
- Amiguet, E., Cordier, P., Raterron, P., 2010. Deformation of diopside single crystals at mantle pressure. TEM characterization of dislocation microstructures. *European Journal of Mineralogy* 22, 181–187. doi:10.1127/0935-1221/2010/0022-1995
- Ando, J.-I., Fujino, K., Takeshita, T., 1993. Dislocation microstructures in naturally deformed silicate garnets. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 80, 105–116. doi:10.1016/0031-9201(93)90041-7
- Andonaegui, P., González Del Tánago, J., Arenas, R., Abati, J., Martínez Catalán, J.R., Peinado, M., Díaz García, F., 2002. Tectonic setting of the Monte Castelo gabbro (Ordenes Complex, northwestern Iberian Massif): Evidence for an arc-related terrane in the hanging wall to the Variscan suture. *Special Paper of the Geological Society of America* 364, 37–56. doi:10.1130/0-8137-2364-7.37
- Andonaegui, P., Castiñeiras, P., González Cuadra, P., Arenas, R., Sánchez Martínez, S., Abati, J., Díaz García, F., Martínez Catalán, J.R., 2012. The Corredoiras orthogneiss (NW Iberian Massif): Geochemistry and geochronology of the Paleozoic magmatic suite developed in a peri-Gondwanan arc. *Lithos* 128–131, 84–99. doi:10.1016/j.lithos.2011.11.005
- Andonaegui, P., Sánchez-Martínez, S., Castiñeiras, P., Abati, J., Arenas, R., 2016. Reconstructing subduction polarity through the geochemistry of mafic rocks in a Cambrian magmatic arc along the Gondwana margin (Órdenes Complex, NW Iberian Massif). *International Journal of Earth Sciences* 105, 713–725. doi:10.1007/s00531-015-1195-x
- Arenas, R., Martínez Catalán, J.R., 1993. High-pressure and high-temperature metabasites from Sobrado antiformal (Northwest of the Iberian Massif, Spain). A petrologic and field study in a granulite-eclogite transition zone. *Terra Abstract* 2, 4–5.
- Arenas, R., Martínez Catalán, J.R., 2002. Prograde development of corona textures in metagabbros of the Sobrado unit (Ordenes Complex, northwestern Iberian Massif). *Geological Society of America Special Pa*, 73–88. doi:10.1130/0-8137-2364-7.73
- Arenas, R., Martínez Catalán, J.R., Sánchez Martínez, S., Díaz García, F., Abati, J., Fernández-Suárez, J., Andonaegui, P., Gómez-Barreiro, J., 2007. Paleozoic ophiolites in the Variscan suture of Galicia (northwest Spain): Distribution, characteristics, and meaning. *Geological Society of America Memoir* 200, 425–444. doi:10.1130/2007.1200(22).
- Argles, T.W., Platt, J.P., Waters, D.J., 1999. Attenuation and excision of a crustal section during extensional exhumation: The Carratraca Massif, Betic Cordillera, southern Spain. *Journal of the Geological Society* 156, 149–162. doi:10.1144/gsjgs.156.1.0149
- Armbruster, T., Geiger, C. a, Lager, G. a, 1992. Single-Crystal X-Ray Structure Study of Synthetic Pyrope Almandine Garnets at 100-K and 293-K. *American Mineralogist* 77, 512–521.
- Auzanneau, E., Vielzeuf, D., Schmidt, M.W., 2006. Experimental evidence of decompression melting during exhumation of subducted continental crust. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 152, 125–148. doi:10.1007/s00410-006-0104-5
- Ashby, M.F., 1972. A first report on deformation-mechanism maps. *Acta Metallurgica* 20, 887–897. doi:http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160(72)90082-X
- Avé Lallemant, H.G., 1978. Experimental deformation of diopside and websterite. *Tectonophysics* 48, 1–27. doi:10.1016/0040-1951(78)90083-5
- Ayarza, P., Martínez Catalán, J.R., Alvarez-Marrón, J., Zeyen, H., Juhlin, C., 2004. Geophysical constraints on the deep structure of a limited ocean-continent subduction zone at the North Iberian Margin. *Tectonics* 23. doi:10.1029/2002TC001487
- Babuška, V., Fiala, J., Kumazawa, M., Ohno, I., Sumino, Y., 1978. Elastic properties of garnet solid-solution series. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 16, 157–176. doi:10.1016/0031-9201(78)90086-9
- Bachmann, F., Hielscher, R., Schaeben, H., 2010. Texture Analysis with MTEX – Free and Open Source Software Toolbox. *Solid State Phenomena* 160, 63–68. doi:10.4028/www.scientific.net/SSP.160.63
- Bacon, C.R., Vazquez, J.A., Wooden, J.L., 2012. Peninsular terrane basement ages recorded by Paleozoic and Paleoproterozoic zircon in gabbro xenoliths and andesite from Redoubt volcano, Alaska. *Bulletin of the Geological Society of America* 124, 24–34. doi:10.1130/B30439.1
- Baratoux, L., Schulmann, K., Ulrich, S., Lexa, O., 2005. Contrasting microstructures and deformation mechanisms in metagabbro mylonites contemporaneously deformed under different temperatures (c. 650°C and c. 750°C). *Geological Society, London, Special Publications* 243, 97–125. doi:10.1144/GSL.SP.2005.243.01.09
- Barber, D.J., Wenk, H.-R., Hirth, G., Kohlstedt, D.L., 2010. Dislocations in Minerals, in: Hirth, G., Kubin, L. (Eds.), *Dislocations in Solids*. Elsevier B.V., pp. 171–232. doi:10.1016/S1572-4859(09)01604-0
- Barberini, V., Burlini, L., Zappone, A., 2007. Elastic properties, fabric and seismic anisotropy of amphibolites and their contribution to the lower crust reflectivity. *Tectonophysics* 445, 227–244. doi:10.1016/j.tecto.2007.08.017

- Barruol, G., Mainprice, D., 1993. 3-D Seismic Velocities Calculated from Lattice-Preferred Orientation and Reflectivity of a Lower Crustal Section - Examples of the Val Sesia Section (Ivrea Zone, Northern Italy). *Geophysical Journal International* 115, 1169–1188. doi:10.1111/j.1365-246X.1993.tb01519.x
- Barruol, G., Kern, H., 1996. Seismic anisotropy and shear-wave splitting in lower-crustal and upper-mantle rocks from the Ivrea Zone—experimental and calculated data. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 95, 175–194. doi:10.1016/0031-9201(95)03124-3
- Barth, A.P., Wooden, J.L., 2010. Coupled elemental and isotopic analyses of polygenetic zircons from granitic rocks by ion microprobe, with implications for melt evolution and the sources of granitic magmas. *Chemical Geology* 277, 149–159. doi:10.1016/j.chemgeo.2010.07.017
- Barton, N.R., Wenk, H.-R., 2007. Dauphiné twinning in polycrystalline quartz. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering* 15, 369–384. doi:10.1088/0965-0393/15/3/013
- Bascou, J., Barruol, G., Vauchez, A., Mainprice, D., Eglydio-Silva, M., 2001. EBSD-measured lattice-preferred orientations and seismic properties of eclogites. *Tectonophysics* 342, 61–80. doi:10.1016/S0040-1951(01)00156-1
- Bascou, J., Tommasi, A., Mainprice, D., 2002. Plastic deformation and development of clinopyroxene lattice preferred orientations in eclogites. *Journal of Structural Geology* 24, 1357–1368. doi:10.1016/S0191-8141(01)00137-7
- Bass, J., 1995. Elasticity of minerals, glasses, and melts, in: Ahrens, T. (Ed.), *Mineral Physics and Crystallography: A Handbook of Physical*. American Geophysical Union, pp. 45–63.
- Beane, R.J., Field, C.K., 2007. Kyanite deformation in whiteschist of the ultrahigh-pressure metamorphic Kokchetav Massif, Kazakhstan. *Journal of Metamorphic Geology* 25, 117–128. doi:10.1111/j.1525-1314.2007.00692.x
- Beghein, C., Treampert, J., 2003. Robust Normal Mode Constraints on Inner-Core Anisotropy from Model Space Search. *Science* 299, 552–555.
- Behrmann, J.H., Platt, J.P., 1982. Sense of nappe emplacement from quartz c-axis fabrics; an example from the Betic Cordilleras (Spain). *Earth and Planetary Science Letters* 59, 208–215. doi:10.1016/0012-821X(82)90126-1
- Behrmann, J.H., Mainprice, D., 1987. Deformation mechanisms in a high-temperature quartz-feldspar mylonite: evidence for superplastic flow in the lower continental crust. *Tectonophysics* 140, 297–305. doi:10.1016/0040-1951(87)90236-8
- Bell, D.R., y Rossman, G.R., 1992. Water in Earth's mantle: the role of nominally anhydrous minerals. *Science* 255, 1391–1397.
- Bell, D.R., Ihinger, P.D., Rossman, G.R., 1995. Quantitative analysis of trace OH in garnet and pyroxenes, *American Mineralogist* 80, 465–474.
- Belousova, E.A., Griffin, W.L., O'Reilly, S.Y., Fisher, N.I., 2002. Igneous zircon: trace element composition as an indicator of source rock type. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 143, 602–622. doi:10.1007/s00410-002-0364-7
- Beran, A., Langer, K., Andrut, M., 1993. Single crystal infrared spectra in the range of OH fundamentals of paragenetic garnet, omphacite and kyanite in an eclogitic mantle xenoliths. *Mineralogy and Petrology* 48, 257–268.
- Beran, A., y Libowitzky, E., 2006. Water in natural mantle minerals. II: Olivine, garnet and accessory minerals. en H. Keppler and J.R. Smyth, Eds., *Water in Nominally Anhydrous Minerals* 62, 169–191. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, Mineralogical Society of America, Chantilly, Virginia.
- Berger, A., Stünitz, H., 1996. Deformation mechanisms and reaction of hornblende: examples from the Bergell tonalite (Central Alps). *Tectonophysics* 257, 149–174. doi:10.1016/0040-1951(95)00125-5
- Bergmann, R., Chan, R.H., Hielscher, R., Persch, J., Steidl, G., 2016. Restoration of manifold-valued images by half-quadratic minimization. *Inverse Problems and Imaging* 10, 281–304. doi:10.3934/ipi.2016001
- Berman, R.G., 1988. Internally-Consistent Thermodynamic Data for Minerals in the System Na<sub>2</sub>O-K<sub>2</sub>O-CaO-MgO-FeO-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>O-CO<sub>2</sub>. *Journal of Petrology* 29, 445. doi:10.1093/petrology/29.2.445
- Berman, R.G., 2007. WinTWQ (version 2.3): a software package for performing internally-consistent thermobarometric calculations. Geological Survey of Canada.
- Bestmann, M., Prior, D.J., 2003. Intragranular dynamic recrystallization in naturally deformed calcite marble: Diffusion accommodated grain boundary sliding as a result of subgrain rotation recrystallization. *Journal of Structural Geology* 25, 1597–1613. doi:10.1016/S0191-8141(03)00006-3
- Bestmann, M., Habler, G., Heidelberg, F., Thöni, M., 2008. Dynamic recrystallization of garnet and related diffusion processes. *Journal of Structural Geology* 30, 777–790. doi:10.1016/j.jsg.2008.02.007
- Bhagat, S.S., Bass, J.D., Smyth, J.R., 1992. Single-crystal elastic properties of omphacite-C2/c by Brillouin spectroscopy. *Journal of Geophysical Research* 97, 6843.
- Biermann, C., 1981. (100) Deformation twins in naturally deformed amphiboles. *Nature* 292, 821–823.
- Biermann, C., Van Roermund, H.L.M., 1983. Defect structures in naturally deformed clinoamphiboles—a TEM study. *Tectonophysics* 95, 267–278. doi:10.1016/0040-1951(83)90072-0
- Birch, F., 1961. The velocity of compressional waves in rocks to 10 kilobars (Part II). *Journal of Geophysical Research* 66, 2199–2224.
- Bishop, J.F.W., Hill, R., 1951. Theory of plastic distortion of a polycrystalline aggregate under combined

- stress. *Philosophical Magazine, Structure and Properties of Condensed Matter* 42, 414–427.
- Bishop, J.F.W., 1954. A theory of the tensile and compressive textures of face-centered cubic metals. *Journal of Mechanics and Physics of Solids* 3, 130–142.
- Blacic, J.D., 1975. Plastic-deformation mechanisms in quartz: the effect of water. *Tectonophysics* 27, 271–294.
- Bolfan-Casanova, N., Keppler, H., Rubie, D.C., 2000. Water partitioning between nominally anhydrous minerals in the MgO–SiO<sub>2</sub>–H<sub>2</sub>O system up to 24GPa: Implications for the distribution of water in the Earth's mantle. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 182, 209–221.
- Bons, P.D., Den Brok, B., 2000. Crystallographic preferred orientation development by dissolution-precipitation creep. *Journal of Structural Geology* 22, 1713–1722. doi:10.1016/S0191-8141(00)00075-4
- Borradaile, G.J., Jackson, M., 2004. Anisotropy of magnetic susceptibility (AMS): magnetic petrofabrics of deformed rocks. Geological Society, London, Special Publications 238, 299–360. doi:10.1144/GSL.SP.2004.238.01.18
- Bos, B., Spiers, C.J., 2002. Frictional-viscous flow of phyllosilicate-bearing fault rock: Microphysical model and implications for crustal strength profiles. *Journal of Geophysical Research* 107, 2028. doi:10.1029/2001JB000301
- Bouchez, J.L., Lister, G.S., Nicolas, A., 1983. Fabric asymmetry and shear sense in movement zones. *Geologische Rundschau* 72, 401–419. doi:10.1007/BF01822075
- Brenker, F.E., Prior, D.J., Müller, W.F., 2002. Cation ordering in omphacite and effect on deformation mechanism and lattice preferred orientation (LPO). *Journal of Structural Geology* 24, 1991–2005. doi:10.1016/S0191-8141(02)00010-X
- Brigatti, M.F., Galli, E., Poppi, L., 1991. Effect of Ti substitution in biotite-1M crystal chemistry. *American Mineralogist* 76, 1174–1183.
- Brittan, J., Warner, M., 1996. Seismic velocity, heterogeneity, and the composition of the lower crust. *Tectonophysics* 264, 249–259. doi:10.1016/S0040-1951(96)00130-8
- Brodie, K.H., Rutter, E.H., 1985. On the Relationship between Deformation and Metamorphism, with Special Reference to the Behavior of Basic Rocks, in: Thompson, A.B., Rubie, D.C. (Eds.), *Metamorphic Reactions: Kinetics, Textures, and Deformation*. Springer New York, New York, NY, pp. 138–179. doi:10.1007/978-1-4612-5066-1\_6
- Brown, D., Llana-Funez, S., Carbonell, R., Alvarez-Marron, J., Marti, D., Salisbury, M., 2009. Laboratory measurements of P-wave and S-wave velocities across a surface analog of the continental crust-mantle boundary: Cabo Ortegal, Spain. *Earth and Planetary Science Letters* 285, 27–38. doi:10.1016/j.epsl.2009.05.032
- Brown, M., 2001. Orogeny, migmatites and leucogranites: A review. *Proceedings of the Indian Academy of Sciences, Earth and Planetary Sciences* 110, 313–336. doi:10.1007/BF02702898
- Brown, M., 2013. Granite: From genesis to emplacement. *Bulletin of the Geological Society of America* 125, 1079–1113. doi:10.1130/B30877.1
- Brückner, S., 2000. Estimation of the background in powder diffraction patterns through a robust smoothing procedure. *Journal of Applied Crystallography* 33, 977–979. doi:10.1107/S0021889800003617
- Buatier, M., Van Roermund, H.L.M., Drury, M.R., Lardeaux, J.M., 1991. Deformation and recrystallization mechanisms in naturally deformed omphacites from the Sesia-Lanzo zone; geophysical consequences. *Tectonophysics* 195, 11–27. doi:10.1016/0040-1951(91)90141-E
- Buck, P., 1970. Verformung von Hornblende-Einkristallen bei Drucken bis 21 kb 71, 62–71.
- Buick, I.S., Clark, C., Rubatto, D., Hermann, J., Pandit, M., Hand, M., 2010. Constraints on the Proterozoic evolution of the Aravalli-Delhi Orogenic belt (NW India) from monazite geochronology and mineral trace element geochemistry. *Lithos* 120, 511–528. doi:10.1016/j.lithos.2010.09.011
- Bunge, H.-J., 1982. Appendix 4 – Graphic Representations, in: *Texture Analysis in Materials Science: Mathematical methods*. pp. 561–584. doi:10.1016/B978-0-408-10642-9.50025-8
- Bunge, H.-J., 1985. Representation of preferred orientation, in: Wenk, H.-R. (Ed.), *Preferred Orientation in Deformed Metals and Rocks: An Introduction to Modern Texture Analyses*. Academic Press, London, pp. 73–108.
- Bürgmann, R., Dresen, G., 2008. Rheology of the Lower Crust and Upper Mantle: Evidence from Rock Mechanics, Geodesy, and Field Observations. *Annu. Rev. Earth Planet. Sci.* 36, 531–567. doi:10.1146/annurev.earth.36.031207.124326
- Burke, M.M., Fountain, D.M., 1990. Seismic properties of rocks from an exposure of extended continental crust—new laboratory measurements from the Ivrea Zone. *Tectonophysics* 182, 119–146. doi:10.1016/0040-1951(90)90346-A
- Burov, E.B., Watts, A.B., 2006. The long-term strength of continental lithosphere: “jelly sandwich” or “crème brûlée”? *GSA Today* 16, 4–11. doi:10.1130/1052-5173(2006)016<4
- Burt, D.M., 1989. Compositional and phase relations among rare earth element minerals. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry* 21, 259 LP-307.
- Bystricky, M., Mackwell, S., 2001. Creep of dry clinopyroxene aggregates with deformation in the dislocation creep. *Journal of Geophysical Research* 106, 13443–13454.
- Cameron, M., Sueno, S., Prewitt, C.T., Papike, J.J., 1973. High-Temperature Crystal Chemistry of Acmite, Diopside, Hedenbergite, Jadeite, Spodumene and Ureyite. *American Mineralogist* 58, 594–618.

- Cao, S., Liu, J., Leiss, B., 2010. Orientation-related deformation mechanisms of naturally deformed amphibole in amphibolite mylonites from the Diancang Shan, SW Yunnan, China. *Journal of Structural Geology* 32, 606–622. doi:10.1016/j.jsg.2010.03.012
- Carbonell, R., Smithson, S.B., 1991. Large-scale anisotropy within the crust in the Basin and Range province. *Geology* 19, 698–701. doi:10.1130/0091-7613(1991)019<0698:LSAWTC>2.3.CO;2
- Carpenter, J.M., Loong, C.-K., 2015. Neutron production, moderation, and characterization of sources, in: *Elements of Slow-Neutron Scattering: Basics, Techniques, and Applications*. Cambridge University Press, Cambridge, pp. 10–48. doi:10.1017/CBO9781139029315.005
- Carstens, H., 1969. Dislocation Structures in Pyropes from Norwegian and Czech Garnet Peridotites. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 348–353.
- Carstens, H., 1971. Plastic stress relaxation around solid inclusions in pyrope. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 32, 289–294. doi:10.1007/BF00373346
- Castiñeiras, P., Andonaegui, P., Arenas, R., Martínez Catalán, J.R., 2002. Descripción y resultados preliminares del plutón compuesto de San Xiao, Complejo de Cabo Ortegaleja (noroeste del Macizo Ibérico). *Geogaceta* 32, 111–114.
- Castiñeiras, P., 2005. Origen y evolución tectonotermal de las unidades de O Pino y Cariño (Complejos Alóctonos de Galicia). *Laboratorio Xeolóxico de Laxe, Serie Nova Terra*, 28, A Coruña.
- Castiñeiras, P., García, F.D., Gómez-Barreiro, J., 2010. REE-assisted U-Pb zircon age (SHRIMP) of an anatectic granodiorite: Constraints on the evolution of the A Silva granodiorite, Iberian allochthonous complexes. *Lithos* 116, 153–166. doi:10.1016/j.lithos.2010.01.013
- Castiñeiras, P., Navidad, M., Casas, J.M., Liesa, M., Carreras, J., 2011. Petrogenesis of Ordovician Magmatism in the Pyrenees (Albera and Canigó Massifs) Determined on the Basis of Zircon Minor and Trace Element Composition. *The Journal of Geology* 119, 521–534. doi:10.1086/660889
- Cěrný, P., Novak, M., Chapman, R., 1995. The Al (Nb,Ta) Ti<sub>2</sub> substitution in titanite: the emergence of a new species? *Mineralogy and Petrology* 52, 61–73.
- Cesare, B., Acosta-Vigil, A., Ferrero, S., Bartoli, O., 2011. Melt inclusions in migmatites and granulites. *Journal of the Virtual Explorer* 38. doi:10.3809/jvirtex.2011.00268
- Chambefort, I., Dilles, J.H., Longo, A.A., 2013. Amphibole geochemistry of the yanacocha volcanics, peru: Evidence for diverse sources of magmatic volatiles related to gold ores. *Journal of Petrology* 54, 1017–1046. doi:10.1093/petrology/egt004
- Chateigner, D., 2010. Combined Analysis: structure-texture-microstructure-phase-stresses-reflectivity determination by x-ray and neutron scattering. *Strategy* 1–141. ISTE, Wiley.
- Chen, R.X., Zheng, Y.F., Xie, L., 2010. Metamorphic growth and recrystallization of zircon: Distinction by simultaneous in-situ analyses of trace elements, U-Th-Pb and Lu-Hf isotopes in zircons from eclogite-facies rocks in the Sulu orogen. *Lithos* 114, 132–154. doi:10.1016/j.lithos.2009.08.006
- Cheng, H., King, R.L., Nakamura, E., Vervoort, J.D., Zheng, Y.F., Ota, T., Wu, Y.B., Kobayashi, K., Zhou, Z.Y., 2009. Transitional time of oceanic to continental subduction in the Dabie orogen: Constraints from U-Pb, Lu-Hf, Sm-Nd and Ar-Ar multichronometric dating. *Lithos* 110, 327–342. doi:10.1016/j.lithos.2009.01.013
- Cherniak, D.J., 2006. Zr diffusion in titanite. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 152, 639–647. doi:10.1007/s00410-006-0133-0
- Cho, H., y Rossman, G.R., 1993. Single-crystal NMR studies of low-concentration hydrous species in minerals: Grossular garnet. *American Mineralogist* 78, 1149–1164.
- Christensen, N.I., Mooney, W.D., 1995. Seismic velocity structure and composition of the continental crust: A global view. *Journal of Geophysical Research* 100, 9761–9788. doi:10.1029/95JB00259
- Clergeau, J.F., Convert, P., Felton, D., Fischer, H.E., Guérard, B., Hansen, T., Manzin, G., Oed, A., Palleau, P., 2001. Operation of sealed microstrip gas chambers at the ILL. *IEEE Transactions on Nuclear Science* 48, 1075–1080. doi:10.1109/23.958726
- Cockcroft, J.K., Fitch, A.N., 2008. Experimental Setups, in: Dinnibier R.E., Billinge, S.J.L. (Eds.), *Powder Diffraction: Theory and Practice*. The Royal Society of Chemistry, pp. 20–57. doi:10.1039/9781847558237-00020
- Cordier, P., Raterron, P., Wang, Y., 1996. TEM investigation of dislocation microstructure of experimentally deformed silicate garnet. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 97, 121–131.
- Corfu, F., Hanchar, J.M., Hoskin, P.W.O., Kinny, P.D., 2003. Atlas of Zircon Textures, in: Hanchar, J.M., Hoskin, P.W.O. (Eds.), *Zircon. Reviews in Mineralogy and Geochemistry*. Mineralogical Society of America, pp. 468–500.
- Corrie, S.L., Kohn, M.J., 2008. Trace-element distributions in silicates during prograde metamorphic reactions: implications for monazite formation 451–464. doi:10.1111/j.1525-1314.2008.00769.x
- Crampin, S., Booth, D.C., 1985. Shear-wave polarizations near the North Anatolian Fault-II. Interpretation in terms of crack-induced anisotropy. *Geophysical Journal of the Royal Astronomical Society* 83, 75–92. doi:10.1111/j.1365-246X.1985.tb05157.x
- Cross, A.J., 2015. Microstructural evolution under non-steady state deformation in mid-crustal ductile shear zones. *University of Otago*. doi:14/11/2016
- Cross, A.J., Kidder, S.B., Prior, D.J., 2015. Using microstructures and TitanQ thermobarometry of quartz sheared around garnet porphyroclasts to evaluate microstructural evolution and constrain an Alpine Fault Zone geotherm. *Journal of Structural Geology* 75, 17–31. doi:10.1016/j.jsg.2015.02.012
- Cumbest, R.J., Van Roermund, H.L.M., Drury, M.R., Simpson, C., 1989. Burgers vector determination in

- clinoamphibole by computer simulation. *American Mineralogist* 74, 586–592.
- Czaplinska, D., Piazzolo, S., Zibra, I., 2015. The influence of phase and grain size distribution on the dynamics of strain localization in polymineralic rocks. *Journal of Structural Geology* 72, 15–32. doi:10.1016/j.jsg.2015.01.001
- Daines, M.J., Kohlstedt, D.L., 1997. Influence of deformation on melt topology in peridotites. *Journal of Geophysical Research*: ... 102, 10257–10271.
- Dallmeyer, R.D., Ribeiro, A., Marques, F., 1991. Polyphase Variscan emplacement of exotic terranes (Morais and Bragança Massifs) onto Iberian successions: Evidence from  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  mineral ages. *Lithos* 27, 133–144. doi:10.1016/0024-4937(91)90025-G
- Dallmeyer, R.D., Martínez-Catalán, J.R., Arenas, R., Gil Ibarguchi, J.I., Gutiérrez-Alonso, G., Farias, P., Bastida, F., Aller, J., 1997. Diachronous Variscan tectonothermal activity in the NW Iberian Massif: Evidence from  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  dating of regional fabrics. *Tectonophysics* 277, 307–337. doi:10.1016/S0040-1951(97)00035-8
- Dalziel, I.W.D., Bailey, W., 1968. Deformed Granets in a mylonitic tock from the greenville front and their tectonic significance. *American Journal of Science* 266, 542–562.
- Dasgupta, S., Chakrabort, S., Sengupta, P., Bhattacharya, P.K., Banerjee, H., Supriya, R., Fukuoka, M., 1991. Manganese-rich minerals of the pumpellyite group from the Precambrian Sausar Group, India. *American Mineralogist* 76, 241–245. doi:10.1144/GSL.QJEG.1985.018.03.02
- Davidson, J., Turner, S., Handley, H., Macpherson, C., Dosseto, A., 2007. Amphibole “sponge” in arc crust? *Geology* 35, 787–790. doi:10.1130/G23637A.1
- Debat, P., Soula, J.C., Kubin, L., Vidal, J.L., 1978. Optical studies of natural deformation microstructures in feldspars (gneiss and pegmatites from Occitania, southern France). *Lithos* 11, 133–145. doi:10.1016/0024-4937(78)90004-X
- Dell’Angelo, L.N., Tullis, J., 1988. Experimental deformation of partially melted granitic aggregates. *Journal of Metamorphic Geology* 6, 495–515. doi:10.1111/j.1525-1314.1988.tb00436.x
- den Brok, S.W.J., Spiers, C.J., 1991. Experimental evidence for water weakening of quartzite by microcracking plus solution-precipitation creep. *Journal of the Geological Society* 148, 541–548. doi:10.1144/gsjgs.148.3.0541
- DeWolf, C.P., Belshaw, N., O’Nions, R.K., 1993. A metamorphic history from micron-scale  $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$  chronometry of Archean monazite. *Earth and Planetary Science Letters* 120, 207–220.
- Dias da Silva, I., Valverde-Vaquero, P., González-Clavijo, E., Díez-Montes, A. y Martínez Catalán, J. R. 2014. Structural and stratigraphical significance of U–Pb ages from the Mora and Saldanha volcanic complexes (NE Portugal, Iberian Variscides). In: Schulmann, K., Martínez Catalán, J. R., Lardeaux, J. M., Janousek, V. & Oggiano, G. (eds) *The Variscan Orogeny: Extent, Timescale, the Formation of the European Crust*. Geological Society, London, Special Publications, 405. <http://dx.doi.org/10.1144/SP405.3>
- Díaz Aspiroz, M., Lloyd, G.E., Fernández, C., 2007. Development of lattice preferred orientation in clinoamphiboles deformed under low-pressure metamorphic conditions. A SEM/EBSD study of metabasites from the Aracena metamorphic belt (SW Spain). *Journal of Structural Geology* 29, 629–645. doi:10.1016/j.jsg.2006.10.010
- Díaz García, F., Martínez Catalán, J.R., Arenas, R., González Cuadra, P., 1999. Structural and kinematic analysis of the Corredoiras detachment: evidence for early Variscan synconvergent extension in the Ordenes Complex, NW Spain. *International Journal of Earth Sciences* 88, 337–351.
- Díaz-Azpiroz, M., Lloyd, G.E., Fernández, C., 2011. Deformation mechanisms of plagioclase and seismic anisotropy of the Acebuches metabasites (SW Iberian massif). *Geological Society, London, Special Publications* 360, 79–95. doi:10.1144/sp360.5
- Dickinson, W.R., Gehrels, G.E., 2009. Use of U-Pb ages of detrital zircons to infer maximum depositional ages of strata: A test against a Colorado Plateau Mesozoic database. *Earth and Planetary Science Letters* 288, 115–125. doi:10.1016/j.epsl.2009.09.013
- Díez Fernández, R., Martínez Catalán, J.R., Gerdes, A., Abati, J., Arenas, R., Fernández-Suárez, J., 2010. U-Pb ages of detrital zircons from the Basal allochthonous units of NW Iberia: Provenance and paleoposition on the northern margin of Gondwana during the Neoproterozoic and Paleozoic. *Gondwana Research* 18, 385–399. doi:10.1016/j.gr.2009.12.006
- Díez Fernández, R., Martínez Catalán, J.R., Arenas Martín, R., Abati Gómez, J., 2011. Tectonic evolution of a continental subduction-exhumation channel: Variscan structure of the basal allochthonous units in NW Spain. *Tectonics* 30. doi:10.1029/2010TC002850
- Díez Fernández, R., Martínez Catalán, J.R., Arenas, R., Abati, J., Gerdes, A., Fernández-Suárez, J., 2012. U–Pb detrital zircon analysis of the lower allochthon of NW Iberia: age constraints, provenance and links with the Variscan mobile belt and Gondwanan cratons. *Journal of the Geological Society* 169, 655–665. doi:10.1144/jgs2011-146
- Dimanov, A., Rybacki, E., Wirth, R., Dresen, G., 2007. Creep and strain-dependent microstructures of synthetic anorthite-diopside aggregates. *Journal of Structural Geology* 29, 1049–1069. doi:10.1016/j.jsg.2007.02.010
- Dingley, D.J., Baba-Kishi, K.Z., Randle, V., 1995. *Atlas of Backscattering Kikuchi Diffraction Patterns*. Institute of Physics Publishing, Bristol and Philadelphia.
- Dollinger, G., Blacic, J.D., 1975. Deformation mechanisms in experimentally and naturally deformed amphiboles. *Earth and Planetary Science Letters* 26, 409–416. doi:10.1016/0012-821X(75)90016-3

- Dornbusch, H.J., Weber, K., Skrotzki, W., 1994. Development of microstructure and texture in high-temperature mylonites from the Ivrea Zone, in: Bunge, H.-J., Siegesmund, S., Skrotzki, W., Weber, K. (Eds.), *Textures of Geological Materials*. DGM Informationsgesellschaft Verlag, pp. 187–201.
- Doukhan, J.-C., Christie, J.M., 1982. Plastic deformation of sillimanite  $\text{Al}_2\text{SiO}_5$  single crystals under confining pressure and TEM investigation of the induced defect structure. *Bulletin de Mineralogie* 105, 583–589.
- Doukhan, J.-C., Paquet, J., 1982. Plastic deformation of andalusite single crystal  $\text{Al}_2\text{SiO}_5$ . *Bulletin de Mineralogie* 105, 170–175.
- Doukhan, J.-C., Doukhan, N., Koch, P.S., Christie, J.M., 1985. Transmission electron microscopy investigation of lattice defects in  $\text{Al}_2\text{SiO}_5$  polymorphs and plasticity induced polymorphic transformations. *Bulletin de Mineralogie* 108, 81–96.
- Doukhan, N., Sautter, V., Doukhan, J.C., 1994. Ultradeep, Ultramafic Mantle Xenoliths - Transmission Electron- Microscopy Preliminary-Results. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 82, 195–207.
- Downs, R.T., Hall-Wallace, M., 2003. The American Mineralogist crystal structure database. *American Mineralogist* 88, 247–250.
- Drury, M.R., Humphreys, F.J., 1987. Deformation lamellae as indicators of stress level. *Abstr Trans Am Geophys Un (EOS)* 68, 1471.
- Dziewonski, A.M., Anderson, D.L., 1981. Preliminary reference Earth model. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 25, 297–356. doi:10.1016/0031-9201(81)90046-7
- Egal, E., Thiéblemont, D., Lahondère, D., Guerrot, C., Costea, C.A., Iliescu, D., Delor, C., Goujou, J.C., Lafon, J.M., Tegye, M., Diaby, S., Kolié, P., 2002. Late Eburnean granitization and tectonics along the western and northwestern margin of the Archean K??n??ma-Man domain (Guinea, West African Craton). *Precambrian Research* 117, 57–84. doi:10.1016/S0301-9268(02)00060-8
- Egydio-Silva, M., Mainprice, D., 1999. Determination of stress directions from plagioclase fabrics in high grade deformed rocks (Alem Paraiba shear zone, Ribeira fold belt, southeastern Brazil). *Journal of Structural Geology* 21, 1751–1771. doi:10.1016/S0191-8141(99)00121-2
- Egydio-Silva, M., Vauchez, A., Bascou, J., Hippertt, J., 2002. High-temperature deformation in the Neoproterozoic transpressional Ribeira belt, southeast Brazil. *Tectonophysics* 352, 203–224. doi:10.1016/S0040-1951(02)00197-X
- Endrun, B., Lebedev, S., Meier, T., Tirel, C., Friederich, W. 2011. Complex layered deformation within the Aegean crust and mantle revealed by seismic anisotropy. *Nature Geosciences*, 4,203-207
- Engler, O., Randle, V., 2010. Introduction to Texture Analysis: Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping, *Handbook Of Texture Analysis*. CRC Press.
- Ennih, N., Liegeois, J.-P., 2008. The boundaries of the West African craton, with special reference to the basement of the Moroccan metacratonic Anti-Atlas belt. *The Boundaries of the West African Craton* 1–17. doi:10.1144/SP297.1
- Erdman, M.E., Hacker, B.R., Zandt, G., Seward, G., 2013. Seismic anisotropy of the crust: Electron-backscatter diffraction measurements from the Basin and Range. *Geophysical Journal International* 195, 1211–1229. doi:10.1093/gji/ggt287
- Etchecopar, A., Vasseur, G., 1987. A 3-D kinematic model of fabric development in polycrystalline aggregates: comparisons with experimental and natural examples. *Journal of Structural Geology* 9, 705–717. doi:10.1016/0191-8141(87)90154-4
- Farias, P., Gallastegui, G. et al. 1987. Aportaciones al conocimiento de la litoestratigrafía y estructura de Galicia Central. *Memórias da Faculdade de Ciências, Universidade do Porto*, 1, 411–431.
- Faul, U.H., Fitz Gerald, J.D., 1999. Grain misorientations in partially molten olivine aggregates: An electron backscatter diffraction study. *Physics and Chemistry of Minerals* 26, 187–197. doi:10.1007/s002690050176
- Fernández-Suárez, J., Corfu, F., Arenas, R., Marcos, A., Martínez Catalán, J.R., Díaz García, F., Abati, J., Fernández, F.J., 2002. U-Pb evidence for a polyorogenic evolution of the HP-HT units of the NW Iberian Massif. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 143, 236–253. doi:10.1007/s00410-001-0337-2
- Fernández-Suárez, J., Garcia, F.D., Jeffries, T.E., Arenas, R., 2003. Constraints on the provenance of the uppermost allochthonous terrane of the NW Iberian Massif: inferences from detrital zircon U-Pb ages. *Terra Nova* 15, 138–144.
- Fernández-Suárez, J., Arenas, R., Abati, J., Martínez Catalán, J., Whitehouse, M., Jeffries, T., 2007. U-Pb chronometry of polymetamorphic high-pressure granulites: An example from the allochthonous terranes of the NW Iberian Variscan belt. *Geological Society of America Memoir*, 469–488. doi:10.1130/2007.1200(24).
- Festa, G., Pietropaolo, A., Grazzi, F., Barzagli, E., Scherillo, A., Schooneveld, E.M., 2011. Neutron diffraction measurements at the INES diffractometer using a neutron radiative capture based counting technique. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* 654, 373–376. doi:10.1016/j.nima.2011.04.032
- Finch, R.J., 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*. Mineralogical Society of America, pp. 1–25.

- Fitz Gerald, J.D., Parise, J.B., Mackinnon, I.D.R., 1986. Average structure of an An<sub>48</sub>, plagioclase from the Hogarth Ranges. *American Mineralogist* 71, 1399–1408.
- Flinn, D., 1956. On the Deformation of the Fuzie Conglomerate, Fetlar, Shetland. *The Journal of Geology* 64, 480–505.
- Fountain, D.M., 1976. The Ivrea-Verbano and Strona-Ceneri Zones, northern Italy; A cross-section of the continental crust; New evidence from seismic velocities of rock samples: *Tectonophysics*, *Tectonophysics* 33, 145–165.
- Fountain, D.M., Percival, J., Salisbury, M.H., 1990. Exposed Cross Sections of the Continental Crust - Synopsis, in: Salisbury, M.H., Fountain, D.M. (Eds.), *Exposed Cross-Sections of the Continental Crust*. Springer Netherlands, Dordrecht, pp. 653–662. doi:10.1007/978-94-009-0675-4\_28
- Fountain, D.M., Salisbury, M.H., 1981. Exposed cross-sections through the continental crust: implications for crustal structure, petrology, and evolution. *Earth and Planetary Science Letters* 56, 263–277. doi:http://dx.doi.org/10.1016/0012-821X(81)90133-3
- Franěk, J., Schulman, K., Lexa, O., 2006. Kinematic and rheological model of exhumation of high pressure granulites in the Variscan orogenic root: Example of the Blanský les granulite, Bohemian Massif, Czech Republic. *Mineralogy and Petrology* 86, 253–276. doi:10.1007/s00710-005-0114-4
- Franz, G., Spear, F.S., 1985. Aluminous Titanite (sphene) from the eclogite zone, south-central Tauern window, Austria. *Chemical Geology* 50, 33–46.
- Franz, G., Rhede, D., 1996. Crystal chemistry of monazite and xenotime from Saxothuringian-Moldanubian metapelites, NE Bavaria, Germany. *European Journal of Mineralogy* 8, 1097–1118. doi:10.1127/ejm/8/5/1097
- Frets, E., Tommasi, A., Garrido, C.J., Padrón-Navarta, J.A., Amri, I., Targuisti, K., 2012. Deformation processes and rheology of pyroxenites under lithospheric mantle conditions. *Journal of Structural Geology* 39, 138–157. doi:10.1016/j.jsg.2012.02.019
- Frondel, C., 1953. Hydroxyl substitution in thorite and zircon. *American Mineralogist* 38, 1007–1018.
- Frost, B.R., Chamberlain, K.R., Schumacher, J.C., 2000. Sphene (titanite): phase relations and role as a geochronometer. *Chemical Geology* 172, 131–148.
- Fuchs, K., Kozlovsky, E.A., Krivtsov, A.I., y Zoback, M.D. (1990) *Super-Deep Continental Drilling and Deep Geophysical Sounding*. Ed. Springer Verlag. ISBN 0-387-51609-3
- Fuenlabrada, J.M., Arenas, R., Martínez, S.S., García, F.D., Castiñeiras, P., 2010. A peri-Gondwanan arc in NW Iberia. I: Isotopic and geochemical constraints on the origin of the arc-A sedimentary approach. *Gondwana Research* 17, 338–351. doi:10.1016/j.gr.2009.09.007
- Fynn, G.W., Powell, W.J.A., 1979. *The Cutting and Polishing of Electro-optic Materials*. Hilger.
- Gagnevin, D., Daly, J.S., 2010. Zircon texture and chemical composition as a guide to magmatic processes and mixing in a granitic environment and coeval volcanic system. doi:10.1007/s00410-009-0443-0
- Ganguly, J., Saxena, S.K., 1984. Mixing properties of aluminosilicates garnets: constraints from natural and experimental data, and applications to geothermobarometry. *American Mineralogist* 69, 88–97.
- Gao, S., Kern, H., Liu, Y.-S., Jin, S.-Y., Popp, Jin, Z.-M., Feng, J.-L., Sun, M., Zhao, Z.-B., 2000. Measured and calculated seismic velocities and densities for granulites from xenolith occurrences and adjacent exposed lower crustal sections: A comparative study from the North China craton. *Journal of Geophysical Research* 105, 965–976.
- Gapais, D., Brun, J.-P., 1981. A comparison of mineral grain fabrics and finite strain in amphibolites from eastern Finland. *Canadian Journal of Earth Sciences* 18, 995–1003. doi:10.1139/e81-095
- García Celma, A., 1982. Domainal and fabric heterogeneities in the Cap de Creus quartz mylonites. *Journal of Structural Geology* 4, 443–455. doi:10.1016/0191-8141(82)90035-9
- Gatta, G.D., Rotiroli, N., Zucali, M., 2009. Plastic deformations in kyanites by tectonometamorphic processes: a single-crystal X-ray diffraction study. *Mineralogical Magazine* 73, 359. doi:10.1180/minmag.2009.073.3.359
- Getsinger, A.J., Hirth, G., 2014. Amphibole fabric formation during diffusion creep and the rheology of shear zones. *Geology* 42, 535–538. doi:10.1130/G35327.1
- Gleason, G.C., Bruce, V., Green, H.W., 1999. Experimental investigation of melt topology in partially molten quartz-feldspathic aggregates under hydrostatic and non-hydrostatic stress. *Journal of metamorphic ...* 17, 705–722.
- Godard, G., van Roermund, H.L.M., 1995. Deformation-induced clinopyroxene fabrics from eclogites. *Journal of Structural Geology* 17, 1425–1443. doi:10.1016/0191-8141(95)00038-F
- Goergen, E.T., Whitney, D.L., Zimmerman, M.E., Hiraga, T., 2008. Deformation-induced polymorphic transformation: experimental deformation of kyanite, andalusite, and sillimanite. *Tectonophysics* 454, 23–35. doi:10.1016/j.tecto.2008.03.010
- Goldman, D.S., Albee, a. L., 1977. Correlation of Mg/Fe partitioning between garnet and biotite with 18 O / 16 O partitioning between quartz and magnetite. *American Journal of Science*. doi:10.2475/ajs.277.6.750
- Goldstein, J., Newbury, D.E., Echlin, P., Joy, D.C., Lyman, C.E., Lifshin, E., Sawyer, L., Michael, J.R., 2003. *Scanning Electron Microscopy*. Springer US. doi:10.1007/978-1-4615-0215-9
- Gómez-Barreiro, J., Lonardelli, I., Wenk, H.R., Dresen, G., Rybacki, E., Ren, Y., Tomé, C.N.N., 2007a. Preferred orientation of anorthite deformed experimentally in Newtonian creep. *Earth and Planetary Science Letters* 264, 188–207. doi:10.1016/j.epsl.2007.09.018

- Gómez-Barreiro, J., Martínez Catalán, J.R., Arenas, R., Castiñeiras, P., Abati, J., Díaz García, F., Wijbrans, J.R., 2007b. Tectonic evolution of the upper allochthon of the Órdenes complex (northwestern Iberian Massif): Structural constraints to a polyorogenic peri-Gondwanan terrane. *Geological Society of America* 423, 315–332. doi:10.1130/2007.2423(15).
- Gómez-Barreiro, J., Álvarez Lobato, F., 2010. Magnetic fabric and quantitative texture analysis using Time-of-flight neutron diffraction: Examples in tectonites (NW Iberian Massif, Spain). *Física de la Tierra* 22, 143–162.
- Gómez-Barreiro, J., Martínez Catalán, J.R., Prior, D., Wenk, H.R., Vogel, S., Díaz García, F., Arenas, R., Sánchez Martínez, S., Lonardelli, I., 2010. Fabric Development in a Middle Devonian Intraoceanic Subduction Regime: The Careón Ophiolite (Northwest Spain). *The Journal of Geology* 118, 163–186. doi:10.1086/649816
- Gómez-Barreiro, J., Martínez Catalán, J.R., 2012. The Bazar shear zone (NW Spain): Microstructural and Time-of-Flight neutron diffraction analysis. *Journal of the Virtual Explorer* 41. doi:10.3809/jvirtex.2011.00296
- Gómez-Barreiro, J., Wenk, H.R., Vogel, S., 2015. Texture and elastic anisotropy of a mylonitic anorthosite from the Morin Shear Zone (Quebec, Canada). *Journal of Structural Geology* 71, 100–111. doi:10.1016/j.jsg.2014.07.021
- Goncalves, P., Williams, M.L., Jercinovic, M.J., 2005. Electron-microprobe age mapping of monazite. *American Mineralogist* 90, 578–585. doi:10.2138/am.2005.1399
- González Cuadra, P. 2007. La Unidad de Corredoiras (Complejo de Órdenes, Galicia): Evolución estructural y metamórfica. Laboratorio Xeolóxico de Laxe, Serie Nova Terra, 33, A Coruña, 254 pp.
- Gower, R.J.W., Simpson, C., 1992. Phase boundary mobility in naturally deformed, high-grade quartzofeldspathic rocks: evidence for diffusional creep. *Journal of Structural Geology* 14, 301–313. doi:10.1016/0191-8141(92)90088-E
- Grässlin, J., McCusker, L.B., Baerlocher, C., Gozzo, F., Schmitt, B., Lutterotti, L., 2013. Advances in exploiting preferred orientation in the structure analysis of polycrystalline materials. *Journal of Applied Crystallography* 46, 173–180. doi:10.1107/S0021889812045943
- Grazulis, S., Chateigner, D., Downs, R.T., Yokochi, A.F.T., Quirós, M., Lutterotti, L., Manakova, E., Butkus, J., Moeck, P., Le Bail, A., 2009. Crystallography Open Database - An open-access collection of crystal structures. *Journal of Applied Crystallography* 42, 726–729. doi:10.1107/S0021889809016690
- Griggs, D.T., Turner, F.J., Heard, H.C., 1960. Deformation of rocks at 500 degrees to 800 degrees C. *Geological Society of America Memoirs* 16, 39–104.
- Grimes, C.B., Wooden, J.L., Cheadle, M.J., John, B.E., 2015. “Fingerprinting” tectono-magmatic provenance using trace elements in igneous zircon. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 170, 1–26. doi:10.1007/s00410-015-1199-3
- Guernina, S., Sawyer, E.W., 2003. Large-scale melt-depletion in granulite terranes: An example from the Archean Ashuanipi subprovince of Quebec. *Journal of Metamorphic Geology* 21, 181–201. doi:10.1046/j.1525-1314.2003.00436.x
- Guillope, M., Poirier, J.P., 1979. Dynamic recrystallization during creep of single-crystalline halite: An experimental study. *Journal of Geophysical Research* 84, 5557–5567. doi:10.1029/JB084iB10p05557
- Gutiérrez-Alonso, G., Fernández-Suárez, J., Jeffries, T.E., Jenner, G.A., Tubrett, M.N., Cox, R., Jackson, S.E., 2003. Terrane accretion and dispersal in the northern Gondwana margin. An Early Paleozoic analogue of a long-lived active margin. *Tectonophysics* 365, 221–232. doi:10.1016/S0040-1951(03)00023-4
- Hacker, B.R., Christie, J.M., 1990. Brittle/Ductile and Plastic/Cataclastic Transitions in Experimentally Deformed and Metamorphosed Amphibolite, in: A. G. Duba, W. B. Durham, J.W.H. and H.F.W. (Ed.), *The Brittle-Ductile Transition in Rocks*. American Geophysical Union. doi:10.1029/GM056p0127
- Hacker, B.R., Abers, G.A., 2004. Subduction Factory 3: An Excel worksheet and macro for calculating the densities, seismic wave speeds, and H<sub>2</sub>O contents of minerals and rocks at pressure and temperature. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems* 5, 1–7. doi:10.1029/2003GC000614
- Hacker, B.R., Ritzwoller, M.H., Xie, J., 2014. Partially melted, mica-bearing crust in central Tibet. *Tectonics* 33, 1408–1424. doi:10.1002/2014TC003545
- Hacker, B.R., Kelemen, P.B., Behn, M.D., 2015a. Continental Lower Crust. *Annual Review of Earth and Planetary Sciences* 43, 167–205. doi:10.1146/annurev-earth-050212-124117
- Hacker, B.R., Kylander-Clark, A.R.C., Holder, R., Andersen, T.B., Peterman, E.M., Walsh, E.O., Munnikhuis, J.K., 2015b. Monazite response to ultrahigh-pressure subduction from U–Pb dating by laser ablation split stream. *Chemical Geology* 409, 28–41. doi:10.1016/j.chemgeo.2015.05.008
- Halfpenny, A., Prior, D.J., Wheeler, J., 2006. Analysis of dynamic recrystallization and nucleation in a quartzite mylonite. *Tectonophysics* 427, 3–14. doi:10.1016/j.tecto.2006.05.016
- Halfpenny, A., Prior, D.J., Wheeler, J., 2012. Electron backscatter diffraction analysis to determine the mechanisms that operated during dynamic recrystallisation of quartz-rich rocks. *Journal of Structural Geology* 36, 2–15. doi:10.1016/j.jsg.2012.01.001
- Hanchar, J.M., Finch, R.J., Hoskin, P.W.O., Watson, E.B., Cherniak, D.J., Mariano, A.N., 2001. Rare earth elements in synthetic zircon: Part 1. Synthesis, and rare earth element and phosphorus doping.

- American Mineralogist 86, 667 LP-680.
- Hanchar, J.M., Westrenen, W. Van, 2007. Rare earth element behavior in zircon–melt systems. *Elements* 3, 37–42.
- Hansen, L.N., Zimmerman, M.E., Kohlstedt, D.L., 2012. The influence of microstructure on deformation of olivine in the grain-boundary sliding regime. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 117, 1–17. doi:10.1029/2012JB009305
- Hansen, L.N., Cheadle, M.J., John, B.E., Swapp, S.M., Dick, H.J.B., Tuelholke, B.E., Tivey, M.A., 2013. Mylonitic deformation at the Kane oceanic core complex: Implications for the rheological behavior of oceanic detachment faults. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems* 14, 3085–3108. doi:10.1002/ggge.20184
- Harley, S.L., 1989. The origins of granulites: a metamorphic perspective, *Geological Magazine*. doi:10.1017/S0016756800022330
- Harlov, D., Tropper, P., Seifert, W., Nijland, T., Förster, H.-J., 2006. Formation of Al-rich titanite (CaTiSiO<sub>4</sub>O – CaAlSiO<sub>4</sub>OH) reaction rims on ilmenite in metamorphic rocks as a function of  $f_{\text{H}_2\text{O}}$  and  $f_{\text{O}_2}$ . *Lithos* 88, 72–84. doi:10.1016/j.lithos.2005.08.005
- Harrison, R.J., 2006. Neutron Diffraction of Magnetic Materials, in: Wenk, H.-R. (Ed.), *Neutrons Scattering in Earth Sciences. Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, Vol. 63. Mineralogical Society of America, pp. 113–143.
- Hawkins, D.P., Bowring, S.A., 1997. U-Pb systematics of monazite and xenotime: case studies from the Paleoproterozoic of the Grand Canyon, Arizona 87–103.
- Hearmon, R.F.S., 1984. The elastic constants of crystals and other anisotropic materials, in: Hellwege, K.H., Hellwege, A.M. (Eds.), *Landolt-Börnstein Tables*, III/18, 1-154. Springer-Verlag, p. 559 pp.
- Heidelbach, F., Kunze, K., Wenk, H., 2000. Texture analysis of a recrystallized quartzite using electron diffraction in the scanning electron microscope. *Journal of Structural Geology* 22, 91–104.
- Heidelbach, F., Terry, M.P., 2013. Inherited fabric in an omphacite symplectite: reconstruction of plastic deformation under ultra-high pressure conditions. *Microscopy and microanalysis: the official journal of Microscopy Society of America, Microbeam Analysis Society, Microscopical Society of Canada* 19, 942–9. doi:10.1017/S1431927613001451
- Heilbronner, R., Bruhn, D., 1998. The influence of three-dimensional grain size distributions on the rheology of polyphase rocks. *Journal of Structural Geology* 20, 695–705. doi:10.1016/S0191-8141(98)00010-8
- Heilbronner, R., Tullis, J., 2002. The effect of static annealing on microstructures and crystallographic preferred orientations of quartzites experimentally deformed in axial compression and shear. *Geological Society of London Special Publications* 200, 191–218. doi:10.1144/GSL.SP.2001.200.01.12
- Helmstaedt, H., Anderson, D.L., Gavasci, A.T., 1972. Petrofabric studies of eclogite, spinel websterite, and spinel-lherzolite xenoliths from kimberlite-breccia pipes in southeastern Utah and northeastern Arizona. *Journal of Geophysical Research* 77, 4350–4365.
- Hermann, J., Rubatto, D., 2003. Relating zircon and monazite domains to garnet growth zones: Age and duration of granulite facies metamorphism in the Val ... Relating zircon and monazite domains to garnet growth zones: age and duration of granulite facies metamorphism. doi:10.1046/j.1525-1314.2003.00484.x
- Herwegh, M., Handy, M.R., Heilbronner, R., 1997. Temperature- and strain-rate-dependent microfabric evolution in monomineralic mylonite: evidence from in situ deformation of norcamphor. *Tectonophysics* 280, 83–106. doi:http://dx.doi.org/10.1016/S0040-1951(97)00139-X
- Heyliger, P., Ledbetter, H., Kim, S., 2003. Elastic constants of natural quartz. *The Journal of the Acoustical Society of America* 114, 644–650. doi:10.1121/1.1593063
- Hielscher, R., Schaeben, H., 2008. A novel pole figure inversion method: Specification of the MTEX algorithm. *Journal of Applied Crystallography* 41, 1024–1037. doi:10.1107/S0021889808030112
- Hielscher, R., Mainprice, D., Schaeben, H., Bachmann, F., Hielscher, R., Schaeben, H., Mainprice, D., Bachmann, F., Hielscher, R., Schaeben, H., 2010. Material behavior: Texture and anisotropy. *Geological Society, London, Special Publications* 160, 63–68. doi:10.1007/978-3-642-54551-1\_33
- Hielscher, R., 2013. Kernel density estimation on the rotation group and its application to crystallographic texture analysis. *Journal of Multivariate Analysis* 119, 119–143. doi:10.1016/j.jmva.2013.03.014
- Higgie, K., Tommasi, A., 2012. Feedbacks between deformation and melt distribution in the crust-mantle transition zone of the Oman ophiolite. *Earth and Planetary Science Letters* 359–360, 61–72. doi:10.1016/j.epsl.2012.10.003
- Higgins, J.B., Ribbe, P.H., 1976. The crystal chemistry and space group of natural and synthetic titanites. *American Mineralogist* 61, 878–888.
- Hill, R., 1952. The elastic behavior of a crystalline aggregate. *Proceedings of the Physical Society A65*, 349–354.
- Hill, R.J., Flack, H.D., 1987. The use of the Durbin-Watson  $d$  statistic in Rietveld analysis. *Journal of Applied Crystallography* 20, 356–361. doi:10.1107/S0021889887086485
- Hill, R.J., Howard, C.J., 1987. Quantitative phase analysis from neutron powder diffraction data using the Rietveld method. *Journal of Applied Crystallography* 20, 467–474. doi:10.1107/S0021889887086199
- Hippertt, J.F.M., 1994. Grain Boundary Microstructures in Micaceous Quartzite: Significance for Fluid

- Movement and Deformation Processes in Low Metamorphic Grade Shear Zones. *The Journal of Geology* 102, 331–348. doi:10.1086/629675
- Hippertt, J., Tohver, E., 1999. On the development of zones of reverse shearing in mylonitic rocks. *Journal of Structural Geology* 21, 1603–1614. doi:10.1016/S0191-8141(99)00107-8
- Hirth, G., Tullis, J., 1992. Dislocation creep regimes in quartz aggregates. *Journal of Structural Geology* 14, 145–159. doi:10.1016/0191-8141(92)90053-Y
- Hirth, G., Kohlstedt, D.L., 1995a. Experimental constraints on the dynamics of the partially molten upper mantle: Deformation in the diffusion creep regime. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 100, 1981–2001. doi:10.1029/94JB02128
- Hirth, G., Kohlstedt, D.L., 1995b. Experimental constraints on the dynamics of the partially molten upper mantle 2. Deformation in the diffusion creep regime. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 100, 15441–15449.
- Hirth, G., Teyssier, C., Dunlap, W.J., 2001. An evaluation of quartzite flow laws based on comparisons between experimentally and naturally deformed rocks. *International Journal of Earth Sciences* 90, 77–87
- Hobbs, B.E., McLaren, A.C., Paterson, M.S., 1972. Plasticity of single crystals of synthetic quartz, in: Heard, H.C., Borg, I.Y., Carter, N.L., Raleigh, C.B. (Eds.), *Flow and Fracture of Rocks*. pp. 29–53.
- Hobbs, B.E., Means, W.D., Williams, P.F., 1976. *An outline of structural geology*. John Wiley & Sons, New York.
- Hobbs, B.E., 1985. The geological significance of microfabric analysis, in: Wenk, H.-R. (Ed.), *Preferred Orientation in Deformed Metals and Rocks: An Introduction to Modern Texture Analysis*. Academic Press, London, pp. 463–484.
- Hodges, K. V., Spear, F.S., 1982. Geothermometry, geobarometry and the Al<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub> triple point at Mt. Moosilauke, New Hampshire. *American Mineralogist* 67, 1118–1134.
- Hodges, K.V., Crowley, P.D., 1985. Error estimation and empirical geothermobarometry for pelitic systems. *American mineralogist* 70, 702–709.
- Hoisch, T.D., 1990. Empirical calibration of six geobarometers for the mineral assemblage quartz+muscovite+biotite+plagioclase+garnet. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 104, 225–234. doi:10.1007/BF00306445
- Hokada, T., Harley, S.L., 2004. Zircon growth in UHT leucosome: constraints from zircon-garnet rare earth elements (REE) relations in Napier Complex, East Antarctica. *Journal of Mineralogical and Petrological Sciences* 99, 180–190. doi:10.2465/jmps.99.180
- Holdaway, A.J.S., 1971. Stability of andalusite and the aluminium silicate phase diagram. *American Journal of Science* 271, 97–131.
- Holder, R.M., Hacker, B.R., Kylander-clark, A.R.C., Cottle, J.M., 2015. Monazite trace-element and isotopic signatures of ( ultra ) high-pressure metamorphism: Examples from the Western Gneiss Region, Norway. *Chemical Geology* 409, 99–111. doi:10.1016/j.chemgeo.2015.04.021
- Holness, M.B., 2006. Melt-solid dihedral angles of common minerals in natural rocks. *Journal of Petrology* 47, 791–800. doi:10.1093/petrology/egi094
- Holness, M.B., Sawyer, E.W., 2008. On the pseudomorphing of melt-filled pores during the crystallization of migmatites. *Journal of Petrology* 49, 1343–1363. doi:10.1093/petrology/egn028
- Holness, M.B., Cesare, B., Sawyer, E.W., 2011. Melted rocks under the microscope: Microstructures and their interpretation. *Elements* 7, 247–252. doi:10.2113/gselements.7.4.247
- Holtzman, B.K., Kohlstedt, D.L., Zimmerman, M.E., Heidelbach, F., Hiraga, T., Hustoft, J.W., 2003. Melt Segregation and Strain Partitioning: Implications for Seismic Anisotropy and Mantle Flow. *Science* 301, 1227–1230. doi:10.1126/science.1087132
- Holtzman, B.K., Kohlstedt, D.L., 2007. Stress-driven melt segregation and strain partitioning in partially molten rocks: Effects of stress and strain. *Journal of Petrology* 48, 2379–2406. doi:10.1093/petrology/egm065
- Horning, R.D., Staudenmann, J.-L., 1988. The Debye-Waller factor for polyatomic solids. Relationships between X-ray and specific-heat Debye temperatures. The Debye-Einstein model. *Acta Crystallographica Section A* 44, 136–142. doi:10.1107/S0108767387009322
- Horst, W., Tagai, T., Korekawa, M., Jagodzinski, H., 1981. Modulated structure of a plagioclase An<sub>52</sub>: Theory and structure determination, in: Brown, W.L. (Ed.), *Feldspars and Feldspathoids: Structures, Properties and Occurrences*. Springer Netherlands, Dordrecht, pp. 95–119. doi:10.1007/978-94-015-6929-3\_3
- Horstwood, M.S.A., Foster, G.L., Parrish, R.R., Noble, S.R., Nowell, G.M., 2003. Common-Pb corrected in situ U–Pb accessory mineral geochronology by LA-MC-ICP-MS. *The Royal Society of Chemistry* 18, 837–846. doi:10.1039/b304365g
- Hoskin, P.W.O., Ireland, T.R., 2000. Rare earth element chemistry of zircon and its use as a provenance indicator. *Geology* 28, 627–630. doi:10.1130/0091-7613(2000)28<627:REECOZ>2.0.CO
- 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. Reviews in Mineralogy and Geochemistry*. Mineralogical Society of America, pp. 27–62.
- Hoskin, P.W.O., 2005. Trace-element composition of hydrothermal zircon and the alteration of Hadean zircon from the Jack Hills, Australia. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 69, 637–648. doi:10.1016/j.gca.2004.07.006

- Howard, C.J., Sabine, T.M., Dickson, F., 1991. Structural and thermal parameters for rutile and anatase. *Acta Crystallographica Section B* 47, 462–468. doi:10.1107/S010876819100335X
- Huang, Z., Zhao, D., Wang, L., 2011. Shear wave anisotropy in the crust, mantle wedge, and subducting Pacific slab under northeast Japan. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems* 12. doi:10.1029/2010GC003343
- Humphreys, F.J., Hatherly, M., 2004. Recrystallization and related annealing phenomena. Elsevier.
- Humphreys, F.J., Bate, P.S., 2006. Measuring the alignment of low-angle boundaries formed during deformation. *Acta Materialia* 54, 817–829. doi:10.1016/j.actamat.2005.10.012
- Ildonse, B., Lardeaux, J.M., Caron, J.M., 1990. The behavior of shape preferred orientations in metamorphic rocks: amphiboles and jadeites from the Monte Mucone area (Sesia-Lanzo zone, Italian Western Alps). *Journal of Structural Geology* 12, 1005–1011. doi:10.1016/0191-8141(90)90096-H
- Imhof, J.I., 1982. Determination of the Orientation Distribution Function From One Pole-figure. *Textures and Microstructures* 5, 73–86. doi:10.1155/TSM.5.73
- Imon, R., Okudaira, T., Fujimoto, A., 2002. Dissolution and precipitation processes in deformed amphibolites: An example from the ductile shear zone of the Ryoke metamorphic belt, SW Japan. *Journal of Metamorphic Geology* 20, 297–308. doi:10.1046/j.1525-1314.2002.00367.x
- Imon, R., Okudaira, T., Kanagawa, K., 2004. Development of shape- and lattice-preferred orientations of amphibole grains during initial cataclastic deformation and subsequent deformation by dissolution-precipitation creep in amphibolites from the Ryoke metamorphic belt, SW Japan. *Journal of Structural Geology* 26, 793–805. doi:10.1016/j.jsg.2003.09.004
- Indares, A., Martignole, J., 1985. Biotite-garnet geothermometry in granulite-facies rocks: evaluation of equilibrium criteria. *Canadian Mineralogist* 23, 187–193.
- Ingrin, J., Doukhan, N., Doukhan, J.C., 1991. High-Temperature Deformation of Diopside Single-Crystal .2. Transmission Electron-Microscopy Investigation Of The Defect Microstructures. *Journal of Geophysical Research-Solid Earth And Planets* 96, 14287–14297. doi:10.1029/91JB01233
- Ingrin, J., Doukhan, N., Doukhan, J.-C., 1992. Dislocation glide systems in diopside single crystals deformed at 800–900°C. *European journal of mineralogy* 4, 1291–1302.
- Isaak, D.G., Ohno, I., Lee, P.C., 2006. The elastic constants of monoclinic single-crystal chrome-diopside to 1,300 K. *Physics and Chemistry of Minerals* 32, 691–699. doi:10.1007/s00269-005-0047-9
- Ishii, K., 1992. Partitioning of non-coaxial & in deforming layered rock masses 210, 33–43.
- Ishii, K., Kanagawa, K., Shigematsu, N., Okudaira, T., 2007. High ductility of K-feldspar and development of granitic banded ultramylonite in the Ryoke metamorphic belt, SW Japan. *Journal of Structural Geology* 29, 1083–1098. doi:10.1016/j.jsg.2007.02.008
- Jackson, J., 2002. Strength of the lithosphere: time to abandon the jelly sandwich? *GSA Today* 2, 1–11. doi:10.1130/1052-5173(2002)012<0004:SOTCLT>2.0.CO;2
- Jackson, S.E., Pearson, N.J., Griffin, W.L., Belousova, E.A., 2004. The application of laser ablation-inductively coupled plasma-mass spectrometry to in situ U-Pb zircon geochronology. *Chemical Geology* 211, 47–69. doi:10.1016/j.chemgeo.2004.06.017
- Jähne, B., 1991. *Digital image processing, concepts, algorithms and scientific applications*. Springer, New York.
- Jenkins, D.M., Hawthorne, F.C., 1995. Synthesis and rietveld refinement of amphibole along the join Ca<sub>2</sub>Mg<sub>5</sub>Si<sub>8</sub>O<sub>22</sub>F<sub>2</sub> - NaCa<sub>2</sub>Mg<sub>4</sub>Ga<sub>3</sub>Si<sub>6</sub>O<sub>22</sub>F<sub>2</sub>. *The Canadian Mineralogist* 33, 13–24.
- Jessell, M.W., 1988. Simulation of fabric development in recrystallizing aggregates, II: example model runs. *Journal of Structural Geology* 10, 779–793.
- Jessell, M.W., Lister, G.S., 1990. A simulation of the temperature dependence of quartz fabrics 353–362.
- Ji, S., Mainprice, D., 1988. Natural deformation fabrics of plagioclase: implications for slip systems and seismic anisotropy. *Tectonophysics* 147, 145–163. doi:10.1016/0040-1951(88)90153-9
- Ji, S., Mainprice, D., 1990. Recrystallization and Fabric Development in Plagioclase. *The Journal of Geology* 98, 65–79. doi:10.1086/629375
- Ji, S., Salisbury, M.H., Hanmer, S., 1993. Petrofabric, P-wave anisotropy and seismic reflectivity of high-grade tectonites. *Tectonophysics* 222, 195–226. doi:10.1016/0040-1951(93)90049-P
- Ji, S., Martignole, J., 1994. Ductility of garnet as an indicator of extremely high temperature deformation. *Journal of Structural Geology* 16, 985–996.
- Ji, S., Zhao, X., Zhao, P., 1994. On the measurement of plagioclase lattice preferred orientations. *Journal of Structural Geology* 16, 1711–1718. doi:10.1016/0191-8141(94)90136-8
- Ji, S., Long, C., Martignole, J., Salisbury, M., 1997. Seismic reflectivity of a finely layered, granulite-facies ductile shear zone in the southern Grenville Province (Quebec). *Tectonophysics* 279, 113–133.
- Ji, S., Wirth, R., Rybacki, E., Jiang, Z., 2000. High-temperature plastic deformation of quartz-plagioclase multilayers by layer-normal compression. *Journal of Geophysical Research* 105, 16651. doi:10.1029/2000JB900130
- Ji, S., Saruwatari, K., Mainprice, D., Wirth, R., Xu, Z., Xia, B., 2003. Microstructures, petrofabrics and seismic properties of ultra high-pressure eclogites from Sulu region, China: Implications for rheology of subducted continental crust and origin of mantle reflections. *Tectonophysics* 370, 49–76. doi:10.1016/S0040-1951(03)00177-X
- Ji, S., Jiang, Z., Rybacki, E., Wirth, R., Prior, D., Xia, B., 2004. Strain softening and microstructural evolution of anorthite aggregates and quartz-anorthite layered composites deformed in torsion.

- Earth and Planetary Science Letters 222, 377–390. doi:10.1016/j.epsl.2004.03.021
- Ji, S., Wang, Q., Marcotte, D., Salisbury, M.H., Xu, Z., 2007. P wave velocities, anisotropy and hysteresis in ultrahigh-pressure metamorphic rocks as a function of confining pressure. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 112, 1–24. doi:10.1029/2006JB004867
- Ji, S., Shao, T., Michibayashi, K., Long, C., Wang, Q., Kondo, Y., Zhao, W., Wang, H., Salisbury, M.H., 2013. A new calibration of seismic velocities, anisotropy, fabrics, and elastic moduli of amphibole-rich rocks. *Journal of Geophysical Research E: Planets* 118, 4699–4728. doi:10.1002/jgrb.50352
- Jiang, F., Speziale, S., Duffy, T.S., 2004. Single-crystal elasticity of grossular- and almandine-rich garnets to 11 GPa by Brillouin scattering. *Journal of Geophysical Research* 109, 1–10. doi:10.1029/2004JB003081
- Jiang, Z., Skrotzki, W., 1996. Microstructure and texture of amphibole from an amphibolite of the KTB main borehole (NE-Bavaria). *Zeitschrift für Geologische Wissenschaften* 24, 657–669.
- Jiang, Z., Prior, D.J., Wheeler, J., 2000. Albite crystallographic preferred orientation and grain misorientation distribution in a low-grade mylonite: Implications for granular flow. *Journal of Structural Geology* 22, 1663–1674. doi:10.1016/S0191-8141(00)00079-1
- Jin, D., Karato, S.I., Obata, M., 1998. Mechanisms of shear localization in the continental lithosphere from the deformation microstructures of peridotites from Ivrea zone, northwestern Italy. *J. Struct. Geol.* 20, 195–209.
- Jin, Z.M., Zhang, J., Green, I.W., Jin, S., 2001. Eclogite rheology: Implication for subducted lithosphere. *Geology* 29, 667–670. doi:10.1130/0091-7613(2001)029<0667:ERIFSL>2.0.CO
- Jin, Z.M., Zhang, J.F., Green, H.W., Jin, S.Y., 2002. Rheological properties of deep subducted oceanic lithosphere and their geodynamic implications. *Science in China Series D-Earth Sciences* 45, 969–977. doi:10.1360/02yd9096
- Jones, T., Nur, A., 1982. Seismic velocity and anisotropy in mylonites and the reflectivity of deep crustal fault zones. *Geology* 10, 260–263. doi:10.1130/0091-7613(1982)10<260:SVAAIM>2.0.CO
- Journal of Structural Geology* 20, 917–935. doi:10.1016/S0191-8141(98)00026-1
- Kaercher, P., Speziale, S., Miyagi, L., Kanitpanyacharoen, W., Wenk, H.R., 2012. Crystallographic preferred orientation in wüstite (FeO) through the cubic-to-rhombohedral phase transition. *Physics and Chemistry of Minerals* 39, 613–626. doi:10.1007/s00269-012-0516-x
- Kaercher, P., Militzer, B., Wenk, H.-R., 2014. Ab initio Calculations of Elastic Constants of Plagioclase feldspars. *American Mineralogist* 99, 2344–2352.
- Kanagawa, K., Shimano, H., Hiroi, Y., 2008. Mylonitic deformation of gabbro in the lower crust: A case study from the Pankenushi gabbro in the Hidaka metamorphic belt of central Hokkaido, Japan. *Journal of Structural Geology* 30, 1150–1166. doi:10.1016/j.jsg.2008.05.007
- Kaneshima, S., 1990. Origin of Crustal Anisotropy: Shear Wave Splitting Studies in Japan. *Earthquake* 95, 121–133.
- Kanitpanyacharoen, W., Wenk, H.-R., Kets, F., Lehr, C., Wirth, R., 2011. Texture and anisotropy analysis of Qusaiba shales. *Geophysical Prospecting* 59, 536–556. doi:10.1111/j.1365-2478.2010.00942.x
- Karato, S., Wang, Z., Liu, B., Fujino, K., 1995. Plastic deformation of garnets: systematics and implications for the rheology of the mantle transition zone. *Earth and Planetary Science Letters* 130, 13–30.
- Karato, S.I., 2008. *Deformation of Earth Materials. An introduction to the Rheology of Solid Earth.* Cambridge. 454 pp.
- Katayama, I., Karato, S.I., Brandon, M., 2005. Evidence of high water content in the deep upper mantle inferred from deformation microstructures. *Geology* 33, 613–616. doi:10.1130/G21332.1
- Katayama, I., Karato, S.I., 2008. Low-temperature, high-stress deformation of olivine under water-saturated conditions. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 168, 125–133. doi:10.1016/j.pepi.2008.05.019
- Kavner, A., 2007. Garnet yield strength at high pressures and implications for upper mantle and transition zone rheology. *Journal of Geophysical Research* 112, 1–9. doi:10.1029/2007JB004931
- Kay, R.W., Kay, S.M., 1981. The Nature of the lower continental crust: inferences from geophysics, surface geology and crustal xenoliths. *Reviews of Geophysics and Space Physics* 19, 271–297.
- Kenkmann, T., 2000. Processes controlling the shrinkage of porphyroclasts in gabbroic shear zones. *Journal of Structural Geology* 22, 471–487. doi:10.1016/S0191-8141(99)00177-7
- Kern, H., Ritche, A., 1981. Temperature derivatives of compressional and shear wave velocities in crustal and mantle rocks at 6 kbar confining pressure. *Journal of Geophysical Research* 49, 47–56.
- Kern, H., Schenk, V., 1985. Elastic wave velocities in rocks from a lower crustal section in southern Calabria (Italy). *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 40, 147–160. doi:10.1016/0031-9201(85)90126-8
- Kern, H., Gao, S., Jin, Z., Popp, T., Jin, S., 1999. Petrophysical studies on rocks from the Dabie ultrahigh-pressure (UHP) metamorphic belt, Central China: implications for the composition and delamination of the lower crust. *Tectonophysics* 301, 191–215. doi:10.1016/S0040-1951(98)00268-6
- Kern, H., Popp, T., Gorbatshevich, A., Zharikov, A., Lobanov, K.V., Smirnov, Yu.P., 2001. Pressure and temperature dependence of Vp and Vs in rocks from the superdeep well and from surface analogues at Kola and the nature of velocity anisotropy. *Tectonophysics* 338, 113–134.
- Kirby, S.H., Kronenberg, A.K., 1984. Deformation of clinopyroxenite: evidence for a transition in flow mechanisms and semibrittle behavior. *Journal of Geophysical Research B-89*, 3177–3192.
- Kitamura, K., 2006. Constraint of lattice-preferred orientation (LPO) on Vp anisotropy of amphibole-rich

- rocks. *Geophysical Journal International* 165, 1058–1065. doi:10.1111/j.1365-246X.2006.02961.x
- Kleinschrodt, R., McGrew, A., 2000. Garnet plasticity in the lower continental crust: implications for deformation mechanisms based on microstructures and SEM-electron channeling pattern analysis. *Journal of Structural Geology* 22, 795–809. doi:10.1016/S0191-8141(00)00010-9
- Kleinschrodt, R., Duyster, J., 2002. HT-deformation of garnet: an EBSD study on granulites from Sri Lanka, India and the Ivrea Zone. *Journal of Structural Geology* 24, 1829–1844.
- Knorr, K., Depmeier, W., 2006. Application of Neutron Powder-Diffraction to Mineral Structures, in: Wenk, H.-R. (Ed.), *Neutrons Scattering in Earth Sciences. Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, Vol. 63. Mineralogical Society of America, pp. 99–111.
- Ko, B., Jung, H., 2015. Crystal preferred orientation of an amphibole experimentally deformed by simple shear. *Nature Communications* 6, 6586. doi:10.1038/ncomms7586
- Kocks, U.F., Tomé, C.N., Wenk, H.R. (Eds.) 2000. *Texture and Anisotropy—Preferred Orientations in Polycrystals and their effects on Materials Properties*. Cambridge University Press, Cambridge.
- Kohlstedt, D.L., Zimmerman, M.E., 1996. Rheology of Partially Molten Mantle Rocks. *Annual Review of Earth and Planetary Sciences* 24, 41–62.
- Kohlstedt, D.L., Holtzman, B.K., 2009. Shearing Melt Out of the Earth: An Experimentalist's Perspective on the Influence of Deformation on Melt Extraction. *Annual Review of Earth and Planetary Sciences* 37, 561–593. doi:10.1146/annurev.earth.031208.100104
- Kohn, M.J., Malloy, M.A., 2004. Formation of monazite via prograde metamorphic reactions among common silicates: Implications for age determinations. *Geochimica et cosmochimica Acta* 68, 101–113. doi:10.1016/S0016-7037(03)00258-8
- Kollé, J.J., Blacic, J.D., 1982. Deformation of single-crystal clinopyroxenes: 1. Dislocation-controlled flow processes in Hedenbergite. *Journal of Geophysical Research* 87, 4019–4034.
- Kollé, J.J., Blacic, J.D., 1983. Deformation of single-crystal clinopyroxenes: 2. Dislocation-controlled flow processes in Hedenbergite. *Journal of Geophysical Research* 88, 2381. doi:10.1029/JB088iB03p02381
- Košler, J., Tubrett, M.N., Sylvester, P.J., 2001. Application of laser ablation ICP-MS to U-Th-Pb dating of monazite. *Geostandards Newsletter-the Journal of Geostandards and Geoanalysis* 25, 375–386. doi:10.1111/j.1751-908X.2001.tb00612.x
- Kovacs, M.P., Gandais, M., 1980. Transmission electron microscope study of experimentally deformed K-feldspar single crystals. *Physics and Chemistry of Minerals* 6, 61–76.
- Kozioł, A.M., Newton, R.C., 1988. Redetermination of the anorthite breakdown reaction and improvement of the plagioclase-garnet-Al<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub>-quartz geobarometer [Erratum to document cited in CA108(16):135085a]. *Am. Mineral.* 73, 1501.
- Kozioł, A.M., 1989. Recalibration of the garnet-plagioclase-Al<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub>-quartz (GASP) geobarometer and applications to natural paragenesis. *EOS* 70, 493.
- Kretz, R., 1983. Symbols for rock-forming minerals. *American Mineralogist* 68, 277–279. doi:10.1016/0016-7037(83)90220-X
- Krieger Lassen, N.C., 1998. Automatic high-precision measurements of the location and width of Kikuchi bands in electron backscatter diffraction patterns. *Journal of Microscopy* 190, 375–391. doi:10.1046/j.1365-2818.1998.00330.x
- Kriegsman, L.M., Hensen, B.J., 1998. Back reaction between restite and melt: Implications for geothermobarometry and pressure-temperature paths. *Geology* 26, 1111–1114. doi:10.1130/0091-7613(1998)026<1111:BRBRAM>2.3.CO
- Kriegsman, L.M., Álvarez-Valero, A.M., 2010. Melt-producing versus melt-consuming reactions in pelitic xenoliths and migmatites. *Lithos* 116, 310–320. doi:10.1016/j.lithos.2009.09.001
- Kruhl, J.H., 1987. Preferred lattice orientations of plagioclase from amphibolite and greenschist facies rocks near the Insubric Line (Western Alps). *Tectonophysics* 135, 233–242. doi:10.1016/0040-1951(87)90164-8
- Kruhl, J.H., 1996. Prism- and basal-plane parallel subgrain boundaries in quartz: a microstructural geothermobarometer. *Journal of Metamorphic Geology* 14, 581–589. doi:10.1046/j.1525-1314.1996.00413.x
- Kruhl, J.H., 1998. Prism- and basis-parallel subgrain boundaries in quartz: a micro-structural geothermobarometer. Reply. *Journal of Metamorphic Geology* 16, 142–146.
- Kruse, R., Stünitz, H., Kunze, K., 2001. Dynamic recrystallization processes in plagioclase porphyroclasts. *Journal of Structural Geology* 23, 1781–1802. doi:10.1016/S0191-8141(01)00030-X
- Kuhs, W.F., Hansen, T.C., 2006. Time-resolved Neutron Diffraction Studies with Emphasis on Water Ices and Gas Hydrates. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry* 63, 171–204. doi:10.2138/rmg.2006.63.8
- Kuijper, R.P., 1979. U-Pb systematic and petrogenetic evolution of infracrustal rocks in the Paleozoic basement of Western Galicia, NW Iberia. *WO Laboratory of Isotope Geology, Amsterdam*.
- Kuijper, R.P., Priem, H.N., Den Tex, E., 1982. Late Archean - Early Proterozoic source ages of zircons in rocks from the Paleozoic orogen of western Galicia, NW Spain. *Precambrian Research* 19, 1–29.
- Kunze, K., Adams, B.L., Wenk, H.R., Heidelbach, F., 1994. Local microstructural investigations in recrystallized quartzite using orientation imaging microscopy, in: *Materials Science Forum*. pp. 1243–1250.
- Kurz, W., Jansen, E., Hundenborn, R., Pleuger, J., Schäfer, W., Unzog, W., 2004. Microstructures and

- crystallographic preferred orientations of omphacite in Alpine eclogites: Implications for the exhumation of (ultra-) high-pressure units. *Journal of Geodynamics* 37, 1–55. doi:10.1016/j.jog.2003.10.001
- Kuusisto, M., Kukkonen, I.T., Heikkinen, P., Pesonen, L.J., 2006. Lithological interpretation of crustal composition in the Fennoscandian Shield with seismic velocity data. *Tectonophysics* 420, 283–299. doi:10.1016/j.tecto.2006.01.014
- Kylander-Clark, A.R.C., Hacker, B.R., Cottle, J.M., 2013. Laser-ablation split-stream ICP petrochronology. *Chemical Geology* 345, 99–112. doi:10.1016/j.chemgeo.2013.02.019
- Lafrance, B., John, B.E., Frost, B.R., 1998. Ultra high-temperature and subsolidus shear zones: examples from the Poe Mountain anorthosite, Wyoming. *Journal of Structural Geology* 20, 945–955. doi:10.1016/S0191-8141(98)00021-2
- Langdon, T.G., 1985a. Dislocations and creep, in: *Dislocations and Properties of Real Materials*. Institute of Metals, London, pp. 221–238.
- Langdon, T.G., 1985b. Regimes of Plastic Deformation, in: Wenk, H.-R. (Ed.), *Preferred Orientation in Deformed Metals and Rocks: An Introduction to Modern Texture Analysis*. Academic Press, London, pp. 219–228.
- Lapworth, T., Wheeler, J., Prior, D.J., 2002. The deformation of plagioclase investigated using electron backscatter diffraction crystallographic preferred orientation data. *Journal of Structural Geology* 24, 387–399. doi:10.1016/S0191-8141(01)00057-8
- Launeau, P., Robin, P.-Y.F., 1996. Fabric analysis using the intercept method. *Tectonophysics* 267, 91–119. doi:10.1016/S0040-1951(96)00091-1
- Law, R., 1990. Crystallographic fabrics: a selective review of their applications to research in structural geology. Geological Society, London, Special Publications 54, 335–352. doi:10.1144/GSL.SP.1990.054.01.30
- Le Bail, A., Durov, H., Fourquet, J., 1988. Ab-initio structural determination of LiSbWO<sub>6</sub> by X-ray powder. *Materials Research Bulletin* 23, 447–452.
- Le Breton, N., Thompson, A.B., 1988. Fluid-absent (dehydration) melting of biotite in metapelites in the early stages of crustal anatexis. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 99, 226–237. doi:10.1007/BF00371463
- Lebensohn, R., Tomé, C., 1994. A self-consistent viscoplastic model: prediction of rolling textures of anisotropic polycrystals. *Materials Science and Engineering* 175, 71–82.
- Lee, V.W., Mackwell, S.J., Brantley, S.L., 1991. The effect of fluid chemistry on wetting textures in novaculite. *Journal of Geophysical Research* 96, 10023. doi:10.1029/91JB00604
- Lenze, A., Stöckhert, B., Wirth, R., 2005. Grain scale deformation in ultra-high-pressure metamorphic rocks - An indicator of rapid phase transformation. *Earth and Planetary Science Letters* 229, 217–230. doi:10.1016/j.epsl.2004.10.012
- Leslie, S.R., Mahan, K.H., Regan, S., Williams, M.L., Dumond, G., 2015. Contrasts in sillimanite deformation in felsic tectonites from anhydrous granulite- and hydrous amphibolite-facies shear zones, western Canadian Shield. *Journal of Structural Geology* 71, 112–124. doi:10.1016/j.jsg.2014.12.002
- Lesnov, F.P., 2013. Consistent patterns of rare earth element distribution in accessory minerals from rocks of mafic-ultramafic complexes. *Central European Journal of Geosciences* 5, 112–173. doi:10.2478/s13533-012-0121-z
- Levine, J.S.F., Mosher, S., Siddoway, C.S., 2013. Relationship between syndeformational partial melting and crustal-scale magmatism and tectonism across the Wet Mountains, central Colorado. *Lithosphere* 5, 456–476. doi:10.1130/L287.1
- Levine, J.S.F., Mosher, S., Rahl, J.M., 2016. The role of subgrain boundaries in partial melting. *Journal of Structural Geology* 89, 181–196. doi:10.1016/j.jsg.2016.06.006
- Liebermann, R.C., Li, B., Weidner, D., 1998. Elasticity at high pressures and temperatures, in: Hemley, R.J. (Ed.), *Ultra-high-Pressure Mineralogy: Physics and Chemistry of the Earth's Deep Interior*. Reviews in Mineralogy Vol. 37. Mineralogical Society of America, pp. 459–492.
- Linnemann, U., Gerdes, A., Hofmann, M., Marko, L., 2014. The Cadomian Orogen: Neoproterozoic to Early Cambrian crustal growth and orogenic zoning along the periphery of the West African Craton-Constraints from U-Pb zircon ages and Hf isotopes (Schwarzburg Antiform, Germany). *Precambrian Research* 244, 236–278. doi:10.1016/j.precamres.2013.08.007
- Lisowski, P.W., Schoenberg, K.F., 2006. The Los Alamos Neutron Science Center. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* 562, 910–914. doi:10.1016/j.nima.2006.02.178
- Lister, G.S., Paterson, M.S., Hobbs, B.E., 1978. Simulation of fabric development during plastic deformation and its application to quartzite: model. *Tectonophysics* 45, 107–158.
- Lister, G.S., Paterson, M.S., 1979. The simulation of fabric development during plastic deformation and its application to quartzite: fabric transitions. *Journal of Structural Geology* 1, 99–115. doi:10.1016/0191-8141(79)90047-6
- Lister, G.S., Hobbs, B.E., 1980. The simulation of fabric development during plastic deformation and its application to quartzite: the influence of deformation history. *Journal of Structural Geology* 2, 355–370. doi:10.1016/0191-8141(80)90023-1
- Lister, G.S., Dornsiepen, U., 1982. Fabric transitions in the Saxony granulite terrain. *Journal of Structural*

- Geology 4, 81–92. doi:10.1016/0191-8141(82)90009-8
- Little, T.A., Hacker, B.R., Brownlee, S.J., Seward, G., 2013. Microstructures and quartz lattice-preferred orientations in the eclogite-bearing migmatitic gneisses of the D'Entrecasteaux Islands, Papua New Guinea. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems* 14, 2030–2062. doi:10.1002/ggge.20132
- Llana-Fúnez, S., Marcos, A., Galán, G., Fernández, F.J., 2004. Tectonic thinning of a crust slice at high pressure and high temperature by ductile-slab breakoff (Cabo Ortegal Complex, northwest Spain ). *Geology* 32, 453–456. doi:10.1130/G20280.1
- Llana-Fúnez, S., Marcos, A., Kunze, K., 2005. Strain geometry in Concepenido eclogites during widespread HP deformation (Cabo Ortegal Complex, NW Spain). *Tectonophysics* 401, 198–216. doi:10.1016/j.tecto.2005.03.007
- Llana-Fúnez, S., Brown, D., 2012. Contribution of crystallographic preferred orientation to seismic anisotropy across a surface analog of the continental Moho at Cabo Ortegal, Spain. *Bulletin of the Geological Society of America* 124, 1495–1513. doi:10.1130/B30568.1
- Lloyd, G.E., 1987. Atomic Number and Crystallographic Contrast Images with the SEM: A Review of Backscattered Electron Techniques. *Mineralogical Magazine* 51, 3–19. doi:10.1180/minmag.1987.051.359.02
- Lloyd, G.E., Law, R.D., Mainprice, D., Wheeler, J., 1992. Microstructural and crystal fabric evolution during shear zone formation. *Journal of Structural Geology* 14, 1079–1100. doi:10.1016/0191-8141(92)90037-W
- Lloyd, G.E., Farmer, A.B., Mainprice, D., 1997. Misorientation analysis and the formation and orientation of subgrain and grain boundaries. *Tectonophysics* 279, 55–78. doi:10.1016/S0040-1951(97)00115-7
- Lloyd, G.E., 2004. Microstructural evolution in a mylonitic quartz simple shear zone: the significant roles of dauphine twinning and misorientation. Geological Society, London, Special Publications 224, 39–61. doi:10.1144/GSL.SP.2004.224.01.04
- Lloyd, G.E., Kendall, J.M., 2005. Petrofabric derived seismic properties of a mylonitic quartz simple shear zone: implications for seismic reflection profiling. Geological Society London Special Publications 240, 75–94. doi:10.1144/GSL.SP.2005.240.01.07
- Lloyd, G.E., Butler, R.W.H., Casey, M., Mainprice, D., 2009. Mica, deformation fabrics and the seismic properties of the continental crust. *Earth and Planetary Science Letters* 288, 320–328. doi:10.1016/j.epsl.2009.09.035
- Lloyd, G.E., Butler, R.W.H., Casey, M., Tatham, D.J., Mainprice, D., 2011a. Constraints on the seismic properties of the middle and lower continental crust. Geological Society, London, Special Publications 360, 7–32. doi:10.1144/SP360.2
- Lloyd, G.E., Halliday, J.M., Butler, R.W.H., Casey, M., Kendall, J.-M., Wookey, J., Mainprice, D., 2011b. From crystal to crustal: petrofabric-derived seismic modelling of regional tectonics. Geological Society, London, Special Publications 360, 49–78. doi: 10.1144/SP360.4
- Lockner, D.A., Morrow, C., Moore, D., Hickman, S., 2011. Low strength of deep San Andreas fault gouge from SAFOD core. *Nature* 472, 82–85. doi:10.1038/nature09927
- Lonardelli, I., Wenk, H.-R., Lutterotti, L., Goodwin, M., 2005. Texture analysis from synchrotron diffraction images with the Rietveld method: dinosaur tendon and salmon scale. *Journal of Synchrotron Radiation* 12, 354–360. doi:10.1107/S090904950500138X
- Losko, A.S., Vogel, S.C., Reiche, H.M., Nakotte, H., 2014. A six-axis robotic sample changer for high-throughput neutron powder diffraction and texture measurements. *Journal of Applied Crystallography* 47, 2109–2112. doi:10.1107/S1600576714021797
- Lu, R., y Keppler, H. 1997. Water solubility in pyrope to 100 kbar. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 129, 35–42.
- Ludwig, K.R., 1998. On the Treatment of Concordant Uranium-Lead Ages. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 62, 665–676. doi:10.1016/S0016-7037(98)00059-3
- Ludwig, K.R., Mundil, R., 2002. Extracting reliable U–Pb ages and errors from complex populations of zircons from Phanerozoic tuffs. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 66, 463.
- Ludwig, K.R., 2012. User's Manual for ISOPLOT version 3.75. A Geochronological Toolkit for Microsoft Excel. Berkeley Geochronology Center.
- Lutterotti, L., Matthies, S., Wenk, H.-R., Schultz, A.S., Richardson, J.W., 1997. Combined texture and structure analysis of deformed limestone from time-of-flight neutron diffraction spectra. *Journal of Applied Physics* 81, 594–600. doi:10.1063/1.364220
- Lutterotti, L., Matthies, S., Wenk, H.R., 1999. MAUD: a friendly Java program for material analysis using diffraction. *IUCr: Newsletter of the CPD* 21.
- Lutterotti, L., Vasin, R., Wenk, H.-R., 2014. Rietveld texture analysis from synchrotron diffraction images. I. Calibration and basic analysis. *Powder Diffraction* 29, 76–84. doi:10.1017/S0885715613001346
- Mahan, K., 2006. Retrograde mica in deep crustal granulites: Implications for crustal seismic anisotropy. *Geophysical Research Letters* 33, 1–6. doi:10.1029/2006GL028130
- Mainprice, D., Bouchez, J.L., Blumenfeld, P., Tubià, J.M., 1986. Dominant c slip in naturally deformed quartz: Implications for dramatic plastic softening at high temperature. *Geology* 14, 819–822. doi:10.1130/0091-7613(1986)14<819:DCSIND>2.0.CO;2
- Mainprice, D., Nicolas, A., 1989. Development of shape and lattice preferred orientations: application to the seismic anisotropy of the lower crust. *Journal of Structural Geology* 11, 175–189. doi:10.1016/0191-8141(89)90042-4

- Mainprice, D., Silver, P.G., 1993. Interpretation of SKS-waves using samples from the subcontinental lithosphere. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 78, 257–280. doi:10.1016/0031-9201(93)90160-B
- Mainprice, D., Humbert, M., 1994. Methods of calculating petrophysical properties from lattice preferred orientation data. *Surveys in Geophysics* 15, 575–592. doi:10.1007/BF00690175
- Mainprice, D., 2000. The estimation of seismic properties of rocks with heterogeneous microstructures using a local cluster model - preliminary results. *Physics and Chemistry of the Earth* 25, 155–161.
- Mainprice, D., Barruol, G., Ben Ismaïl, W., 2000. The seismic anisotropy of the earth's mantle: From single crystal to polycrystal. *Geophysical monograph* 117, 237–264. doi:10.1029/GM117p0237
- Mainprice, D., Bascou, J., Cordier, P., Tommasi, A., 2004. Crystal preferred orientations of garnets: Comparison between numerical simulation and electron back-scattered diffraction (EBSD) measurements in naturally deformed eclogites. *Journal of Structural Geology* 26, 2089–2102. doi:10.1016/j.jsg.2004.04.008
- Mainprice, D., 2007. Seismic Anisotropy of the Deep Earth from a Mineral and Rock Physics Perspective. *Treatise on Geophysics* 2, 437–491. doi:10.1016/B978-044452748-6.00045-6
- Mainprice, D., Hielscher, R., Schaebein, H., 2011. Calculating anisotropic physical properties from texture data using the MTEX open-source package. *Geological Society, London, Special Publications* 360, 175–192. doi:10.1144/SP360.10
- Mainprice, D., Bachmann, F., Hielscher, R., Schaebein, H., 2015. Descriptive tools for the analysis of texture projects with large datasets using MTEX: strength, symmetry and components. *Geological Society, London, Special Publications* 409, 251–271. doi:10.1144/SP409.8
- Maitland, T., Sitzman, S., 2007. Electron Backscatterd Diffraction (EBSD) Technique and Materials Characterization Examples. *Scanning Microscopy for Nanotechnology: Techniques and Applications* 41–76. doi:0387396209
- Mancktelow, N.S., Pennacchioni, G., 2004. The influence of grain boundary fluids on the microstructure of quartz-feldspar mylonites. *Journal of Structural Geology* 26, 47–69. doi:10.1016/S0191-8141(03)00081-6
- Marchildon, N., Brown, M., 2002. Grain-scale melt distribution in two contact aureole rocks: Implications for controls on melt localization and deformation. *Journal of Metamorphic Geology* 20, 381–396. doi:10.1046/j.1525-1314.2002.00376.x
- Mariani, E., Prior, D.J., McNamara, D., Pearce, M.A., Seaton, N., Seward, G., Tatham, D., Wheeler, J., 2008. Electron back-scattered diffraction (EBSD) in the SEM: applications to microstructures in minerals and rocks and recent technological advancements. *Instrumental Techniques Applied to Mineralogy and Geochemistry* 5, 7–19.
- Mariani, E., Prior, D.J., Mcnamara, D., Pearce, M. a, Seaton, N., 2009. Electron backscatter diffraction (EBSD) in the SEM: applications to microstructures in minerals and rocks and recent technological. *Seminarios de la Sociedad Española de Mineralogía* 5.
- Marshall, D., McLaren, A., 1977. Deformation mechanisms in experimentally deformed plagioclase feldspars. *Physics and chemistry of minerals* 370, 351–370. doi:10.1007/BF00308845
- Martelat, J.-E., Schulmann, K., Lardeaux, J.-M., Nicollet, C., Cardon, H., 1999. Granulite microfabrics and deformation mechanisms in southern Madagascar. *Journal of Structural Geology* 21, 671–687. doi:10.1016/S0191-8141(99)00052-8
- Martelat, J.-E., Malamoud, K., Cordier, P., Randrianasolo, B., Schulmann, K., Lardeaux, J.-M., 2012. Garnet crystal plasticity in the continental crust, new example from south Madagascar. *Journal of Metamorphic Geology* 30, 435–452. doi:10.1111/j.1525-1314.2012.00974.x
- Martínez Catalán, J.R., Arenas, R., Díaz García, F., Abati, J., 1999. Allochthonous Units in the Variscan Belt of NW Iberia: Terranes and Accretionary History, in: Sinha, A.K. (Ed.), *Basement Tectonics 13: Proceedings of the Thirteenth International Conference on Basement Tectonics Held in Blacksburg, Virginia, U.S.A., June 1997*. Springer Netherlands, Dordrecht, pp. 65–84. doi:10.1007/978-94-011-4800-9\_5
- Martínez Catalán, J.R., Arenas, R., 2002. Coronitic metagabbros from the Sobrado Unit (Órdenes Complex, NW Iberian Massif). I: Geological setting and mineral assemblages. *Geogaceta* 32, 99–102.
- Martínez Catalán, J.R., Díaz García, F., Arenas, R., Abati, J., Castiñeiras, P., González Cuadra, P., Gómez Barreiro, J., Rubio Pascual, F.J., 2002. Thrust and detachment systems in the Ordenes Complex (northwestern Spain): Implications for the Variscan-Appalachian geodynamics. *Geological Society of America Special Pa*, 163–182.
- Martínez Catalán, J.R., Arenas, R., Abati, J., Sánchez Martínez, S., Díaz García, F., Fernández Suárez, J., González Cuadra, P., Castiñeiras, P., Gómez Barreiro, J., Díez Montes, A., González Clavijo, E., Rubio Pascual, F.J., Andonaegui, P., Jeffries, T.E., Alcock, J.E., Díez Fernández, R., López Carmona, A., 2009. A rootless suture and the loss of the roots of a mountain chain: The Variscan belt of NW Iberia. *Comptes Rendus Geoscience* 341, 114–126. doi:10.1016/j.crte.2008.11.004
- Martínez Catalán, J.R., 2011. Are the oroclines of the Variscan belt related to late Variscan strike-slip tectonics? *Terra Nova* 23, 241–247. doi:10.1111/j.1365-3121.2011.01005.x
- Martínez Catalán, J.R., 2012. The Central Iberian arc, an orocline centered in the Iberian Massif and some implications for the Variscan belt. *International Journal of Earth Sciences* 101, 1299–1314. doi:10.1007/s00531-011-0715-6

- Martínez Poyatos, D., Carbonell, R., Palomeras, I., Simancas, J.F., Ayarza, P., Martí, D., Azor, A., Jabaloy, A., González Cuadra, P., Tejero, R., Martín Parra, L.M., Matas, J., González Lodeiro, F., Pérez-Estaún, A., García Lobón, J.L., Mansilla, L., 2012. Imaging the crustal structure of the Central Iberian Zone (Variscan Belt): The ALCUDIA deep seismic reflection transect. *Tectonics* 31, 1–21. doi:10.1029/2011TC002995
- Martínez Sánchez, S., Arenas, R., Andonaegui, P., Martínez Catalán, J.R., Pearce, J.A., 2007. Geochemistry of two associated ophiolites from the Cabo Ortegal Complex (Variscan belt of NW Spain). *Geological Society of America Memoir* 200, 445–467. doi:10.1130/2007.1200(23).
- Massey, M. a., Prior, D.J., Moecher, D.P., 2011. Microstructure and crystallographic preferred orientation of polycrystalline microgarnet aggregates developed during progressive creep, recovery, and grain boundary sliding. *Journal of Structural Geology* 33, 713–730. doi:10.1016/j.jsg.2010.12.009
- Matsumoto, T., Tokonami, M., Morimoto, N., 1975. The crystal structure of omphacite. *American Mineralogist* 60, 634.
- Matthies, S., Vinel, G.W., 1982. On the Reproduction of the Orientation Distribution Function of Texturized Samples from Reduced Pole Figures Using the Conception of a Conditional Ghost Correction. *physica status solidi (b)* 112, K111–K114. doi:10.1002/pssb.2221120254
- Matthies, S., Wenk, H.R., 1992. Optimization of Texture Measurements by Pole Figure Coverage with Hexagonal Grids. *Physica Status Solidi (a)* 133, 253–257. doi:10.1002/pssa.2211330206
- Matthies, S., Vinel, G.W., 1994. On Some Methodical Developments Concerning Calculations Performed Directly in the Orientation Space. *Materials Science Forum* 157–162, 1641–1646. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.157-162.1641
- Matthies, S., Humbert, M., 1995. On the Principle of a Geometric Mean of Even-Rank Symmetric Tensors for Textured Polycrystals. *Journal of Applied Crystallography* 28, 254–266. doi:10.1107/S0021889894009623
- Matthies, S., Lutterotti, L., Wenk, H.R., 1997. Advances in texture and structure analysis of deformed limestone from time-of-flight neutron diffraction spectra. *Journal of applied Physics* 81, 31–42.
- Matthies, S., Wenk, H.-R., 2009. Transformations for monoclinic crystal symmetry in texture analysis. *Journal of Applied Crystallography* 42, 564–571. doi:10.1107/S0021889809018172
- Mauler, A., Burlini, L., Kunze, K., Philippot, P., Burg, J.-P., 2000. P-Wave Anisotropy in Eclogites and Relationship to the Omphacite Crystallographic Fabric. *Physics and Chemistry of the Earth* 25, 119–126.
- Mauler, A., Godard, G., Kunze, K., 2001. Crystallographic fabrics of omphacite, rutile and quartz in Vendée eclogites (Armorican Massif, France). Consequences for deformation mechanisms and regimes. *Tectonophysics* 342, 81–112. doi:10.1016/S0040-1951(01)00157-3
- McCusker, L., Von Dreele, R., Cox, D., Louër, D., Scardi, P., 1999. Rietveld refinement guidelines. *Journal of Applied Crystallography* 32, 36–50.
- McDonough, W.F., Sun, S. s., 1995. The composition of the Earth. *Chemical Geology* 120, 223–253. doi:10.1016/0009-2541(94)00140-4
- McLaren, S., Reddy, S.M., 2008. Automated mapping of K-feldspar by electron backscatter diffraction and application to <sup>40</sup>Ar/<sup>39</sup>Ar dating. *Journal of Structural Geology* 30, 1229–1241. doi:10.1016/j.jsg.2008.05.008
- McNamara, D.D., Wheeler, J., Pearce, M., Prior, D.J., 2012. Fabrics produced mimetically during static metamorphism in retrogressed eclogites from the Zermatt-Saas zone, Western Italian Alps. *Journal of Structural Geology* 44, 167–178. doi:10.1016/j.jsg.2012.08.006
- Means, W.D., 1983. Application of the Mohr-circle construction to problems of inhomogeneous deformation. *Journal of Structural Geology* 5, 279–286.
- Mecklenburgh, J., Heidelberg, F., Mariani, E., Mackwell, S., Seifert, F., 2010. Rheology and microstructure of (Ca<sub>0.9</sub>Sr<sub>0.1</sub>)TiO<sub>3</sub> perovskite deformed in compression and torsion. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 115, 1–17. doi:10.1029/2009JB006520
- Mehl, L., Hirth, G., 2008. Plagioclase preferred orientation in layered mylonites: Evaluation of flow laws for the lower crust. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 113. doi:10.1029/2007JB005075
- Meissner, R., Rabbel, W., Kern, H., 2006. Seismic lamination and anisotropy of the Lower Continental Crust. *Tectonophysics* 416, 81–99. doi:10.1016/j.tecto.2005.11.013
- Menegon, L., Pennacchioni, G., Spiess, R., 2008. Dissolution-precipitation creep of K-feldspar in mid-crustal granite mylonites. *Journal of Structural Geology* 30, 565–579. doi:10.1016/j.jsg.2008.02.001
- Menegon, L., Piazzolo, S., Pennacchioni, G., 2011a. The effect of Dauphiné twinning on plastic strain in quartz. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 161, 635–652. doi:10.1007/s00410-010-0554-7
- Menegon, L., Nasipuri, P., Stünitz, H., Behrens, H., Ravna, E., 2011b. Dry and strong quartz during deformation of the lower crust in the presence of melt. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 116, 1–23. doi:10.1029/2011JB008371
- Mengel, F., Rivers, T., 1991. Decompression Reactions and P–T Conditions in High-grade Rocks, Northern Labrador: P–T Paths from Individual Samples and Implications for Early Proterozoic Tectonic Evolution. *Journal of Petrology* 32, 139–167. doi:10.1093/petrology/32.1.139
- Mercier, J.C., 1985. Olivine and Pyroxenes, in: Wenk, H.-R. (Ed.), *Orientation in Deformed Metals and Rocks: An Introduction to Modern Texture Analysis*. Academic Press, London, pp. 407–430.
- Miranda, E.A., Hirth, G., John, B.E., 2016. Microstructural evidence for the transition from dislocation creep to dislocation-accommodated grain boundary sliding in naturally deformed plagioclase. *Journal of*

- Structural Geology. doi:10.1016/j.jsg.2016.09.002
- Misra, S., Burlini, L., Burg, J.P., 2009. Strain localization and melt segregation in deforming metapelites. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 177, 173–179. doi:10.1016/j.pepi.2009.08.011
- Misra, S., Burg, J.P., Mainprice, D., 2011. Effect of finite deformation and deformation rate on partial melting and crystallization in metapelites. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 116, 1–9. doi:10.1029/2010JB007865
- Misra, S., Burg, J.-P., Vigneresse, J.-L., Mainprice, D., 2014. Rheological transition during large strain deformation of melting and crystallizing metapelites. *Journal of Geophysical Research* 1–15. doi:10.1002/2013JB010777.Received
- Möller, A., O'Brien, P.J., Kennedy, A., Kröner, A., 2002. Polyphase zircon in ultrahigh-temperature granulites (Rogaland, SW Norway): Constraints for Pb diffusion in zircon. *Journal of Metamorphic Geology* 20, 727–740. doi:10.1046/j.1525-1314.2002.00400.x
- Montagner, J.-P., Kennett, B.L.N., 1996. How to reconcile body-wave and normal-mode reference earth models. *Geophysical Journal International* 125, 229–248. doi:10.1111/j.1365-246X.1996.tb06548.x
- Montardi, Y., Mainprice, D., 1987. A transmission electron microscopic study of the natural plastic deformation of calcic plagioclase (An 68-70). *Bulletin de Mineralogie*.
- Morawiec, A., 2004. Orientations and Rotations: Computations in Crystallographic Textures. Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH, Berlin.
- Morimoto, N., Fabries, J., Ferguson, A.K., Ginzburg, I.V., Ross, M., Seifert, F.A., Zussman, J., Aoki, K., Gottardi, G., 1988. Nomenclature of pyroxenes: subcommittee on Pyroxenes, Commission on New minerals and Mineral Names, International Mineralogical Association, *American Mineralogist*, 1988, vol. 73, 1123-1133.
- Morrison-Smith, D.J., 1976. Transmission electron microscopy of experimentally deformed hornblende. *American Mineralogist* 61, 272–280.
- Morrison-Smith, D.J., Paterson, M.S., Hobbs, B.E., 1976. Electron-microscope study to plastic deformation in single-crystals of synthetic quartz. *Tectonophysics* 33, 43–79.
- Moschetti, M.P., Ritzwoller, M.H., Lin, F., Yang, Y., 2010. Seismic evidence for widespread western-US deep-crustal deformation caused by extension. *Nature* 464, 885–889. doi:10.1038/nature08951
- Mottram, C.M., Warren, C.J., Regis, D., Roberts, N.M.W., Harris, N.B.W., Argles, T.W., Parrish, R.R., 2014. Developing an inverted barrovian sequence; insights from monazite petrochronology. *Earth and Planetary Science Letters* 403, 418–431. doi:10.1016/j.epsl.2014.07.006
- Mulrooney, D., Rivers, T., 2005. Redistribution of the rare-earth elements among coexisting minerals in metamafic rocks across the epidote-out isograd: An example from the St. Anthony Complex, northern Newfoundland, Canada. *Canadian Mineralogist* 43, 263–294. doi:10.2113/gscanmin.43.1.263
- Muralikrishnan, B., Raja, J., 2009. Computational Surface and Roundness Metrology. Springer London.
- Muramoto, M., Michibayashi, K., Ando, J. ichi, Kagi, H., 2011. Rheological contrast between garnet and clinopyroxene in the mantle wedge: An example from Higashi-akaishi peridotite mass, SW Japan. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 184, 14–33. doi:10.1016/j.pepi.2010.10.008
- Muto, J., Hirth, G., Heilbronner, R., Tullis, J., 2011. Plastic anisotropy and fabric evolution in sheared and recrystallized quartz single crystals. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 116, 1–18. doi:10.1029/2010JB007891
- Nakamura, M., Nakajima, K., Inamura, Y., Kikuchi, T., 2010. A New Possibility of Dynamical Study on Solid State Ionic Materials by Inelastic Neutron Scattering. *Atom Indonesia* 3, 116–120.
- Nasdala, L., Zhang, M., Kempe, U., Panczer, G., Gaft, M., Andrut, M., Plötze, M., 2003. Spectroscopic methods applied to zircon, in: Hanchar, J.M., Hoskin, P.W.O. (Eds.), *Zircon. Reviews in Mineralogy and Geochemistry*. Mineralogical Society of America, pp. 427–467.
- Nelson, K.D., Zhao, W., Brown, L.D., Kuo, J., Che, J., Liu, X., Klemperer, S.L., Makovsky, Y., Meissner, R., Mechie, J., Kind, R., Wenzel, F., Ni, J., Nabelek, J., Leshou, C., Tan, H., Wei, W., Jones, a. G., Booker, J., Unsworth, M., Kidd, W.S.F., Hauck, M., Alsdorf, D., Ross, a., Cogan, M., Wu, C., Sandvol, E., Edwards, M., 1996. Partially Molten Middle Crust Beneath Southern Tibet: Synthesis of Project INDEPTH Results. *Science* 274, 1684–1688. doi:10.1126/science.274.5293.1684
- Newton, R.C., Haselton, H.T., 1981. Thermodynamics of the Garnet--Plagioclase--Al<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub>--Quartz Geobarometer, in: Newton, R.C., Navrotsky, A., Wood, B.J. (Eds.), *Thermodynamics of Minerals and Melts*. Springer New York, New York, NY, pp. 131–147. doi:10.1007/978-1-4612-5871-1\_7
- Nicolas, A., 1987. Principles of Rock Deformation. D. Reidel Publishing Company, Dordrecht.
- Nicolas, A., Christensen, N.I., 1987. Formation of anisotropy in upper mantle peridotites: A review. *American Geophysical Union Geodynamics Monograph Series* 16, 111–123. doi:10.1029/GD016
- Nye, F., 1985. Physical Properties of Crystals Their Representation by Tensors and Matrices.
- Olesen, N.Ø., 1987. Plagioclase fabric development in a high-grade shear zone, Jotunheimen, Norway. *Tectonophysics* 142, 291–308. doi:10.1016/0040-1951(87)90128-4
- Olsen, T.S., Kohlstedt, D.L., 1985. Natural deformation and recrystallization of some intermediate plagioclase feldspars. *Tectonophysics* 111, 107–131. doi:10.1016/0040-1951(85)90067-8
- Ordóñez Casado, B., 1998. Geochronological studies of the pre-Mesozoic basement of the Iberian Massif: the Ossa Morena zone and the Allochthonous Complexes within the Central Iberian zone. doi:10.3929/ethz-a-002017279
- Ordóñez Casado, B., Gebauer, D., Schäfer, H.J., Ibaguchi, J.I.G., Peucat, J.J., 2001. A single Devonian

- subduction event for the HP/HT metamorphism of the Cabo Ortegal complex within the Iberian Massif. *Tectonophysics* 332, 359–385. doi:10.1016/S0040-1951(00)00210-9
- Palin, R.M., Searle, M.P., Waters, D.J., Parrish, R.R., Roberts, N.M.W., Horstwood, M.S.A., Yeh, M.W., Chung, S.L., Anh, T.T., 2013. A geochronological and petrological study of anatectic paragneiss and associated granite dykes from the Day Nui Con Voi metamorphic core complex, North Vietnam: Constraints on the timing of metamorphism within the Red River shear zone. *Journal of Metamorphic Geology* 31, 359–387. doi:10.1111/jmg.12025
- Park, Y., Yoo, S.H., Ree, J.H., 2006. Weakening of deforming granitic rocks with layer development at middle crust. *Journal of Structural Geology* 28, 919–928. doi:10.1016/j.jsg.2006.02.005
- Passchier, C.W., Trouw, R.A.J., 2005. *Microtectonics*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin. 366 pp
- Paton, C., Hellstrom, J., Paul, B., Woodhead, J., Hergt, J., 2011. Lolite: Freeware for the visualisation and processing of mass spectrometric data. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry* 26, 2508. doi:10.1039/c1ja10172b
- Pauli, C., Schmid, S.M., Heilbronner, R.P., 1996. Fabric domains in quartz mylonites: Localized three dimensional analysis of microstructure and texture. *Journal of Structural Geology* 18, 1183–1203. doi:10.1016/S0191-8141(96)00017-X
- Pearce, M.A., Wheeler, J., Prior, D.J., 2011. Relative strength of mafic and felsic rocks during amphibolite facies metamorphism and deformation. *Journal of Structural Geology* 33, 662–675. doi:10.1016/j.jsg.2011.01.002
- Pehl, J., Wenk, H.R., 2005. Evidence for regional Dauphiné twinning in quartz from the Santa Rosa mylonite zone in Southern California. A neutron diffraction study. *Journal of Structural Geology* 27, 1741–1749. doi:10.1016/j.jsg.2005.06.008
- Pera, E., Mainprice, D., Burlini, L. 2003. Anisotropic seismic properties of the upper mantle beneath the Torre Alfina area (Northern Apennines, Central Italy). *Tectonophysics* 370, 11-30.
- Perchuk, L.L., Lavrent'eva, I. V., 1983. Experimental Investigation of Exchange Equilibria in the System Cordierite-Garnet-Biotite, in: Saxena, S.K. (Ed.), *Kinetics and Equilibrium in Mineral Reactions*. Springer New York, New York, NY, pp. 199–239. doi:10.1007/978-1-4612-5587-1\_7
- Perchuk, L.L., Aranovich, L.Y., Podlesskii, K.K., Lavrant'eva, I. V., Gerasimov, V.Y., Fedkin, V. V., Kitsul, V.I., P., K.L., Berdnivok, N. V., 1985. Precambrian granulites of the Aldan shield, eastern Siberia, USSR. *Journal of Metamorphic Geology* 3, 265–310. doi:10.1111/j.1525-1314.1985.tb00321.x
- Paternell, M., Hasalová, P., Wilson, C.J.L., Piazzolo, S., Schulmann, K., 2010. Evaluating quartz crystallographic preferred orientations and the role of deformation partitioning using EBSD and fabric analyser techniques. *Journal of Structural Geology* 32, 803–817. doi:10.1016/j.jsg.2010.05.007
- Peters, T.J., Ayers, J.C., Gao, S., Liu, X.M., 2013. The origin and response of zircon in eclogite to metamorphism during the multi-stage evolution of the Huwan Shear Zone, China: Insights from Lu-Hf and U-Pb isotopic and trace element geochemistry. *Gondwana Research* 23, 726–747. doi:10.1016/j.gr.2012.05.008
- Peucat, J.J., Bernardgriffiths, J., Ibaguchi, J.I.G., Dallmeyer, R.D., Menot, R.P., Cornichet, J., Deleon, M.I.P., 1990. Geochemical and Geochronological Cross-Section of the Deep Variscan Crust - the Cabo-Ortegal High-Pressure Nappe (Northwestern Spain). *Tectonophysics* 177, 263–292.
- Peucat, J.J., Capdevila, R., Drareni, A., Mahdjoub, Y., Kahoui, M., 2005. The Eglab massif in the West African Craton (Algeria), an original segment of the Eburnean orogenic belt: Petrology, geochemistry and geochronology. *Precambrian Research* 136, 309–352. doi:10.1016/j.precamres.2004.12.002
- Philippot, P., Van Roermund, H.L.M., 1992. Deformation processes in eclogitic rocks: evidence for the rheological delamination of the oceanic crust in deeper levels of subduction zones. *Journal of Structural Geology* 14, 1059–1077. doi:10.1016/0191-8141(92)90036-V
- Piazzolo, S., Bestmann, M., Prior, D.J., Spiers, C.J., 2006. Temperature dependent grain boundary migration in deformed-then-annealed material: Observations from experimentally deformed synthetic rocksalt. *Tectonophysics* 427, 55–71. doi:10.1016/j.tecto.2006.06.007
- Pigage, L.C., Greenwood, H.J., 1982. Internally consistent estimates of pressure and temperature: The staurolite problem. *American Journal of Science*.
- Platt, J.P., Behrmann, J.H., 1986. Structures and fabrics in a crustal-scale shear zone, Betic Cordillera, SE Spain. *Journal of Structural Geology* 8, 15–33. doi:10.1016/0191-8141(86)90014-3
- Poirier, J.P., Nicolas, A., 1975. Deformation-Induced Recrystallization Due to Progressive Misorientation of Subgrains, with Special Reference to Mantle Peridotites. *The Journal of Geology* 83, 707–720. doi:10.1086/628163
- Poirier, J.P., 1980. Shear localization and shear instability in materials in the ductile field. *Journal of Structural Geology* 2, 135–142. doi:10.1016/0191-8141(80)90043-7
- Poirier, J.P., 1985. *Creep of crystals. High-temperature deformation processes in metals, ceramics and minerals*. Cambridge University Press.
- Pollok, K., Lloyd, G.E., Austrheim, H., Putnis, A., 2008. Complex replacement patterns in garnets from Bergen Arcs eclogites: A combined EBSD and analytical TEM study. *Chemie der Erde - Geochemistry* 68, 177–191. doi:10.1016/j.chemer.2007.12.002
- Popa, N.C., 1998. The (hkl) Dependence of Diffraction-Line Broadening Caused by Strain and Size for all Laue Groups in Rietveld Refinement. *Journal of Applied Crystallography* 31, 176–180.

- doi:10.1107/S0021889897009795
- Popa, N.C., Balzar, D., 2008. Size-broadening anisotropy in whole powder pattern fitting. Application to zinc oxide and interpretation of the apparent crystallites in terms of physical models. *Journal of Applied Crystallography* 41, 615–627. doi:10.1107/S0021889808012223
- Potrel, A., Peucat, J.J., Fanning, C.M., 1998. Archean crustal evolution of the West African Craton: example of the Amsaga Area (Reguibat Rise). U-Pb and Sm-Nd evidence for crustal growth and recycling. *Precambrian Research* 90, 107–117. doi:10.1016/S0301-9268(98)00044-8
- Prior, D.J., Trimby, P.W., Weber, U.D., Dingley, D.J., 1996. Orientation contrast imaging of microstructures in rocks using foreshooter detectors in the scanning electron microscope. *Mineralogical Magazine* 60, 859–869. doi:10.1180/minmag.1996.060.403.01
- Prior, D.J., Wheeler, J., 1999. Feldspar fabrics in a greenschist facies albite-rich mylonite from electron backscatter diffraction. *Tectonophysics* 303, 29–49. doi:10.1016/S0040-1951(98)00257-1
- Prior, D.J., Boyle, A.P., Brenker, F., Cheadle, M.C., Day, A., Lopez, G., Peruzzo, L., Potts, G.J., Reddy, S., Spiess, R., Timms, N.E., 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. doi:10.2138/am-1999-11-1204
- Prior, D.J., Wheeler, J., Brenker, F.E., Harte, B., Matthews, M., 2000. Crystal plasticity of natural garnet: New microstructural evidence. *Geology* 28, 1003–1006. doi:10.1130/0091-7613(2000)28<1003:CPONGN>2.0.CO
- Prior, D.J., Wheeler, J., Peruzzo, L., Spiess, R., Storey, C., 2002. Some garnet microstructures: an illustration of the potential of orientation maps and misorientation analysis in microstructural studies. *Journal of Structural Geology* 24, 999–1011. doi:10.1016/S0191-8141(01)00087-6
- Prior, D.J., Mariani, E., Wheeler, J., 2009. EBSD in the Earth Sciences: Applications, Common Practice, and Challenges, in: Schwartz, A.J., Kumar, M., Adams, B.L., Field, D.P. (Eds.), *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. Springer US, Boston, MA, pp. 345–360. doi:10.1007/978-0-387-88136-2\_26
- Pryer, L.L., 1993. Microstructures in feldspars from a major crustal thrust zone: the Grenville Front, Ontario, Canada. *Journal of Structural Geology* 15, 21–36.
- Puelles, P., Ábalos, B., Gil Ibarra, J.I., 2009. Transposed high-pressure granulite fabrics (Cabo Ortegal, NW Spain): Implications on the scales of deformation localization. *Journal of Structural Geology* 31, 776–790. doi:10.1016/j.jsg.2009.05.001
- Raimbourg, H., Toyoshima, T., Harima, Y., Kimura, G., 2008. Grain-size reduction mechanisms and rheological consequences in high-temperature gabbro mylonites of Hidaka, Japan. *Earth and Planetary Science Letters* 267, 637–653. doi:10.1016/j.epsl.2007.12.012
- Raj, R., Ashby, M.F., 1971. On grain boundary sliding and diffusional creep. *Metallurgical Transactions* 2, 1113–1127. doi:10.1007/BF02664244
- Raleigh, C.B., Talbot, J.L., 1967. Mechanical twinning in naturally and experimentally deformed diopside. *American Journal of Science* 265, 151–165.
- Ramsay, J.G., 1980. Shear zone geometry: A review. *Journal of Structural Geology* 2, 83–99. doi:10.1016/0191-8141(80)90038-3
- Randle, V., 1992. *Microtexture determination and its applications*. The Institute of Materials(UK), 1992, 174.
- Raterron, P., Jaoul, O., 1991. High-temperature deformation of diopside single crystal: 1. Mechanical data. *Journal of Geophysical Research* 96, 14277. doi:10.1029/91JB01205
- Raterron, P., Doukhan, N., Jaoul, O., Doukhan, J.C., 1994. High temperature deformation of diopside IV: predominance of {110} glide above 1000°C. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 82, 209–222. doi:10.1016/0031-9201(94)90073-6
- Redfern, S.A.T., 2006. Neutron Powder Diffraction Studies of Order-Disorder Phase Transitions and Kinetics, in: Wenk, H.-R. (Ed.), *Neutrons Scattering in Earth Sciences*. Reviews in Mineralogy and Geochemistry, Vol. 63. Mineralogical Society of America, pp. 145–170.
- Reed, S.J., 2005. *Electron Microprobe Analysis and Scanning Electron Microscopy in Geology*. Cambridge University Press.
- Reiche, H., 2012. *Advanced sample environments for in situ neutron diffraction studies of nuclear materials*. New Mexico State University.
- Reid, M., Hart, S., Padovani, E., Wandless, G., 1989. Contribution of metapelitic sediments to the composition, heat production, and seismic velocity of the lower crust of southern New Mexico, U.S.A. *Earth and planetary ...* 95, 367–381.
- Reuss, A., 1929. Berechnung der Fließgrenze von Mischkristallen auf Grund der Plastizitätsbedingung fuer Einkristalle. *Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik* 9, 49–58.
- Rey, P.F., Fountain, D.M., Clement, W.P., 1994. P wave velocity across a noncoaxial ductile shear zone and its associated strain gradient: consequences for upper crustal reflectivity. *Journal of Geophysical Research* 99, 4533–4548. doi:10.1029/93JB03105
- Ribbe, P.H., 1980. Titanite. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry* 5, 137 LP-154.
- Ribeiro, A., Pereira, E. & Dias, R. 1990. Central-Iberian Zone. Allochthonous Sequences. Structure in the Northwest of the Iberian Peninsula. In: Dallmeyer, R. D. y Martínez García, E. (eds) *Pre-Mesozoic Geology of Iberia*. Springer, Berlin, 220–236.
- Rietveld, H., 1969. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *Journal of Applied*

- Crystallography 2, 65–71.
- Robin, P.Y.F., Craig, J.E., 1986. Computerized density contouring and statistical evaluation of orientation data using counting circles and continuous weighting functions. *Tectonophysics* 121, 207–223. doi:10.1016/0040-1951(86)90044-2
- Rodríguez, J., Cosca, M.A., Gil Ibarra, J.I., Dallmeyer, R.D., 2003. Strain partitioning and preservation of <sup>40</sup>Ar/<sup>39</sup>Ar ages during Variscan exhumation of a subducted crust (Malpica-Tui complex, NW Spain). *Lithos* 70, 111–139. doi:10.1016/S0024-4937(03)00095-1
- Rooney, T.P., Riecker, R.E., Ross, M., 1970. Deformation twins in hornblende. *Science* 169, 173–175.
- Rooney, T.P., Riecker, R.E., Gavasci, A.T., 1975. Hornblende deformation features. *Geology* 3, 364–366.
- Rosenberg, C.L., Handy, M.R., 2000. Syntectonic melt pathways during simple shearing of a partially molten rock analogue (Norcamphor-Benzamide). *Journal of Geophysical Research* 105, 3135–3149.
- Rosenberg, C.L., Riller, U., 2000. Partial-melt topology in statically and dynamically recrystallized granite. *Geology* 28, 7–10. doi:10.1130/0091-7613(2000)28<7:PTISAD>2.0.CO;2
- Rosenberg, C.L., 2001. Deformation of partially molten granite: A review and comparison of experimental and natural case studies. *International Journal of Earth Sciences* 90, 60–76. doi:10.1007/s005310000164
- Rosenberg, C.L., Handy, M.R., 2001. Mechanisms and orientation of melt segregation paths during pure shearing of a partially molten rock analog (norcamphor-benzamide). *Journal of Structural Geology* 23, 1917–1932. doi:10.1016/S0191-8141(01)00037-2
- Rosenberg, C., Stünitz, H., 2003. Deformation and recrystallization of plagioclase along a temperature gradient: an example from the Bergell tonalite. *Journal of Structural Geology* 25, 389–408.
- Rosenberg, C.L., Handy, M.R., 2005. Experimental deformation of partially melted granite revisited: implications for the continental crust. *Journal of Metamorphic Geology* 23, 19–28. doi:10.1111/j.1525-1314.2005.00555.x
- Rosenberg, C.L., Medvedev, S., Handy, M.R., 2007. Effects of Melting on Faulting and Continental Deformation. Dahlem Workshop Report 95. Tectonic faults—agents of change on a dynamic Earth 357–401.
- Ross, J.V., 1973. Mylonitic rocks and flattened garnets in the southern Okanagan of British Columbia. *Canadian Journal of Earth Sciences* 10, 1–17.
- Rossman, G.R., y Aines, R.D. 1991. The hydrous components in garnets: grossular-hydrogrossular. *American Mineralogist* 76, 1153–1164.
- Rubatto, D., Hermann, J., 2001. Exhumation as fast as subduction? *Geology* 29, 3–6.
- Rubatto, D., 2002. Zircon trace element geochemistry: distribution coefficients and the link between U-Pb ages and metamorphism. Zircon trace element geochemistry: partitioning with garnet and the link between U – Pb ages and metamorphism. *Chemical Geology* 184, 123–138.
- Rubatto, D., Hermann, R.G., Buick, I.S., 2006. Temperature and Bulk Composition Control on the Growth of Monazite and Zircon During Low-pressure Anatexis (Mount Stafford, Central Australia). *Journal of Petrology* 47, 1973–1996. doi:10.1093/petrology/egl033
- Rubatto, D., Hermann, J., Berger, A., Engi, M., 2009. Protracted fluid-induced melting during Barrovian metamorphism in the Central Alps. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 158, 703–722. doi:10.1007/s00410-009-0406-5
- Rubatto, D., Chakraborty, S., Dasgupta, S., 2013. Timescales of crustal melting in the Higher Himalayan Crystallines (Sikkim, Eastern Himalaya) inferred from trace element-constrained monazite and zircon chronology. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 165, 349–372. doi:10.1007/s00410-012-0812-y
- Rudnick, R.L., Taylor, S. R., 1987. The composition and petrogenesis of the lower crust: A xenolith study. *Journal of Geophysical Research* 92, 13981–14005. doi:10.1029/JB092iB13p13981.
- Rudnick, R.L., Fountain, D., 1995. Nature and composition of the continental crust: A lower crustal perspective. *Reviews of Geophysics* 267–309.
- Rudnick, R.L., Gao, S., 2003. Composition of the Continental Crust, *Treatise on Geochemistry: Second Edition*. doi:10.1016/B978-0-08-095975-7.00301-6
- Rutter, E.H., Brodie, K.H., Irving, D.H., 2006. Flow of synthetic, wet, partially molten “granite” under undrained conditions: An experimental study. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 111, 1–17. doi:10.1029/2005JB004257
- Sabine, T., 1985. Extinction in polycrystalline materials. *Australian journal of physics* 38, 507.
- Sacerdoti, M., Labernardiere, H., Gandais, M., 1980. Transmission electron microscope (TEM) study of geologically deformed potassic feldspars. *Bulletin de Mineralogierologie* 103, 148–155.
- Salzmann, C.G., Radaelli, P.G., Hallbrucker, A., Mayer, E., Finney, J.L., 2006. The Preparation and Structures of Hydrogen Ordered Phases of Ice. *Science* 311, 1757–1760.
- Santos Zalduegui, J.F., Schärer, U., Gil Ibarra, J.I., 1995. Isotope constraints on the age and origin of magmatism and metamorphism in the Malpica-Tuy allochthon, Galicia, NW Spain. *Chemical Geology* 121, 91–103. doi:10.1016/0009-2541(94)00123-P
- Santos Zalduegui, J.F., Schärer, U., Gil Ibarra, J.I., Girardeau, J., 1996. Origin and evolution of the Paleozoic Cabo Ortegal ultramafic-mafic complex (NW Spain): U-Pb, Rb-Sr and Pb-Pb isotope data. *Chemical Geology* 129, 281–304. doi:10.1016/0009-2541(95)00144-1
- Santos Zalduegui, J.F., Scharer, U., Gil Ibarra, J.I., Girardeau, J., 2002. Genesis of Pyroxenite-rich

- Peridotite at Cabo Ortegal (NW Spain): Geochemical and Pb-Sr-Nd Isotope Data. *J. Petrol.* 43, 17–43. doi:10.1093/petrology/43.1.17
- Sawyer, E.W., 2001. Melt segregation in the continental crust: Distribution and movement of melt in anatectic rocks. *Journal of Metamorphic Geology* 19, 291–309. doi:10.1046/j.0263-4929.2000.00312.x
- Sawyer, E.W., 2010. Migmatites formed by water-fluxed partial melting of a leucogranodiorite protolith: Microstructures in the residual rocks and source of the fluid. *Lithos* 116, 273–286. doi:10.1016/j.lithos.2009.07.003
- Scandale, E., Gandais, M., Willaime, C., 1983. Transmission Electron Microscopic Study of Experimentally Deformed K-Feldspar Single Crystals. *Physics and Chemistry of Minerals* 63, 125–134.
- Schaeben, H., 1991. Entropy optimization in quantitative texture analysis. II. Application to pole-to-orientation density inversion. *Journal of Applied Physics* 69, 1320–1329. doi:10.1063/1.347267
- Schaltegger, U., Fanning, C.M., Günter, D., Maurin, J.C., Schulmann, K., Gebauer, D., 1999. Growth, annealing and recrystallization of zircon and preservation of monazite in high-grade metamorphism: conventional and in-situ U-Pb isotope, cathodoluminescence and microchemical evidence. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 134, 186–201.
- Schindelin, J., Arganda-Carreras, I., Frise, E., Kaynig, V., Longair, M., Pietzsch, T., Preibisch, S., Rueden, C., Saalfeld, S., Schmid, B., Tinevez, J.-Y., White, D.J., Hartenstein, V., Eliceiri, K., Tomancak, P., Cardona, A., 2012. Fiji: an open-source platform for biological-image analysis. *Nature Methods* 9, 676–682. doi:10.1038/nmeth.2019
- Schmid, S.M., Casey, M., Starkey, J., 1981. An illustration of the advantages of a complete texture analysis described by the orientation distribution function (ODF) using quartz pole figure data. *Tectonophysics* 78, 101–117. doi:10.1016/0040-1951(81)90009-3
- 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. American Geophysical Union, pp. 263–286.
- Schmid, S.M., 1994. Textures of geological materials: computer model predictions versus empirical interpretations based on rock deformation experiments and field studies, in: Bunge, H. J.; Siegesmund, S.; Skrotzki, W.; Weber, K. (Ed.), *Textures of Geological Materials*. DGM Informationsgesellschaft Verlag, pp. 279–301.
- Schmidt, M.W., Vielzeuf, D., Auzanneau, E., 2004. Melting and dissolution of subducting crust at high pressures: The key role of white mica. *Earth and Planetary Science Letters* 228, 65–84. doi:10.1016/j.epsl.2004.09.020
- Schofield, D.I., Horstwood, M.S.A., Pitfield, P.E.J., Gillespie, M., Darbyshire, F., O'Connor, E.A., Abdouloye, T.B., 2012. U-Pb dating and Sm-Nd isotopic analysis of granitic rocks from the Tiris Complex: New constraints on key events in the evolution of the Reguibat Shield, Mauritania. *Precambrian Research* 204–205, 1–11. doi:10.1016/j.precamres.2011.12.008
- Schulmann, K., Mlcoch, B., Melka, R., 1996. High-temperature microstructures and rheology of deformed granite, Erzgebirge, Bohemian Massif. *Journal of Structural Geology* 18, 719–733.
- Schulmann, K., Edel, J.B., Hasalová, P., Cosgrove, J., Ježek, J., Lexa, O., 2009. Influence of melt induced mechanical anisotropy on the magnetic fabrics and rheology of deforming migmatites, Central Vosges, France. *Journal of Structural Geology* 31, 1223–1237. doi:10.1016/j.jsg.2009.07.004
- Schwarzer, R.A., 1997. Automated crystal lattice orientation mapping using a computer-controlled sem. *Micron* 28, 249–265. doi:10.1016/S0968-4328(97)00010-3
- Searle, M., 2013. Crustal melting, ductile flow, and deformation in mountain belts: Cause and effect relationships. *Lithosphere* 5, 547–554. doi:10.1130/RF.L006.1
- Shapiro, N.M., Ritzwoller, M.H., Molnar, P., Levin, V., 2004. Thinning and flow of Tibetan crust constrained by seismic anisotropy. *Science* 305, 233–236. doi:10.1126/science.1098276
- Shelley, D., 1971. The origin of cross-giraffe fabrics of quartz. *Tectonophysics* 11, 61–68.
- Shelley, D., 1994. Spider texture and amphibole preferred orientations. *Journal of Structural Geology* 16, 709–717. doi:10.1016/0191-8141(94)90120-1
- Sheriff, R.E., 1975. Factors Affecting Seismic Amplitudes. *Geophysical Prospecting* 23, 125–138. doi:10.1111/j.1365-2478.1975.tb00685.x
- Sheriff, R.E., Geldart, L.P., 1995. *Exploration Seismology*, 2nd ed. Cambridge University Press, Cambridge. doi:10.1017/CBO9781139168359
- Shigematsu, N., Prior, D.J., Wheeler, J., 2006. First combined electron backscatter diffraction and transmission electron microscopy study of grain boundary structure of deformed quartzite. *Journal of Microscopy* 224, 306–321. doi:10.1111/j.1365-2818.2006.01697.x
- Siegesmund, S., Takeshita, T., Kern, H., 1989. Anisotropy of Vp and Vs in an amphibolite of the deeper crust and its relationship to the mineralogical, microstructural and textural characteristics of the rock. *Tectonophysics* 157, 25–38. doi:10.1016/0040-1951(89)90338-7
- Siegesmund, S., Kern, H., 1990. Velocity anisotropy and shear-wave splitting in rocks from the mylonite belt along the Insubric Line (Ivrea Zone, Italy). *Earth and Planetary Science Letters* 99, 29–47. doi:10.1016/0012-821X(90)90068-9
- Siegesmund, S., Helming, K., Kruse, R., 1994. Complete texture analysis of a deformed amphibolite: comparison between neutron diffraction and U-stage data. *Journal of Structural Geology* 16, 131–142. doi:10.1016/0191-8141(94)90024-8

- Silver, P.G., 1996. Seismic anisotropy beneath the continents: Probing the Depths of Geology. *Annual Review of Earth and Planetary Sciences* 24, 385–432. doi:10.1146/annurev.earth.24.1.385
- Skrotzki, W., 1992. Defect structures and deformation mechanisms in naturally deformed hornblende. *Physica Status Solidi (a)* 131, 605–624.
- Skrotzki, W., 1994. Mechanisms of texture development in rocks, in: Bunge HJ, Siegesmund S, Skrotzki W, W.K. (Ed.), *Textures of Geological Materials*. DGM Informationsges, Oberursel, pp. 167–186.
- Snyder, R.L., Fiala, J., Bunge, H.J., 1999. *Defect and Microstructure Analysis by Diffraction*, IUCr monographs on crystallography vol. 10. Oxford University Press.
- Spear, F.S., 1981. An experimental study of hornblende stability and compositional variability in amphibolite. *American Journal of Science*. doi:10.2475/ajs.281.6.697
- Spear, F.S., Pyle, J.M., 2002. Apatite, Monazite, and Xenotime in Metamorphic Rocks, in: Kohn, M.J., Rakovan, J., Hughes, J.M. (Eds.), *Phosphates: Geochemical, Geobiological, and Materials Importance*. Reviews in Mineralogy and Geochemistry. doi:10.2138/rmg.2002.48.7
- Speer, J.A., Gibbs, G. V., 1976. The crystal structure of synthetic titanite,  $\text{CaTiOSiO}_4$ , and the domain textures of natural titanites. *American Mineralogist* 61, 238–247.
- Speer, J.A., 1980. Zircon. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry* 5, 67 LP-112.
- Spencer, K.J., Hacker, B.R., Kylander-clark, A.R.C., Andersen, T.B., Cottle, J.M., Stearns, M.A., Poletti, J.E., Seward, G.G.E., 2013. Campaign-style titanite U – Pb dating by laser-ablation ICP: Implications for crustal flow, phase transformations and titanite closure. *Chemical Geology* 341, 84–101. doi:10.1016/j.chemgeo.2012.11.012
- Spiess, R., Peruzzo, L., Prior, D.J., Wheeler, J., 2001. Development of garnet porphyroblasts by multiple nucleation, coalescence and boundary misorientation-driven rotations. *Journal of Metamorphic Geology* 19, 269–290. doi:10.1046/j.0263-4929.2000.00311.x
- Stearns, M.A., Hacker, B.R., Ratschbacher, L., Rutte, D., Kylander-clark, A.R.C., 2015. Titanite petrochronology of the Pamir gneiss domes: Implications for middle to deep crust exhumation and titanite closure to Pb and Zr diffusion. *Tectonics* 34, 784–802. doi:10.1002/2014TC003774. Received
- Stearns, M.A., Cottle, J.M., Hacker, B.R., Kylander-Clark, A.R.C., 2016. Extracting thermal histories from the near-rim zoning in titanite using coupled U-Pb and trace-element depth profiles by single-shot laser-ablation split stream (SS-LASS) ICP-MS. *Chemical Geology* 422, 13–24. doi:10.1016/j.chemgeo.2015.12.011
- Stipp, M., Stünitz, H., Heilbronner, R., Schmid, S.M., 2002a. The eastern Tonale fault zone: a “natural laboratory” for crystal plastic deformation of quartz over a temperature range from 250 to 700°C. *Journal of Structural Geology* 24, 1861–1884.
- Stipp, M., Stünitz, H., Heilbronner, R., Schmid, S., 2002b. Dynamic recrystallization of quartz: correlation between natural and experimental conditions. In: De Meer, S., Drury, M.R., De Bresser, J.H.P., Pennock, G.M. (Eds.), *Deformation Mechanisms, Rheology and Tectonics: Current Status and Future Perspectives*, Geological Society of London, Special Publications, vol. 200, 171–190.
- Stipska, P., Powell, R., Hacker, B.R., Holder, R., 2016. Uncoupled U/Pb and REE response in zircon during the transformation of eclogite to mafic and intermediate granulite (Blansky les, Bohemian Massif). *Journal of Meta* 34, 551–572. doi:10.1111/jmg.12193
- Stixrude, L., 2000. Elasticity of Mantle Phases at High Pressure and Temperature, in: Karato, S.I.; Forte, A.M.; Liebermann, R.C.; Masters, G.; Stixrude, L. (Ed.), *Earth’s Deep Interior: Mineral Physics and Tomography from Atomic to Global Scale*. American Geophysical Union, pp. 201–213.
- Stokes, M.R., Wintsch, R.P., Southworth, C.S., 2012. Deformation of amphibolites via dissolution-precipitation creep in the middle and lower crust. *Journal of Metamorphic Geology* 30, 723–737. doi:10.1111/j.1525-1314.2012.00989.x
- Storey, C.D., Prior, D.J., 2005. Plastic deformation and recrystallization of garnet: A mechanism to facilitate diffusion creep. *Journal of Petrology* 46, 2593–2613. doi:10.1093/petrology/egi067
- Storey, C.D., Smith, M.P., Jeffries, T.E., 2007. In situ LA-ICP-MS U – Pb dating of metavolcanics of Norrbotten, Sweden: Records of extended geological histories in complex titanite grains. *Chemical Geology* 240, 163–181. doi:10.1016/j.chemgeo.2007.02.004
- Stübner, K., Grujic, D., Parrish, R.R., Roberts, N.M.W., Kronz, A., Wooden, J., Ahmad, T., 2014. Lithos Monazite geochronology unravels the timing of crustal thickening in NW Himalaya. *LITHOS* 210–211, 111–128. doi:10.1016/j.lithos.2014.09.024
- Stünitz, H., Fitz Gerald, J., Tullis, J., 2003. Dislocation generation, slip systems, and dynamic recrystallization in experimentally deformed plagioclase single crystals. *Tectonophysics* 372, 215–233. doi:10.1016/S0040-1951(03)00241-5
- Stüwe, K., 1997. Effective bulk composition changes due to cooling: a model predicting complexities in retrograde reaction textures. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 129, 43–52. doi:10.1007/s004100050322
- Svahnberg, H., Piazzolo, S., 2010. The initiation of strain localisation in plagioclase-rich rocks: Insights from detailed microstructural analyses. *Journal of Structural Geology* 32, 1404–1416. doi:10.1016/j.jsg.2010.06.011
- Takei, Y., Holtzman, B.K., 2009. Viscous constitutive relations of solid-liquid composites in terms of grain boundary contiguity: 2. Compositional model for small melt fractions. *Journal of Geophysical Research* 114, B06206. doi:10.1029/2008JB005851

- Takeshita, T., Hara, I., 1998. C-Axis Fabrics and Microstructures in a Recrystallized Quartz Vein Deformed Under Fluid-Rich Greenschist Conditions. *Journal of Structural Geology* 20, 417–431. doi:10.1016/S0191-8141(97)00108-9
- Takeshita, T., Wenk, H.-R., Lebensohn, R., 1999. Development of preferred orientation and microstructure in sheared quartzite: comparison of natural data and simulated results. *Tectonophysics* 312, 133–155. doi:10.1016/S0040-1951(99)00173-0
- Tatham, D.J., Lloyd, G.E., Butler, R.W.H., Casey, M., 2008. Amphibole and lower crustal seismic properties. *Earth and Planetary Science Letters* 267, 118–128. doi:10.1016/j.epsl.2007.11.042
- Taylor, G., 1934. The mechanism of plastic deformation of crystals. part I. Theoretical. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character* 362–387. doi:10.1098/rspa.1933.0054
- Taylor, G., 1938. Plastic Strain in Metals. *Journal of the Institute of Metals* 62.
- Tera, F., Wasserburg, G.J., 1972. U-Th-Pb systematics in three Apollo 14 basalts and the problem of initial Pb in lunar rocks. *Earth and Planetary Science Letters* 14, 281–304. doi:10.1016/0012-821X(72)90128-8
- Terry, M.P., Hamilton, M.A., 2000. Monazite geochronology of UHP and HP metamorphism, deformation, and exhumation, Nordoyane ... doi:10.2138/am-2000-11-1208
- Thomas, S.M., Wilson, K., Koch-Müller, M., Hauri, E.H., McCammon, C., Jacobsen, S.D., Lazarz, J., Rhede, D., Ren, M., Blair, N., Lenz, S., 2015. Quantification of water in majoritic garnet. *American Mineralogist* 100, 1084–1092.
- Thompson, A.B., 1976. Mineral reactions in pelitic rocks, I. Predictions of P-T-X (Fe-Mg) phase relations. II Calculation of some P-T-X (Fe-Mg) phase relations. *American Journal of Science*. doi:10.2475/ajs.276.4.425
- Thompson, J.B., 1982. Composition space: An algebraic and geometric approach, in: Ferry, J. (Ed.), *Characterization of Metamorphism through Mineral Equilibria. Reviews in Mineralogy* vol.10. Mineralogical Society of America, pp. 1–32.
- Tilmann, F., Ni, J., INDEPTH III Seismic Team, 2003. Seismic imaging of the Indian continental lithosphere. *Science* 300, 1424–1427. doi:10.1029/2001JB000329
- Toby, B.H., 2006. R factors in Rietveld analysis: How good is good enough? *Powder Diffraction* 21, 67–70. doi:10.1154/1.2179804
- Tomascak, P.B., Krogstad, E.J., Walker, R.J., 1996. U-Pb Monazite Geochronology of Granitic Rocks from Maine: Implications for Late Paleozoic Tectonics in the Northern Appalachians. *The Journal of Geology* 104, 185–195.
- Tommasi, A., Mainprice, D., Canoval, G., Chastel, Y., 2000. Viscoplastic self-consistent and equilibrium-based modeling of olivine lattice preferred orientations: Implications for the upper mantle seismic anisotropy. *Journal of Geophysical Research* 105, 7893–7908.
- Toy, V.G., Prior, D.J., Norris, R.J., 2008. Quartz fabrics in the Alpine Fault mylonites: Influence of pre-existing preferred orientations on fabric development during progressive uplift. *Journal of Structural Geology* 30, 602–621. doi:10.1016/j.jsg.2008.01.001
- Trampert, J., van Heijst, H.J., 2002. Global Azimuthal Anisotropy In The Transition Zone. *Science* 296, 197–1299. doi:10.1126/science.1070264
- Trimby, P.W., Prior, D.J., Wheeler, J., 1998. Grain boundary hierarchy development in a quartz mylonite. *Journal of Structural Geology* 20, 917–935.
- Trimby, P.W., Prior, D.J., 1999. Microstructural imaging techniques: A comparison between light and scanning electron microscopy. *Tectonophysics* 303, 71–81. doi:10.1016/S0040-1951(98)00263-7
- Trimby, P.W., Drury, M.R., Spiers, C.J., 2000. Recognising the crystallographic signature of recrystallisation processes in deformed rocks: A study of experimentally deformed rocksalt. *Journal of Structural Geology* 22, 1609–1620. doi:10.1016/S0191-8141(00)00059-6
- Tseng, H.-Y., Heaney, P., Onstott, T.C., 1995. Characterization of lattice strain induced by neutron irradiation. *Physics and Chemistry of Minerals* 22. doi:10.1007/BF00213338
- Tullis, J., Christie, J.M., Griggs, D.T., 1973. Microstructures and Preferred Orientations of Experimentally Deformed Quartzites. *Geological Society of America Bulletin* 84, 297–314.
- Tullis, J., 1977. Preferred orientation of quartz produced by slip during plane strain. *Tectonophysics* 39, 87–102. doi:10.1016/0040-1951(77)90090-7
- Tullis, T.E., Wood, D.S., 1975. Correlation of finite strain from both reduction bodies and preferred orientation of Mica in Slate from Wales. *Bulletin of the Geological Society of America* 86, 632–638. doi:10.1130/0016-7606(1975)86<632:COFSFB>2.0.CO;2
- Tullis, J., Yund, R.A., 1977. Experimental Deformation of Dry Westerly Granite. *Journal of Geophysical Research* 82.
- Tullis, J., Yund, R.A., 1987. Transition from cataclastic flow to dislocation creep of feldspar: mechanisms and microstructures. *Geology* 15, 606–609. doi:10.1130/0091-7613(1987)15<606:TFCFTD>2.0.CO
- Urai, J.L., Means, W.D., Lister, G.S., 1986. Dynamic Recrystallization of minerals. *Geophysical Monograph Series* 36, 161–199.
- Vajdová, V., Příkryl, R., Pros, Z., Klíma, K., 1999. The effect of rock fabric on P-wave velocity distribution in amphibolites. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 114, 39–47. doi:10.1016/S0031-9201(99)00044-8
- Valcke, S.L.A., Casey, M., Lloyd, G.E., Kendall, J.M., Fisher, Q.J., 2006. Lattice preferred orientation and

- seismic anisotropy in sedimentary rocks. *Geophysical Journal International* 166, 652–666. doi:10.1111/j.1365-246X.2006.02987.x
- Van Petegem, S., Wagner, J., Panzner, T., Upadhyay, M. V., Trang, T.T.T., Van Swygenhoven, H., 2016. In-situ neutron diffraction during biaxial deformation. *Acta Materialia* 105, 404–416. doi:10.1016/j.actamat.2015.12.015
- Van Roermund, H.L.M., Boland, J.N., 1981. The dislocation substructures of naturally deformed omphacites. *Tectonophysics* 78, 403–418.
- Van Roermund, H.L.M., 1983. Petrofabrics and microstructures of omphacites in a high temperature eclogite from the Swedish Caledonides. *Bulletin de Mineralogie* 106, 709–713.
- Vauchez, A., Dineur, F., Rudnick, R., 2005. Microstructure, texture and seismic anisotropy of the lithospheric mantle above a mantle plume: Insights from the Labait volcano xenoliths (Tanzania). *Earth and Planetary Science Letters* 232, 295–314. doi:10.1016/j.epsl.2005.01.024
- Vernooij, M.G.C., den Brok, B., Kunze, K., 2006. Development of crystallographic preferred orientations by nucleation and growth of new grains in experimentally deformed quartz single crystals. *Tectonophysics* 427, 35–53. doi:10.1016/j.tecto.2006.06.008
- Verts, L.A., Frost, C.D., 1996. U-Pb sphene dating of metamorphism: the importance of sphene growth in the contact aureole of the Red Mountain pluton, Laramie Mountains, Wyoming. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 125, 186–199.
- Vielzeuf, D., Holloway, J.R., 1988. Experimental determination of the fluid absent melting relations in the pelitic system. *Contrib. Mineral. Petrol.* 98, 257–276. doi:10.1007/BF00375178
- Voegelé, V., Ando, J.I., Cordier, P., Liebermann, R.C., 1998a. Plastic deformation of silicate garnets. I. High-pressure experiments. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 108, 305–318. doi:10.1016/S0031-9201(98)00110-1
- Voegelé, V., Cordier, P., Sautter, V., Sharp, T.G., Lardeaux, J.M., Marques, F.O., 1998b. Plastic deformation of silicate garnets. II. Deformation microstructures in natural samples. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 108, 319–338. doi:10.1016/S0031-9201(98)00111-3
- Vogel, D.E., 1967. Petrology of an eclogite- and pyrigarnite-bearing polymetamorphic rock complex at Cabo Ortegal, NW Spain. *Leidse Geologische Mededelingen* 40, 121–213.
- Vogel, S.C., Hartig, C., Lutterotti, L., Von Dreele, R.B., Wenk, H., Williams, D.J., Dreele, R.B., Von, Wenk, H., Williams, D.J., 2004. Texture measurements using the new neutron diffractometer HIPPO and their analysis using the Rietveld method. *Powder Diffraction* 19, 65–69. doi:10.1154/1.1649961
- Vogel, S.C., Priesmeyer, H., 2006. Neutron Production, Neutron Facilities and Neutron Instrumentation, in: Wenk, H.-R. (Ed.), *Neutrons Scattering in Earth Sciences. Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, Vol. 63. Mineralogical Society of America, pp. 25–57.
- Voigt, W., 1928. *Lehrbuch der Kristallphysik*. Teubner, Leipzig.
- Voltolini, M., Zandomenighi, D., Mancini, L., Polacci, M., 2011. Texture analysis of volcanic rock samples: Quantitative study of crystals and vesicles shape preferred orientation from X-ray microtomography data. *Journal of Volcanology and Geothermal Research* 202, 83–95. doi:10.1016/j.jvolgeores.2011.02.003
- Von Dreele, R.B., 2006. Neutron Rietveld Refinement, in: Wenk, H.-R. (Ed.), *Neutrons Scattering in Earth Sciences. Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, Vol. 63. Mineralogical Society of America, pp. 81–98.
- Von Dreele, R.B., 2008. Rietveld Refinement, in: R.E., D., S.J.L., B. (Eds.), *Rietveld Refinement. Powder Diffraction: Theory and Practice*. Royal Society of Chemistry, pp. 20–57.
- Wallis, S., Tsuboi, M., Suzuki, K., Fanning, M., Jiang, L., Tanaka, T., 2005. Role of partial melting in the evolution of the Sulu (eastern China) ultrahigh-pressure terrane. *Geology* 33, 129–132. doi:10.1130/G20991.1
- Wang, Q., Ji, S., Salisbury, M.H., Xia, B., 2005. Pressure dependence and anisotropy of P-wave velocities in ultrahigh-pressure metamorphic rocks from the Dabie – Sulu orogenic belt (China): Implications for seismic properties of subducted slabs and origin of mantle reflections. *Tectonophysics* 398, 67–99. doi:10.1016/j.tecto.2004.12.001
- Wang, Q., Burlini, L., Mainprice, D., Xu, Z., 2009. Geochemistry, petrofabrics and seismic properties of eclogites from the Chinese Continental Scientific Drilling boreholes in the Sulu UHP terrane, eastern China. *Tectonophysics* 475, 251–266. doi:10.1016/j.tecto.2008.09.027
- Wang, Y.F., Zhang, J.F., Jin, Z.M., Green, H.W., 2012. Mafic granulite rheology: Implications for a weak continental lower crust. *Earth and Planetary Science Letters* 353–354, 99–107. doi:10.1016/j.epsl.2012.08.004
- Ward, D., Mahan, K., Schulte-Pelkum, V., 2012. Roles of quartz and mica in seismic anisotropy of mylonites. *Geophysical Journal International* 190, 1123–1134. doi:10.1111/j.1365-246X.2012.05528.x
- Warner, M., 1990. Absolute reflection coefficients from deep Seismic reflections. *Tectonophysics* 173, 15–23. doi:10.1016/0040-1951(90)90199-I
- Waters, D.J., 2001. The significance of prograde and retrograde quartz-bearing intergrowth microstructures in partially melted granulite-facies rocks. *Lithos* 56, 97–110. doi:10.1016/S0024-4937(00)00061-X
- Watson, E.B., Yan Liang, 1995. A simple model for sector zoning in slowly grown crystals: implications for growth rate and lattice diffusion, with emphasis on accessory minerals in crustal rocks. *American*

- Mineralogist 80, 1179–1187.
- Watt, L.E., Bland, P.A., Prior, D.J., Russell, S.S., 2006. Fabric analysis of Allende matrix using EBSD. *Meteoritics & Planetary Science* 41, 989–1001. doi:10.1111/j.1945-5100.2006.tb00499.x
- Wechsler, B.A., Prewitt, C.T., 1984. Crystal structure of ilmenite (FeTiO<sub>3</sub>) at high temperature and at high pressure. *American Mineralogist* 69, 176–185.
- Weiss, T., Wenk, H.-R., 1985. Introduction, in: Wenk, H.-R. (Ed.), *Preferred Orientation in Deformed Metals and Rocks: An Introduction to Modern Texture Analysis*. Academic Press, London, pp. 1–9.
- Weiss, T., Siegesmund, S., Rabbel, W., Bohlen, T., Pohl, M., 1999. Seismic Velocities and Anisotropy of the Lower Continental Crust: A Review. *Pure and Applied Geophysics* 156, 97–122.
- Wendt, A.S., Bayuk, I.O., Covey-Crump, S.J., Wirth, R., Lloyd, G.E., 2003. An experimental and numerical study of the microstructural parameters contributing to the seismic anisotropy of rocks. *Journal of Geophysical Research* 108, 1–18. doi:10.1029/2002JB001915
- Wenk, H.-R., Christie, J.M., 1991. Comments on the interpretation of deformation textures in rocks. *Journal of Structural Geology* 13, 1091–1110. doi:10.1016/0191-8141(91)90071-P
- Wenk, H.-R., Matthies, S., Donovan, J., Chateigner, D., 1998. BEARTEX: a Windows-based program system for quantitative texture analysis. *Journal of Applied Crystallography* 31, 262–269. doi:10.1107/S002188989700811X
- Wenk, H.-R., Lutterotti, L., Vogel, S., 2003. Texture analysis with the new HIPPO TOF diffractometer. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* 515, 575–588. doi:10.1016/j.nima.2003.05.001
- Wenk, H.-R., Lonardelli, I., Vogel, S.C., Tullis, J., 2005. Dauphiné twinning as evidence for an impact origin of preferred orientation in quartzite: An example from Vredefort, South Africa. *Geology* 33, 273. doi:10.1130/G21163.1
- Wenk, H.-R., 2006. Neutron Diffraction Texture Analysis, in: Wenk, H.-R. (Ed.), *Neutrons Scattering in Earth Sciences. Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, Vol. 63. Mineralogical Society of America, pp. 399–426.
- Wenk, H.-R., Rybacki, E., Dresen, G., Lonardelli, I., Barton, N., Franz, H., Gonzalez, G., 2006. Dauphiné twinning and texture memory in polycrystalline quartz. Part 1: Experimental deformation of novaculite. *Physics and Chemistry of Minerals* 33, 667–676. doi:10.1007/s00269-006-0115-9
- Wenk, H.-R., Voltolini, M., Mazurek, M., Van Loon, L.R., Vinsot, A., 2008. Preferred Orientations and Anisotropy in Shales: Callovo-Oxfordian Shale (France) and Opalinus Clay (Switzerland). *Clays and Clay Minerals* 56, 285–306. doi:10.1346/CCMN.2008.0560301
- Wenk, H.-R., Lutterotti, L., Vogel, S.C., 2010. Rietveld texture analysis from TOF neutron diffraction data. *Powder Diffraction* 25, 283–296. doi:10.1154/1.3479004
- Wenk, H.-R., Janssen, C., Kenkmann, T., Dresen, G., 2011a. Mechanical twinning in quartz: Shock experiments, impact, pseudotachylites and fault breccias. *Tectonophysics* 510, 69–79. doi:10.1016/j.tecto.2011.06.016
- Wenk, H.-R., Cottaar, S., Tomé, C.N., McNamara, A., Romanowicz, B., 2011b. Deformation in the lowermost mantle: From polycrystal plasticity to seismic anisotropy. *Earth and Planetary Science Letters* 306, 33–45. doi:10.1016/j.epsl.2011.03.021
- Wenk, H.-R., 2012. Application of Neutron Scattering in Earth Sciences. *Journal of Materials* 64, 127–137. doi:10.1007/s11837-011-0223-y
- Wenk, H.-R., Vasin, R.N.N., Kern, H., Matthies, S., Vogel, S.C.C., Ivankina, T.I.I., 2012. Revisiting elastic anisotropy of biotite gneiss from the Outokumpu scientific drill hole based on new texture measurements and texture-based velocity calculations. *Tectonophysics* 570–571, 123–134. doi:10.1016/j.tecto.2012.06.023
- Wenning, Q.C., Almqvist, B.S.G., Hedin, P., Zappone, A., 2016. Seismic anisotropy in mid to lower orogenic crust: Insights from laboratory measurements of V<sub>p</sub> and V<sub>s</sub> in drill core from central Scandinavian Caledonides. *Tectonophysics*. doi:10.1016/j.tecto.2016.07.002
- Wheeler, J., 1987. The significance of grain-scale stresses in the kinetics of metamorphism. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 17, 397–404.
- Wheeler, J., 1992. Importance of pressure solution and Coble creep in the deformation of polymineralic rocks. *Journal of Geophysical Research* 97, 4579–4586.
- Wheeler, J., Prior, D., Jiang, Z., Spiess, R., Trimby, P., 2001. The petrological significance of misorientations between grains. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 141, 109–124. doi:10.1007/s004100000225
- Wheeler, J., Jiang, Z., Prior, D.J., Tullis, J., Drury, M.R., Trimby, P.W., 2003. From geometry to dynamics of microstructure: Using boundary lengths to quantify boundary misorientations and anisotropy. *Tectonophysics* 376, 19–35. doi:10.1016/j.tecto.2003.08.007
- White, R.W., Powell, R., Holland, T.J.B., 2007. Progress relating to calculation of partial melting equilibria for metapelites. *Journal of Metamorphic Geology* 25, 511–527. doi:10.1111/j.1525-1314.2007.00711.x
- White, S., 1976. The Effects of Strain on the Microstructures, Fabrics, and Deformation Mechanisms in Quartzites. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences* 283, 69 LP-86.
- Whitehouse, M.J., Platt, Æ.J.P., 2003. Dating high-grade metamorphism - constraints from rare-earth elements in zircon and garnet. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 145, 61–74.

- doi:10.1007/s00410-002-0432-z
- Wieldenbeck, M., Allé, P., Corfú, F., Griffin, W.L., Meier, M., Oberli, F., Quadt, A. Von, Roddick, J.C., Spiegel, W., 1995. Three Natural Zircon Standards for U-Th-Pb, Lu-Hf, Trace Element and REE Analyses. *Geostandards Newsletter* 19, 1–23. doi:10.1111/j.1751-908X.1995.tb00147.x
- Will, G., Bellotto, M., Parrish, W., Hart, M., 1988. Crystal structures of quartz and magnesium germanate by profile analysis of synchrotron-radiation high-resolution powder data. *Journal of Applied Crystallography* 21, 182–191. doi:10.1107/S0021889887011567
- Willaime, C., Christie, J.M., Kovacs, M., 1979. Experimental deformation of K-feldspar single crystals. *Bulletin de Minéralogie* 102, 168–177.
- Williams, M.L., Grambling, J.A., 1990. Manganese, ferric iron, and the equilibrium between garnet and biotite. *American Mineralogist* 75, 886–908.
- Williams, M.L., Jercinovic, M.J., Hetherington, C.J., 2007. Microprobe Monazite Geochronology: Understanding Geologic Processes by Integrating Composition and Chronology. *Annual Review of Earth and Planetary Sciences* 35, 137–175. doi:10.1146/annurev.earth.35.031306.140228
- Williams, R.O., 1968. Analytical methods for representing complex textures by biaxial pole figures. *Journal of Applied Physics* 39, 4329–4335. doi:10.1063/1.1656969
- Winkelmann, A., 2009. Dynamical Simulation of Electron Backscatter Diffraction Patterns, in: Schwartz, A.J., Kumar, M., Adams, B.L., Field, D.P. (Eds.), *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. Springer US, p. 432. doi:10.1007/978-0-387-88136-2
- Winkler, B., 2006. Application of Neutron Radiography and Neutron Tomography, in: Wenk, H.-R. (Ed.), *Neutrons Scattering in Earth Sciences. Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, Vol. 63. Mineralogical Society of America, pp. 459–471.
- Winter, J.K., Ghose, S., 1979. Thermal expansion and high-temperature crystal chemistry Al<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub> polymorphs. *American Mineralogist* 64, 573–586.
- Wintsch, R.P., Yi, K., 2002. Dissolution and replacement creep: A significant deformation mechanism in mid-crustal rocks. *Journal of Structural Geology* 24, 1179–1193. doi:10.1016/S0191-8141(01)00100-6
- Withers, A.C., Wood, B.J., Carroll, M.R. 1998. The OH content of pyrope at high pressure. *Chemical Geology* 147, 161–171.
- Wooden, J.L., Mazdab, F.K., Barth, A.P., Miller, C.F., Lowery, L.E., 2006. Temperatures (Ti) and compositional characteristics of zircon: early observations using high mass resolution on the USGS-Stanford SHRIMP-RG. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 70, A707. doi:10.1016/j.gca.2006.06.1533
- Wright, S.I., Adams, B.L., Kunze, K., 1993. Application of a new automatic lattice orientation measurement technique to polycrystalline aluminum. *Materials Science and Engineering A* 160, 229–240. doi:10.1016/0921-5093(93)90452-K
- Xie, Y., Wenk, H.-R., Matthies, S., 2003. Plagioclase preferred orientation by TOF neutron diffraction and SEM-EBSD. *Tectonophysics* 370, 269–286. doi:10.1016/S0040-1951(03)00191-4
- Yao, H., Ouyang, L., Ching, W.-Y., 2007. Ab Initio Calculation of Elastic Constants of Ceramic Crystals. *Journal of the American Ceramic Society* 90, 3194–3204. doi:10.1111/j.1551-2916.2007.01931.x
- Zeck, H.P., 1970. An erupted migmatite from Cerro del Hoyazo, SE Spain. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 26, 225–246. doi:10.1007/BF00373202
- Zeck, H.P., Wingate, M.T.D., Pooley, G.D., Ugidos, J.M., 2004. A Sequence of Pan-African and Hercynian Events Recorded in Zircons from an Orthogneiss from the Hercynian Belt of Western Central Iberia — an Ion Microprobe U – Pb Study 45, 1613–1629. doi:10.1093/petrology/egh026
- Zeringue, J., Bowring, J.F., McLean, N.M., Pastor, F., 2014. Building Interactive Visualizations for Geochronological Data. AGU Fall Meeting Abstracts.
- Zhang, J.X., Mattinson, C.G., Meng, F.C., Wan, Y.S., 2005. An Early Palaeozoic HP/HT granulite-garnet peridotite association in the south Altyn Tagh, NW China: P-T history and U-Pb geochronology. *Journal of Metamorphic Geology* 23, 491–510. doi:10.1111/j.1525-1314.2005.00585.x
- Zhang, J., Green, H.W., Bozhilov, K.N., 2006. Rheology of omphacite at high temperature and pressure and significance of its lattice preferred orientations. *Earth and Planetary Science Letters* 246, 432–443. doi:10.1016/j.epsl.2006.04.006
- Zhang, J., Wang, Y., Jin, Z., 2008. CPO-induced seismic anisotropy in UHP eclogites. *Science in China Series D-Earth Sciences* 51, 11–21. doi:10.1007/s11430-007-0143-4
- Zhao, G., Cawood, P. a, Wilde, S. a, Lu, L., 2001. High-Pressure Granulites (Retrograded Eclogites) from the Hengshan Complex, North China Craton: Petrology and Tectonic Implications. *Journal of Petrology* 42, 1141–1170. doi:10.1093/petrology/42.6.1141
- Zhong, X., Frehner, M., Kunze, K., Zappone, A., 2014. A novel EBSD-based finite-element wave propagation model for investigating seismic anisotropy: Application to Finero Peridotite, Ivrea-Verbano Zone, Northern Italy. *Geophysical Research Letters* 41, 7105–7114. doi:10.1002/2014GL060490
- Zhou, Y., He, C., 2015. Microstructures and deformation mechanisms of experimentally deformed gabbro. *Earthquake Science* 28, 119–127. doi:10.1007/s11589-015-0115-2
- Zhu, X.K., O’Nions, R.K., Belshaw, N.S., Gibb, A.J., 1997. Significance of in situ SIMS chronometry of zoned monazite from the Lewisian granulites, northwest Scotland. *Chemical Geology* 5, 35–53.
- Zimmerman, M.E., Zhang, S., Kohlstedt, D.L., Karato, S., 1999. Melt distribution in mantle rocks deformed

- in shear. *Geophysical Research Letters* 26, 1505–1508. doi:10.1029/1999GL900259
- Zimmerman, M.E., Kohlstedt, D.L., 2004. Rheological Properties of Partially Molten Lherzolite. *Journal of Petrology* 45, 275–298. doi:10.1093/petrology/egg089
- Zucali, M., Spalla, M.I., Gosso, G., 2002. Strain partitioning and fabric evolution as a correlation tool: the example of the Eclogitic Micaschists Complex in the Sesia-Lanzo Zone (Monte Mucreone-Monte Mars, Western Alps, Italy). *Schweizerische Mineralogische Und Petrographische Mitteilungen* 82, 429–454.
- Zucali, M., Voltolini, M., Ouladdiaf, B., Mancini, L., Chateigner, D., 2014. The 3D quantitative lattice and shape preferred orientation of a mylonitised metagranite from Monte Rosa (Western Alps): Combining neutron diffraction texture analysis and synchrotron X-ray microtomography. *Journal of Structural Geology* 63, 91–105. doi:10.1016/j.jsg.2014.02.011