



**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA - UnB**  
**INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS - IG**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM GEOLOGIA**

**Desenvolvimento microestrutural e de orientações cristalográficas preferenciais em agregados de hematita: Resultados obtidos a partir de formações ferríferas do Quadrilátero Ferrífero-MG e modelagem viscoplástica**

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO Nº 380

**Filippe Ovidio Ferreira**

Brasília, Outubro de 2016.



**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA - UnB**  
**INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS - IG**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM GEOLOGIA**

**Desenvolvimento microestrutural e de orientações cristalográficas preferenciais em agregados de hematita: Resultados obtidos a partir de formações ferríferas do Quadrilátero Ferrífero-MG e modelagem viscoplástica**

**Filippe Ovidio Ferreira**

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO Nº 380

Área de concentração: Mineralogia e Petrologia

Orientador: Prof. Dr. Claudinei Gouveia de Oliveira

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Claudinei Gouveia de Oliveira - (UnB)

Prof. Dr. Carlos Alberto Rosière - (UFMG)

Prof. Dr. Elton Luiz Dantas - (UnB)

Brasília, Outubro de 2016.

## RESUMO

Agregados de hematita naturalmente deformados do Quadrilátero Ferrífero, Minas Gerais, Brasil, desenvolve *CPO* por *dislocation creep*, fortemente influenciada pelo *slip system* basal, mesmo quando este não é o *slip system* favorável. Caracterização por *EBSD* da microestrutura e textura, particularmente *misorientation* intragranular, de agregados de hematita naturalmente deformados, nos permitiu determinar a importância dos diferentes *slip systems*, e confirmar *dislocation creep* como o mecanismo de deformação dominante. Modelos viscoplásticos auto-consistentes (*VPSC*) foram construídos para se restringir os *slip systems* necessários que operam para gerar o desenvolvimento de *CPO* observado e suas implicações reológicas. As alterações na razão de *CRSS* entre os *slip systems* prismático e basal de hematita e os distintos regimes de deformação levaram ao desenvolvimento de diferentes padrões de orientações cristalográficas. No entanto, o modelo de cisalhamento simples dominado por *slip* basal foi o único a desenvolver *CPO* do tipo *quasi*-cristal-único, semelhantes aos observados em rochas dos domínios de alta deformação do Quadrilátero Ferrífero. Comparação entre agregados de hematita naturalmente deformados e modelos *VPSC* mostra que o desenvolvimento de *CPO* de hematita é fortemente influenciado por uma alta anisotropia viscoplástica através de *dislocation creep* em seu plano basal. No entanto, os resultados demonstram que mesmo os sistemas de deslizamento desfavoráveis devem ser considerados quando o comportamento reológico em agregados minerais é avaliado.

## ABSTRACT

Naturally-deformed hematite from the Quadrilátero Ferrífero Province, Minas Gerais, Brazil, develops CPOs by dislocation creep, strongly influenced by basal plane parallel glide, even when this is not the favored slip system. Characterization of microstructure and texture, particularly intragranular misorientations, of naturally deformed hematite aggregates by EBSD allowed us to determine the importance of different slip systems, and confirm dislocation creep as the dominant deformation mechanism. Viscoplastic self-consistent (VPSC) models were constructed to constrain the slip systems required to operate for the observed CPO to develop, and its rheological implications. Changes in the CRSS ratio of hematite prism and basal slip systems and deformation regime lead to the development of distinct patterns of hematite crystallographic orientations. The basal slip-dominated simple shear model is the only one that can develop quasi-single-crystal CPO of the kind observed in highly deformed rocks from Quadrilátero Ferrífero. Comparison between naturally deformed hematite aggregates and VPSC models shows that CPO development of hematite is strongly influenced by a highly viscoplastic anisotropy through dislocation creep on hematite basal plane. Nonetheless, our results demonstrate that even the unfavorable slip systems should be regarded when the bulk rheology of mineral aggregates is evaluated.

## AGRADECIMENTOS

- Agradeço ao meu orientador, Claudinei Gouveia, e a Leonardo Lagoeiro, Luiz Morales, Paola Barbosa, Geane Cavalcante e Carlos Ávila pela colaboração neste trabalho.
- Ao CNPq/Capes, Fapemig e Fundação Gorceix pelo suporte financeiro à pesquisa.
- Ao Microlab-UFOP pelas análises de microscopia óptica e MEV/EBSD.
- À minha família belo-horizontina e à brasiliense pelo apoio durante este período.
- Aos companheiros da pós-graduação e aos professores do IG-UnB pelas valorosas discussões e aprendizado.
- Aos que se dedicam à iniciativa de softwares livres e de código aberto, fundamentais para o desenvolvimento deste trabalho, em especial a Ralf Hielscher, Florian Bachmann e David Mainprice, criadores e mantenedores da *Toolbox* MTEX, e a Ricardo Lebehnsohn, que gentilmente cedeu os códigos utilizados para as modelagens *VPSC*.

*“Try again. Fail again. Fail better”*

S. Beckett

# SUMÁRIO

RESUMO.....	iii
ABSTRACT.....	iv
AGRADECIMENTOS .....	v
SUMÁRIO .....	vii
ÍNDICE DE FIGURAS .....	ix
ÍNDICE DE TABELAS .....	x
<b>1. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>1</b>
1.1. APRESENTAÇÃO E OBJETIVOS .....	1
1.2. ESCOPO DA DISSERTAÇÃO.....	1
1.3. CONTEXTO GEOLÓGICO .....	2
1.3.1. LITOESTRATIGRAFIA .....	3
1.3.2. EVOLUÇÃO GEODINÂMICA.....	6
1.3.3. AS FORMAÇÕES FERRÍFERAS DO GRUPO ITABIRA.....	9
1.4. DIFRAÇÃO POR ELÉTRONS RETROESPALHADOS .....	11
1.4.1. INTRODUÇÃO .....	11
1.4.2. PRINCÍPIOS DA TÉCNICA DE <i>EBSD</i> .....	12
1.4.3. PROCESSOS ANALÍTICOS.....	16
1.4.3.1. AMOSTRAGEM E PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS .....	16
1.4.3.2. ANÁLISE .....	17
1.4.3.3. AQUISIÇÃO E PROCESSAMENTO DE DADOS.....	20
1.4.3.4. REPRESENTAÇÃO DOS DADOS .....	21
1.4.4. APLICAÇÕES PARA AS GEOCIÊNCIAS.....	23
1.4.4.1. ANÁLISE MICROESTRUTURAL.....	24
1.4.4.2. ANÁLISE DE ORIENTAÇÕES CRISTALOGRÁFICAS PREFERENCIAIS ( <i>CPO</i> ).....	25
1.4.4.3. OUTRAS APLICAÇÕES .....	26
1.4.5. LIMITAÇÕES E FUTURO DESENVOLVIMENTO.....	27
1.5. MODELAGEM VISCOPLÁSTICA AUTO CONSISTENTE .....	27
<b>2. TEXTURE DEVELOPMENT DURING PROGRESSIVE DEFORMATION OF HEMATITE AGGREGATES: CONSTRAINTS FROM VPSC MODELS AND NATURALLY DEFORMED IRON OXIDES FROM MINAS GERAIS, BRAZIL .....</b>	<b>32</b>
2.1. INTRODUCTION.....	33
2.2. GEOLOGIC BACKGROUND .....	36
2.3. METHODOLOGY.....	37
2.3.1. VISCOPLASTIC SELF-CONSISTENT METHOD .....	38
2.4. RESULTS AND DISCUSSION.....	39
2.4.1. MICROSTRUCTURAL DEVELOPMENT OF HEMATITE AGGREGATES .....	39
2.4.1.1. HEMATITE GRAINS AND SUBGRAINS BOUNDARIES .....	42
2.4.1.2. HEMATITE TWINNING.....	44
2.4.2. TEXTURE DEVELOPMENT OF NATURALLY DEFORMED HEMATITE AGGREGATES.....	45
2.4.3. VPSC MODELS FOR HEMATITE TEXTURE DEVELOPMENT.....	47
2.4.3.1. SIMPLE SHEAR VPSC MODELLING .....	48
2.4.3.2. PURE SHEAR VPSC MODELLING .....	49

2.4.3.3.	TRANSPRESSION VPSC MODELLING .....	50
2.5.	CONCLUSIONS .....	54
<b>3.</b>	<b>CONCLUSÕES .....</b>	<b>56</b>
<b>4.</b>	<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>58</b>

# ÍNDICE DE FIGURAS

## CAPÍTULO 1

FIGURA 1: LOCALIZAÇÃO E MAPA GEOLÓGICO SIMPLIFICADO DO QUADRILÁTERO FERRÍFERO .....	3
FIGURA 2: ESTRATIGRAFIA DO QUADRILÁTERO FERRÍFERO.....	6
FIGURA 3: ETAPAS DE PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS DESTINADAS À ANÁLISE DE EBSD .....	17
FIGURA 4: PRINCIPAIS ELEMENTOS DA MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA(MEV) ASSOCIADA À TÉCNICA DE DIFRAÇÃO POR ELÉTRONS RETROESPALHADOS (EBSD) .....	18
FIGURA 5: REPRESENTAÇÃO DE ORIENTAÇÃO CRISTALOGRÁFICA ATRAVÉS DE FIGURAS DE POLO.....	22
FIGURA 6: ELEMENTOS GEOMÉTRICOS DO REGIME TRANSPRESSIVO.....	30
FIGURA 7: SLIP SYSTEMS DE HEMATITA .....	31

## CAPÍTULO 2

FIGURE 1: QUADRILÁTERO FERRÍFERO REGION AND SAMPLES LOCATIONS .....	37
FIGURE 2: TYPICAL MICROSTRUCTURES OF QUADRILÁTERO FERRÍFERO IRON ORES.....	40
FIGURE 3: MISORIENTATION ANGLE DISTRIBUTION OF HEMATITE AND MAGNETITE. ....	41
FIGURE 4: MISORIENTATION ANGLE DISTRIBUTION FOR SUBGRAIN BOUNDARIES .....	43
FIGURE 5: CORRELATION BETWEEN MISORIENTATION ANGLE DISTRIBUTION OF SUBGRAIN BOUNDARIES AND TEXTURE STRENGTH .....	44
FIGURE 6: HEMATITE POLE FIGURES FROM A) ITATIAIUÇU, B) TIMBOPEBA AND C) ITABIRA SAMPLES .....	46
FIGURE 7: IDW INTERPOLATION OF TEXTURE STRENGTH, MEASURED THROUGH THE M-INDEX, FROM NATURALLY DEFORMED HEMATITE AGGREGATES FROM QUADRILÁTERO FERRÍFERO .....	47
FIGURE 8: SIMPLE SHEAR VPSC MODEL .....	49
FIGURE 9: PURE SHEAR VPSC MODEL.....	50
FIGURE 10: TRANSPRESSION VPSC MODEL FOR $\{A\} \langle M \rangle : (C) \langle A \rangle = 20:1$ CRSS RATIO.....	51
FIGURE 11: TRANSPRESSION VPSC MODEL FOR $\{A\} \langle M \rangle : (C) \langle A \rangle = 1:1$ CRSS RATIO.. ..	52
FIGURE 12: TRANSPRESSION VPSC MODEL FOR $\{A\} \langle M \rangle : (C) \langle A \rangle = 1:20$ CRSS RATIO.. ..	53
FIGURE 13: TEXTURE STRENGTH EVOLUTION FOR SIMPLE SHEAR VPSC MODELS.....	54

# ÍNDICE DE TABELAS

## CAPÍTULO 2

TABLE 1: HEMATITE TWINNING MODES .....	34
TABLE 2: HEMATITE SLIP SYSTEMS MODES .....	34
TABLE 3: AXIS AND ANGLE OF MISORIENTATION BETWEEN TOPOTACTIC GROWN HEMATITE CRYSTALS.....	45

# 1. INTRODUÇÃO

## 1.1. Apresentação e Objetivos

O modo como formações ferríferas acomodam deformação é de grande interesse, uma vez que processos tectonometamórficos geram importantes modificações nas propriedades físicas destas rochas e, por consequência, em seu potencial econômico. Em particular ao Quadrilátero Ferrífero, as formações ferríferas bandadas da Formação Cauê são comumente usadas como unidade guia, devido à sua distinção petrográfica e grande extensão areal na região. Desta maneira, elas são utilizadas na interpretação e correlação de processos tectonometamórficos atuantes em diversos domínios do Quadrilátero Ferrífero.

Embora estudados em detalhe há pelo menos duas décadas, alguns aspectos relacionados à evolução microestrutural e de orientações cristalográficas dos agregados de hematita do Quadrilátero Ferrífero não são ainda compreendidos. Em especial, algumas destas questões são endereçadas neste trabalho:

Por que agregados pouco deformados possuem orientações cristalográficas aleatórias enquanto agregados altamente deformados possuem orientações de *quasi*-cristal-único? Quais mecanismos de deformação são envolvidos nesta evolução? Qual o papel de *dislocation creep* e quais *slip systems* são empregados na acomodação de deformação? Qual a influência de mecanismos de recristalização dinâmica nos padrões gerados?

Com o intuito de se gerar contribuições no entendimento destas questões, amostras provenientes de todo o Quadrilátero Ferrífero foram analisadas por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) associada à técnica de difração por Elétrons Retroespalhados (EBSD). Com o intuito de se avaliar as interpretações realizadas a partir da análise de amostras naturalmente deformadas, a modelagem numérica do desenvolvimento de orientações cristalográficas preferenciais pelo método VPSC (*Viscoplastic Self-consistent Method*) foi realizada.

## 1.2. Escopo da Dissertação

O capítulo de introdução encerra breve análise do contexto geológico deste trabalho, englobando a formação e evolução geodinâmica do Quadrilátero Ferrífero em Minas Gerais, em especial as Formações Ferríferas do Grupo Itabira. São ainda descritos os

principais métodos utilizados nesta pesquisa: a Difração por Elétrons Retroespalhados (EBSD) e a Modelagem Viscoplastica Auto-consistente (VPSC).

O escopo principal desta dissertação estrutura-se na forma de artigo, como submetido e aceito para publicação no periódico *Journal of Structural Geology*. O artigo é intitulado “*Texture development during progressive deformation of hematite aggregates: constraints from VPSC models and naturally deformed iron oxides from Minas Gerais, Brazil*”, elaborado no período compreendido entre agosto de 2015 a julho de 2016.

Por fim, o capítulo de Conclusões sumariza os resultados obtidos durante a pesquisa, incluindo aqueles descritos no artigo.

### **1.3. Contexto Geológico**

O Quadrilátero Ferrífero(QF) se localiza na região sudeste do Estado de Minas Gerais, abrangendo uma área de aproximadamente 7000km<sup>2</sup>. Ocupa a porção sul do Cráton São Francisco (Figura 1), limitando-se a leste pela Faixa Araçuaí e a sul pelo Cinturão Mineiro. Devido ao seu alto potencial econômico, esta região tem sido alvo de diversos estudos que se iniciaram junto à própria exploração mineral no final do século XVII. No entanto, estudos sistemáticos da região só viriam a ocorrer no século XIX. Em princípio, as mineralizações auríferas eram o principal alvo econômico desta região. Neste contexto, é de distinta importância para o conhecimento geológico da área os trabalhos de Eschwege, como por exemplo *Pluto Brasilienses* (1833). O potencial econômico do ferro na região só viria a ser avaliado com maior detalhe cerca de um século depois. Em 1910, Olive Derby, geólogo americano, publica o trabalho intitulado “*The iron ores of Brazil*”, considerado um marco inicial na exploração mineral de ferro em Minas Gerais. Neste trabalho é destacado o grande potencial das reservas de ferro da região como matéria prima para a incipiente indústria siderúrgica nacional, o que viria a impactar enormemente o modelo socioeconômico brasileiro à época. Na mesma década, o trabalho de Harder & Chamberlin (1915) trouxe a primeira classificação estratigráfica do Quadrilátero Ferrífero, que serviria como base para inúmeros estudos realizados posteriormente. Na metade do século XX, foi criado um acordo de cooperação entre o Serviço Geológico Americano (USGS) e o Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM), com o intuito de se realizar mapeamento geológico detalhado da região do Quadrilátero Ferrífero, chefiado por John Van N. Dorr II. Em um trabalho de duas décadas, envolvendo dezenas de pesquisadores brasileiros e americanos, a primeira classificação litoestratigráfica /

estrutural generalizada da região foi realizada (Dorr 1969). Neste trabalho foram definidas as principais entidades geológicas presentes na área, sendo constituídas por um embasamento cristalino granito-gnáissico Arqueano, sobreposto por uma série de sequências metavulcânicas e metassedimentares Arqueanas a Paleoproterozoicas, estratigraficamente agrupadas da seguinte maneira: Supergrupo Rio das Velhas, Supergrupo Minas e, por fim, Grupo Itacolomi (Figura 2).

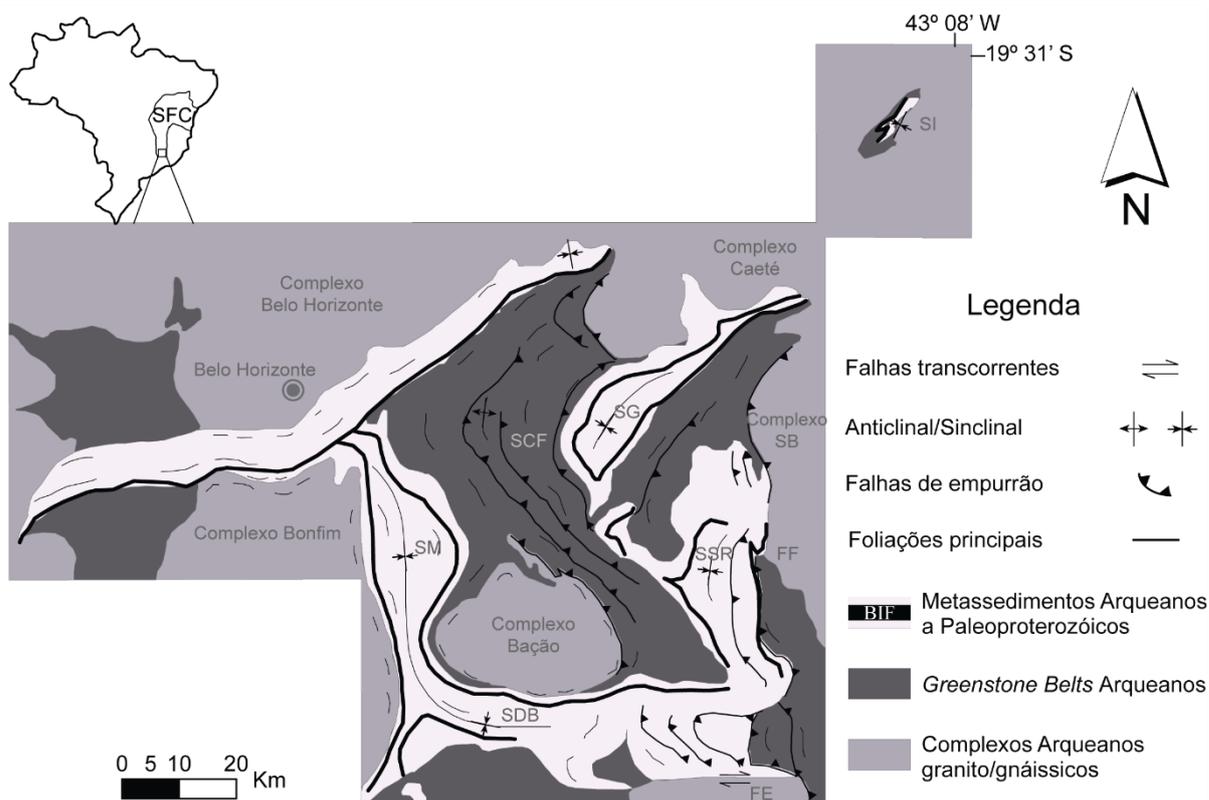


Figura 1: Localização e mapa geológico simplificado do Quadrilátero Ferrífero. Modificado de Dorr (1969). SB: Complexo Santa Bárbara. Domínios estruturais: FE: Falha do Engenho, FF: Falha do Fundão, SCF: Sistema Cambotas-Fundão, SDB: Sinclinal Dom Bosco, SG: Sinclinal Gandarela, SI: Sinclinal Itabira, SSR: Sinclinal Santa Rita.

### 1.3.1. Litoestratigrafia

#### Embasmamento Cristalino

O Embasamento cristalino do Quadrilátero Ferrífero é majoritariamente composto por granitoides e gnaisses, por vezes migmatizados, de composição tonalito-thronjemitó-granodiorítica (TTG). O embasamento é aflorante em domos ao redor dos sinclinais limítrofes do Quadrilátero Ferrífero (Complexos Belo Horizonte, Caeté, Santa Bárbara e Bonfim) assim como em sua porção central (Complexo Bação). Estes domos são intrudidos por inúmeros granitoides de alto potássio, formando extensos batólitos ou corpos tabulares nas suas margens ou em seu interior (Teixeira 1985, Machado & Carneiro 1992, Machado & Noce 1993, Noce 1995, Lana et al. 2013)

## **Supergrupo Rio das Velhas**

O Supergrupo Rio Das Velhas é basicamente dividido em dois Grupos, da base para o topo: Nova Lima e Maquiné (Dorr 1969). O Grupo Nova Lima, é compreendido em sua base por rochas metaultramáficas a máficas, apresentando estruturas do tipo *spinifex* e *pillow*. A sua porção superior é representada por uma complexa sucessão de litotipos que incluem: meta-conglomerados, quartzitos, metavulcânicas máficas e félsicas, rochas metacarbonáticas e formações ferríferas. A porção clástica desta unidade se encontra em contato gradacional com as rochas da unidade Maquiné. A unidade Maquiné é basicamente constituída por metaconglomerados, quartzitos e xistos. Seus sedimentos são interpretados como provenientes de jovens arcos magmáticos de filiação TTG, soerguidos entre 2,77 e 2,78 Ga, depositados em uma bacia do tipo *Flysch*, gradando para o tipo *Molassa* em direção ao topo (Moreira *et al.* 2016).

O Supergrupo Rio das Velhas é interpretado por Baltazar & Zucchetti (2007) como uma sequência de, ao menos, duas gerações de *Greenstone Belts*, datados em 2.9 e 2.78 Ga. Os autores classificam esta sequência a partir do modelo de litofácies de Lowe (1994), compreendendo da base para o topo:

- I. Associação máfica/ ultramáficas intrusivas e correspondentes vulcânicas + Associação vulcânica e sedimentar química (*MAVOB*)
- II. Associação sedimentar química e clástica + Turbiditos (*AOB*)
- III. Associação sedimentar costeira + Turbiditos (*APT*)
- IV. Associação sedimentar vulcanoclástica + sedimentos retrabalhados (*OTt*)
- V. Associação sedimentar não marinha (fluvial) (*OTAf*)

## **Supergrupo Minas**

Sobrepondo o Supergrupo Rio das Velhas, em contato discordante, são presentes as rochas do Supergrupo Minas. A base do Supergrupo Minas é constituída pelos Grupos Tamanduá, representados por metaconglomerados, e Caraça, compreendido pelos quartzitos da Formação Moeda e filitos da Formação Batatal. A formação Batatal é gradacionalmente sobreposta pelas rochas sedimentares de origem química do Grupo Itabira, representada por formações ferríferas bandadas da Formação Cauê, alvos deste estudo, e rochas metacarbonáticas da Formação Gandarela. Sobrepondo-se a este Grupo se encontra o Grupo Piracicaba, constituído por quartzitos e filitos intercalados, representados pelas Formações Cercadinho, Fecho do Funil, Taboões

e Barreiro. O topo do Supergrupo Minas é representado pelo Grupo Sabará, marcado por uma sequência complexa de litotipos que incluem xistos, metadiamicritos, rochas vulcânicas e quartzitos (Alkmim & Marshak 1998).

Estudos geocronológicos mostram que a deposição do Supergrupo Minas iniciou-se durante o Arqueano (Renger *et al.* 1994, Machado *et al.* 1996, Noce 2000). Interpreta-se (Alkmim & Marshak 1998, Farina *et al.* 2016) que sua deposição seja referente a um completo ciclo de Wilson. O estágio de rifteamento é marcado pelas sequências clásticas dos Grupos Tamanduá e Caraça. O estágio de *drift* é evidenciado pelo registro de deposição em margem passiva rasa a profunda, correspondente ao topo do Grupo Caraça e ao Grupo Piracicaba. Já o topo do Supergrupo Minas, Grupo Sabará, corresponde a uma bacia sin-tectônica do tipo *Flysch*, relacionada à Orogenia Transamazônica de idade Paleoproterozoica (Renger *et al.* 1994, Alkmim & Marshak 1998), recentemente denominada como Orogenia Acrescionária Minas (Teixeira *et al.* 2015).

### **Grupo Itacolomi**

Sobrepondo o Supergrupo Minas se encontram as rochas do Grupo Itacolomi, representadas por metaconglomerados, meta-arenitos e metapelitos, depositados em bacias restritas do tipo intermontana, durante o colapso da Orogenia Transamazônica (Alkmim & Marshak 1998). Esta unidade é considerada um terreno exótico, que tem sua colocação na região sul do Quadrilátero Ferrífero de modo alóctone por meio de tectonismo compressivo relacionado ao evento Brasileiro.

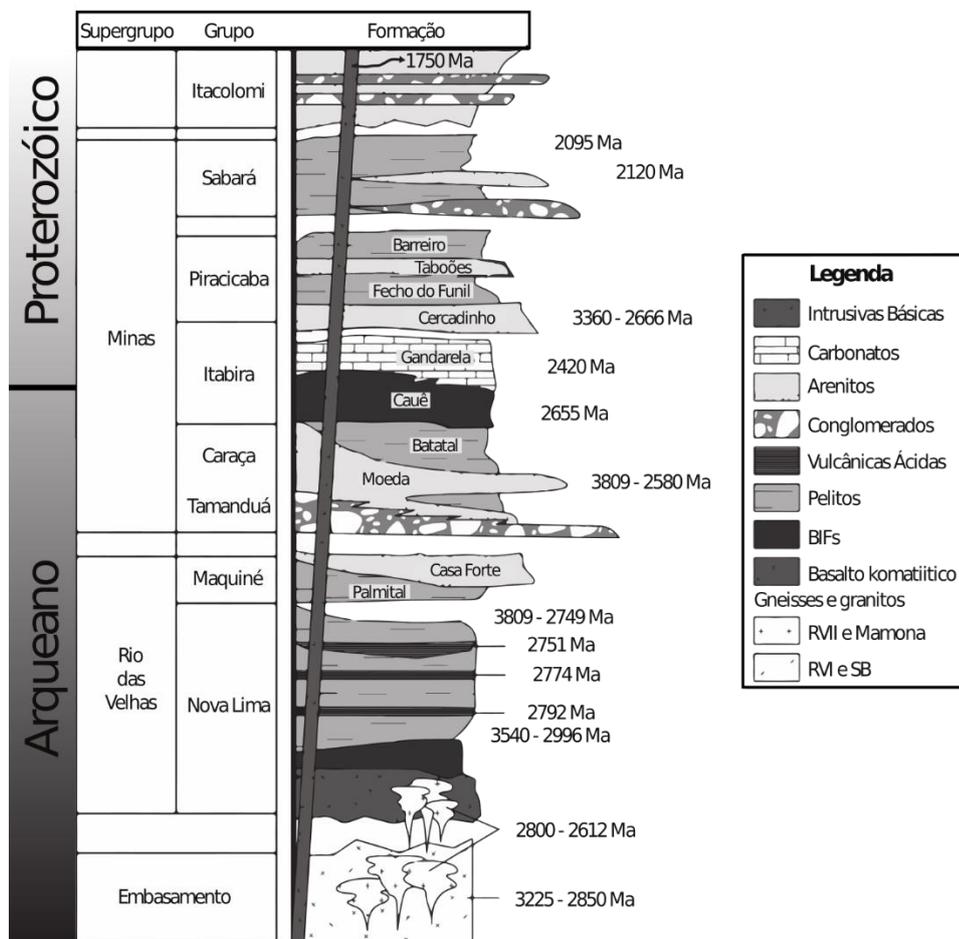


Figura 2: Estratigrafia do Quadrilátero Ferrífero. Modificado de Alkmim & Marshak (1998) e Farina et al. (2016).

### 1.3.2. Evolução Geodinâmica

A região do Quadrilátero Ferrífero é marcada por uma série de eventos orogenéticos, os quais arquitetaram uma complexa geometria na área (Figura 1). A complexidade tectonomagmática do Quadrilátero Ferrífero, envolvendo um período evolutivo de cratonização superior a 1 Ga, além de subsequentes eventos deformacionais, vem há décadas intrigando estudiosos da geologia desta região.

Guimarães (1951), pioneiro na síntese do conhecimento geológico existente para a evolução geodinâmica do Quadrilátero Ferrífero, argumenta ao menos cinco fases evolutivas para esta região:

- I. Evento de caráter epirogenético
- II. Evento orogenético (Huroniano)
- III. Evento Diastrófico (Penoqueano)
- IV. Diastrofismo de caráter epirogenético (Cambriano)
- V. Diastrofismo (Caledoniano)

Dorr (1969) reconhece três eventos principais que influenciaram o arcabouço tectônico do Quadrilátero Ferrífero:

- I. Orogenia afetando apenas o Supergrupo Rio das Velhas, com aumento da magnitude de deformação de E para W.
- II. Evento de caráter predominantemente diastrófico, ocorrido entre a deposição do Supergrupo Minas e do Grupo Itacolomi.
- III. Evento compressivo pós sedimentação do Grupo Itacolomi, envolvendo todas as sequências Pré-Cambrianas, responsável pelos grandes dobramentos antiformes e sinformes de direção N-S, E-W, NE-SW e NW-SE e pelo soerguimento parcial do Complexo Bação.

Chemale et al. (1994) interpretam o arcabouço tectônico do Quadrilátero Ferrífero como resultado de dois eventos deformacionais principais:

- I. Evento Transamazônico: Evento extensional ocorrido entre 2,1 e 1,7 Ga, que resultou na formação de domos granitos gnáissicos e nucleação de sinclinais regionais formados pelas supracrustais. Os autores interpretam este tectonismo como relacionado à evolução de um complexo de núcleo metamórfico na região.
- II. Evento Brasileiro/Pan-Africano: Evento compressivo associado com o fechamento do proto-oceano existente entre os Crátons São Francisco e Congo, durante o Neoproterozoico (650-500 Ma). Durante este evento desenvolveu-se um cinturão de dobras e falhas de vergência para oeste, causando inversão, amplificação, translação e rotação dos sinclinais existentes.

Alkmim & Marshak (1998) sintetizam a evolução tectônica do Quadrilátero Ferrífero em seis eventos principais:

- I. Criação de um terreno Granito-*Greenstone*: Uma crosta preexistente (3,2 Ga) teria servido como embasamento para a deposição das sequências de Greenstone Belts e de sedimentos associados. Intrusões intermediárias posteriores levaram à criação de uma estruturação de Domos e Quilhas do tipo M, ou seja, com domos alocados de modo magmático, sendo, portanto, mais jovens que as quilhas intrudidas.
- II. Formação da Bacia Minas: Após 2,6 e antes de 2,4 Ga a região ao leste e sudeste do Quadrilátero Ferrífero evoluiu para uma bacia ensiálica ou de

margem passiva. O início desta bacia é marcado pelas sequências conglomeráticas a areníticas dos Grupos Tamanduá e Caraça.

- III. Dobramento e Falhamento Transamazônico de vergência NW (D1): Em 2,1 Ga desenvolveu-se um cinturão de dobras e falhas de vergência NW, gerando espessas zonas de cisalhamento e dobramentos de escala regional, assim como dobras parasíticas de segunda ordem. Este evento gerou um gradiente de baixo a alto grau metamórfico em direção leste.
- IV. Colapso Orogenético Transamazônico (DC): Em cerca de 2,095 Ga, extensão regional levou à criação de um novo terreno de domos e quilhas, reativando e cortando a estruturação preexistente. Permitiu a deposição da Bacia Itacolomi em um ambiente intermontano.
- V. Rifteamento Espinhaço e posterior extensão (DE): O Rifteamento Espinhaço, que permitiu a deposição da Bacia homônima, ocorrido em ca. 1,75 Ga, tem repercussão no Quadrilátero Ferrífero como falhamentos normais e colocação de diques máficos. Se sua origem é relacionada com o Colapso Transamazônico ou a um evento completamente diferente ainda é incerto.
- VI. Cavalgamento em direção W Brasileiro (D2): Criação de cinturões de cisalhamento e dobras de vergência oeste, reativando e sobrepondo as estruturas preexistentes do Quadrilátero Ferrífero. Esta orogenia é relacionada à colagem de terrenos gerando o Supercontinente Gondwana.

Lana *et al.* (2013) reclassificaram a evolução Arqueana do Quadrilátero Ferrífero em três ciclos:

- I. Santa Bárbara (3,22-3,2 Ga): Corresponde à formação de crosta mais antiga datada no Quadrilátero Ferrífero, com restrita ocorrência na porção leste da região.
- II. Rio das Velhas I (2,93-2,85 Ga): Formação de crosta continental por múltipla acreção de arcos magmáticos e intrusão de TTGs e granitoides de médio potássio, formados pela interação de *melts* derivados dos TTGs e da crosta retrabalhada.
- III. Rio das Velhas II (2,8-2,76 Ga): Subducção de crosta oceânica e geração de granitoides de médio potássio por *magma mixing* da crosta oceânica fundida e de *melts* de composição TTG. Este evento gerou deformação e metamorfismo da crosta existente em fácies anfibolito superior. Ocorre de maneira simultânea

a deposição da base do Supergrupo Rio das Velhas, representado pelo Grupo Nova Lima.

Farina *et al.* (2016) identificaram ainda a ocorrência de um ciclo magmático posterior ao Rio das Velhas II, denominando-o como Evento Mamona (2,75-2,68 Ga). Ele é caracterizado pela intrusão de granitoides de alto potássio, que marcam o fim da cratonização do Quadrilátero Ferrífero. É datado neste intervalo a máxima idade de deposição do Grupo Maquiné, topo do Supergrupo Rio das Velhas (Moreira *et al.* 2016).

### **1.3.3. As Formações Ferríferas do Grupo Itabira**

As Formações Ferríferas do Quadrilátero Ferrífero fazem parte da Formação Cauê, Grupo Itabira, de idade Arqueana a Paloproterozoica (Babinski 1993, Cabral 2012). A Formação Cauê possui contato gradacional com os filitos da Formação Batatal, em sua base, e transicional com os metacarbonatos da Formação Gandarela ao topo. A deposição da Formação Cauê é interpretada como parte de uma sequência do tipo margem passiva, realizada em um ambiente marinho raso (Dorr 1969). Cinco litotipos distintos são comumente descritos (Dorr 1969, Pires 1995, Rosière & Chemale 2000): Itabirito, itabirito dolomítico, itabirito anfíbolítico, hematita-filito e filito piritoso. Em todos litotipos descritos a hematita apresenta-se como óxido predominante, na forma de martita (oxidação incompleta de magnetita), hematita granoblástica ou lepidoblástica. A magnetita é encontrada subordinadamente, principalmente nos domínios a oeste, na forma de kenomagnetita, maghemita ou martita. Hematita e magnetita ocorrem comumente em bandamentos milimétricos a centimétricos, alternados com bandas de quartzo. O quartzo é o principal mineral encontrado na ganga dos corpos de minério, apresentando arranjos poligonais resultantes da recristalização de bandas de *chert* ou jaspe. Outros minerais de ganga incluem metacarbonatos, anfíbólios, filossilicatos, entre outros (Pires 1995, Rosière & Chemale 2000, Spier *et al.* 2003, Rosière *et al.* 2008).

Vários processos tectonometamórficos e hidrotermais ao longo da história evolutiva do Quadrilátero Ferrífero modificaram ou obliteraram a mineralogia, textura, e estrutura dos sedimentos originais. As Formações Ferríferas do QF apresentam-se metamorfisadas em condições de fácies xisto verde a anfíbolito, compreendendo temperaturas entre 300 a 600° C e pressões de 3 a 5 kbar (Herz 1978, Pires 1995). São reconhecidas os seguintes zoneamentos metamórficos, de oeste em direção a

leste (Pires 1995): I) Cummingtonita-Grunerita (CGZ), II) Actinolita (AZ), III) Tremolita-Antofilita(TAZ).

Este zoneamento metamórfico é acompanhado por um gradiente deformacional, variando entre um domínio de baixa deformação, localizado na porção oeste do Quadrilátero Ferrífero, a um domínio de alta deformação, na porção leste da região (Rosière *et al.* 2001). A ocorrência de vários processos deformacionais no Quadrilátero Ferrífero teve grande importância na evolução das Formações Ferríferas. No domínio de baixa deformação são preservados mega estruturas sinclinais formadas durante o Ciclo Transamazônico. São características deste domínio zonas de cisalhamento descontínuas e falhas de cavalgamento relacionadas ao Evento Brasileiro, intersectando as estruturas preexistentes (Almeida 1977, Chemale *et al.* 1994, Rosière *et al.* 2001, Spier *et al.* 2003). O domínio de alta deformação, à leste do QF, é dominado por falhas de cavalgamento e zonas de cisalhamento transcorrentes que geraram dobras fechadas a isoclinais e espessas zonas miloníticas (Chemale *et al.* 1994, Rosière *et al.* 2001). A ocorrência de minério xistoso de alto teor é amplamente controlada pela deformação. Este tipo de ocorrência é observada em zonas de cisalhamento no flanco leste do domínio de baixa deformação e, principalmente, no domínio de alta deformação, à leste do QF (Rosière *et al.* 2001, 2008, 2013). Corpos de alto teor de Fe (>64% Fe) formados por concentração hipogênica são comuns nestas zonas de cisalhamento e no contato com os filitos da Formação Batatal.

Dados geoquímicos da Formação Cauê (Rosière & Rios 2004, Spier *et al.* 2007, Selmi *et al.* 2009, Hensler *et al.* 2014,2015, Oliveira *et al.* 2015, Mendes *et al.* 2016) indicam distintas condições ambientais de formação do protominério e da posterior mineralização hidrotermal. Nos domínios de baixa deformação, a mineralização é caracterizada por percolação de fluidos de baixa a moderada salinidade e de baixa temperatura. Nestes domínios ocorre a oxidação de magnetita, considerado o óxido de ferro primordial, e formação de hematita porosa (hematita I, Rosière *et al.* 2001). Nos domínios de alta deformação, a mineralização foi realizada por fluidos salinos em alta temperatura, provavelmente em porções mais profundas da orogenia Transamazônica (Rosière *et al.* 2013, Sanglard *et al.* 2014). Nestes domínios ocorre a recristalização da hematita porosa, dando origem a cristais xenoblásticos a idioblásticos, incluindo a variedade especularita (hematita II, III e IV, Rosière *et al.* 2001).

As zonas de cisalhamento formadas durante o evento Transamazônico atuaram como caminhos facilitadores para a percolação de fluidos hidrotermais mineralizadores, removendo os minerais de ganga e remobilizando o ferro (Rosière *et al.* 2013).

Embora este trabalho tenha como foco a influência de deformação plástica no desenvolvimento microestrutural e de orientações cristalográficas preferencias de hematita, uma elevada mobilidade de fluidos hidrotermais associada a mudanças nas condições de redox são também responsáveis pela mineralização de alto teor da Formação Cauê no Quadrilátero Ferrífero (Spier *et al.* 2007, Rosière *et al.* 2013, Hensler *et al.* 2015, Oliveira *et al.* 2015). A contribuição dos processos de dissolução e precipitação na evolução microestrutural e textural de hematita em formações ferríferas deve ser posteriormente investigada.

## **1.4. Difração por elétrons Retroespalhados**

### **1.4.1. Introdução**

A completa caracterização petrológica de rochas compreende análises em diversas escalas. De observações realizadas em campo àquelas realizadas em escala atômica, diversas ferramentas de caracterização analítica são empregadas com o intuito de se consubstanciar modelos petrogenéticos. Vários fatores influem no comportamento das rochas quando sujeitas aos processos tectônicos. Nos aspectos intrínsecos às rochas destacam-se (Prior *et al.* 1999): a composição das fases presentes, o tamanho, disposição e forma dos grãos e de suas bordas (microestrutura) e as orientações cristalográficas das fases.

A Técnica de Difração por Elétrons Retroespalhados (*EBS*D) associada à Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) permite a completa caracterização microestrutural e de orientações cristalográficas de materiais como metais, semicondutores, cerâmicas e minerais. Em particular às geociências, tais propriedades são úteis indicadoras de processos tectônicos atuantes na crosta e manto, sendo elas, em grande parte, responsáveis pelas propriedades petrofísicas observadas nestes meios (Mainprice *et al.* 2000).

Embora a aplicação da técnica de *EBS*D tenha crescido enormemente nos últimos anos, seu potencial resta desconhecido a uma grande parte da comunidade científica das geociências. No Brasil tal cenário é ainda mais notável, sendo seu uso restrito a pequenos grupos de pesquisa espalhados pelo país. Este capítulo visa apresentar

aspectos fundamentais acerca desta técnica, demonstrando seu potencial de aplicação às geociências.

#### 1.4.2. Princípios da técnica de *EBSD*

A descoberta da difração fundamental na qual a técnica de *EBSD* é baseada iniciou-se em 1928 com os trabalhos de Shoji Nishikawa e Seishi Kikuchi (Maitland & Sitzman 2007). Em experimento pioneiro, um feixe de elétrons de 50 keV foi direcionado para uma clivagem de calcita em ângulo de incidência de 6°. Padrões de difração resultantes foram gravados em placas fotográficas. Vários trabalhos a seguir trouxeram grande desenvolvimento da técnica. A introdução comercial do Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) na década de 50, por exemplo, permitiu grande aprimoramento. Três descobertas associadas à microscopia eletrônica de varredura são notáveis: Padrões de Canalização de Elétrons em Área Seleccionada (*Selected Area Channeling Pattern – SACP*, Joy & Booker 1971), difração de Kossel (Dingley 1984) e a introdução da tela de fósforo e câmera de TV para gravar os padrões de elétrons retroespalhados (*Electron Backscatter Pattern – EBSP*, Venables & Harland 1973).

Nas décadas de 80 e 90 dois grandes passos foram dados em direção ao uso de *EBSD* em larga escala: A indexação auxiliada por computadores e o uso da Transformada de Hough no reconhecimento de bandas de difração (Maitland & Sitzman 2007). A partir de tais aprimoramentos tornou-se possível a detecção de bandas de difração automaticamente, de maneira rápida e com alta confiabilidade. O primeiro sistema de *EBSD* comercial foi lançado em 1986 pela *Link Analytical*, atual HKL/Oxford. Em 1993 uma segunda fabricante foi fundada: *TexSEM Laboratory-TSL*, adquirida pela *EDAX* em 1999. Estas duas companhias continuam hoje como as maiores fabricantes mundiais do sistema de *EBSD*.

A utilização da técnica *EBSD* atualmente fundamenta-se na utilização de feixe de elétrons gerado no sistema MEV como fonte de elétrons aleatoriamente espalhados. Quando um feixe de elétrons de alta energia incide em uma amostra, uma série de interações é possível, sendo mais comum o espalhamento elástico, em que os elétrons incidentes perdem pouca energia ao retornar à superfície. Um outro tipo de interação é o espalhamento inelástico em que o feixe perde significativa quantidade de energia após incidir na amostra (Prior *et al.* 1999). O espalhamento elástico muda a direção da trajetória dos elétrons incidentes em 0 a 180° e compreende dois

componentes: a interação dos elétrons incidentes com o núcleo (Espalhamento de Rutherford) e a interação com a nuvem eletrônica. Elétrons que tem sua trajetória próxima ao núcleo são espalhados com maior ângulo que aqueles que passam mais distante. A intensidade dos elétrons espalhados refletirá, então, o ângulo de espalhamento experimentado. Desta maneira a interação do feixe de elétrons com a amostra gerará uma população de elétrons espalhados com várias possíveis trajetórias, que servirá como fonte de *EBSD* no MEV. Os elétrons retroespalhados são então definidos como os elétrons do feixe incidente que escapam pela superfície da amostra após sofrerem um ou mais eventos de espalhamento.

Assumindo, por simplicidade, que os elétrons se irradiam a partir de uma fonte de pequeno volume na amostra e que apenas uma ordem de difração para cada plano reticular é significativa, a trajetória dos elétrons espalhados define dois cones (cones de Kossel), para cada plano reticular, que satisfazem a lei de Bragg:

$$n\lambda = 2d\sin(\theta) \quad \text{Eq. (1)}$$

onde  $n$  é a ordem de difração,  $\lambda$  o comprimento de onda do feixe de elétrons incidente,  $d$  o espaçamento interplanar do retículo e  $\theta$  o ângulo de difração.

Ao posicionar-se uma tela fosforescente de fósforo a curta distância da amostra, os cones de Kossel a interceptarão, gerando seções cônicas que, devido ao seu grande ângulo de abertura, são imageadas como retas, denominadas bandas de Kikuchi. Quando várias ordens de difração são significativas, várias bandas serão visíveis, sendo cada uma representativa de um plano reticular. Quando as bandas se intersectam, interferem positivamente, gerando um ponto brilhante que corresponde a um eixo de zona. Elementos de simetria podem então ser definidos a partir da posição relativa das bandas e pontos em um *EBSP*. O *EBSP* gerado é dependente dos parâmetros reticulares do cristal sobre o feixe de elétrons, pela orientação do cristal no espaço, pelo comprimento de onda do feixe de elétrons e pela proximidade do detector de *EBSD* em relação à amostra.

Embora a base da técnica não tenha se alterado fundamentalmente nas últimas duas décadas, inovações em *softwares* e *hardwares* tem tornado a técnica mais rápida e eficaz. Enquanto nos primórdios do uso de *EBSD* automatizado a coleta de um único padrão de difração levava cerca de 4 segundos (Wright & Adams 1992), detectores de *EBSD* modernos equipados com computadores de alto poder de processamento

chegam à taxa de 1580 padrões coletados por segundo (detector Oxford NordlysMax<sup>3</sup>), sem comprometer a sensibilidade do detector. Atualmente quatro frentes de pesquisa tem levado à utilização de *EBSD* a um novo patamar:

#### I. Utilização de *EBSD in situ* durante experimentos

Extensiva revisão de estudos relacionados à utilização da técnica de *EBSD in situ* pode ser encontrada em Schwartz *et al.* (2009). Esta técnica se baseia na captura de imagens a partir de detectores acoplados ao MEV e na captura de padrões de difração *EBSD* repetidamente, enquanto experimentos *in situ* de deformação e/ou aquecimento se desenvolvem. Isto permite acompanhar em tempo real o desenvolvimento microestrutural, de orientações cristalográficas preferenciais e de transformações de fases na amostra analisada. Embora aplicações às geociências sejam escassas até o momento (Bestmann *et al.* 2005, Piazzolo *et al.* 2006), provavelmente por razão da necessidade de análise em amostra de maior área ou mesmo pelo elevado tempo dispendido a fim de simular taxas de deformação naturais, novas descobertas levam a um cenário promissor.

#### II. *EBSD* por transmissão (*t-EBSD*)

Embora a técnica de *EBSD* tradicional, em decorrência de seu desenvolvimento tecnológico nos últimos anos, seja já capaz de caracterizar grãos em escala nanométrica, a resolução espacial deste sistema é limitada a aproximadamente 30 nm, quando combinada com MEV de emissão de campo (*FEG-SEM*). Este fator se deve às características intrínsecas do método, como a inclinação da amostra em relação ao feixe de elétrons, levando a um grande volume de interação do feixe com a amostra. A utilização de *EBSD* em amostras finas o bastante (~15 nm), a fim de que se tornem elétron transparentes, é chamada de Difração de Elétrons Retroespalhados por Transmissão (*t-EBSD* ou *Transmitted Kikuchi Diffraction – TKD*, Suzuki 2013). A resolução espacial alcançada a partir da *t-EBSD* depende de outros fatores, como a espessura da sessão utilizada e da voltagem de aceleração do feixe de elétrons, sendo possível alcançar-se resolução espacial de poucos nanômetros. O aperfeiçoamento desta técnica levará à possibilidade de caracterizar-se materiais cada vez mais finos, sendo de grande aplicabilidade às geociências na análise de feições estruturais de escala nanométrica como, por exemplo, interfaces entre grãos, exsoluções, deformação intracristalina, geminações, etc.

### III. *EBSD* 3D

Comumente as análises de *EBSD* são realizadas em superfícies 2D, o que pode ser suficiente para diversos tipos de estudos. No entanto, análises em 3D podem ser necessárias a fim de se caracterizar, de forma mais precisa e eficaz, aspectos microestruturais como tamanho e forma de grão, interfaces de grãos, etc. Uma forma comum de obter resultados em 3D é a de coletar dados 2D, retornar a amostra ao polimento e, em seguida, coletar novos dados 2D. Este processo é repetido sucessivamente de modo a gerar várias seções de dados que, quando interpoladas, geram informações em 3D da área analisada. Para que sejam recuperadas informações representativas, algumas dezenas de seções devem ser realizadas, tornando este processo extremamente laborioso e dispendioso. Alternativamente, vem ganhando cada vez mais espaço a utilização do sistema de feixe de íons focalizados associado ao MEV (*Focused Ion Beam – FIB/SEM*). Este sistema permite a fresagem da amostra por um feixe de elétrons enquanto os dados são coletados pelo sistema *EBSD*. O processo de obtenção de seções de dados de orientações cristalográficas é então automatizado, tornando-se mais eficaz e preciso. As possibilidades trazidas por este método para a geologia são grandes. Caracterização de mecanismos de deformação, de microestruturas complexas e análise cinemática de deformação são alguns exemplos. Outras aplicações como caracterização de porosidade de rochas reservatórios de petróleo ou aquíferos, modelagem de microfósseis em 3D, entre outras, parecem também promissoras.

### IV. Coleta simultânea de dados de *EBSD* e *EDS*

Uma limitação da técnica de *EBSD* é a diferenciação de fases com estrutura cristalina similar (isomorfos). Isto se deve ao fato de que a técnica se utiliza das propriedades dos retículos cristalinos, como os parâmetros reticulares e o distanciamento interplanar, para sua correta indexação. A utilização conjunta de detectores de espectrometria de energia dispersiva de raio-X (*X-ray Energy Dispersive Spectrum – EDS*) e de *EBSD* visa contornar esta limitação por meio da caracterização química e cristalográfica do material analisado. Os dados acerca da composição química são analisados em tempo real e utilizados para refinar os dados de *EBSD*, gerando maior confiabilidade na coleta dos dados, permitindo uma caracterização completa do material analisado.

### 1.4.3. Processos Analíticos

#### 1.4.3.1. Amostragem e Preparação de amostras

A amostragem de rochas destinadas à análise por *EBS*D não difere essencialmente de amostragens destinadas a análises petrográficas por microscopia óptica tradicional. Na verdade, lâminas delgadas podem ser utilizadas no sistema MEV/*EBS*D, com auxílio de adaptadores específicos, sem maiores problemas. No entanto, alguns aspectos devem ser ressaltados:

- Amostrar em rocha sã, livre de intemperismo é crucial. A alteração dos minerais primários gera agregados muito finos para serem detectados pela técnica de *EBS*D, interferindo no padrão adquirido ou mesmo o obliterando.
- A amostragem deve ser representativa dos vários domínios que se deseja caracterizar, haja vista que a área analisada é usualmente diminuta ( $\sim 1 \text{ mm}^2$  a  $1 \text{ cm}^2$ )
- As amostras devem ser orientadas de acordo com um referencial externo a fim de correlacionar as orientações cristalográficas com feições de escala local/ regional. Convenciona-se para as geociências a orientação segundo o elipsoide de deformação finita, onde o eixo X é paralelo à lineação (caso exista), Y o eixo normal à lineação e Z o eixo normal ao plano da foliação, X Y.

Amostras destinadas à análise pela técnica de *EBS*D devem ser cortadas em blocos menores, sempre mantendo o referencial da amostragem. As amostras podem ser então montadas em lâminas delgadas de espessura convencional ( $30 \mu\text{m}$ ) ou cortadas em blocos de  $1 \text{ cm}^3$  e montadas em resina epóxi (Figura 3.a). A superfície do embutimento ou da lâmina deve expor, exceto em casos específicos, a superfície XZ da seção, ou seja, o plano normal à foliação e paralelo à lineação (Figura 3.b). Desta maneira permite-se a observação das microestruturas relacionadas aos diferentes minerais presentes na amostra e dos indicadores cinemáticos.

As amostras destinadas à análise de *EBS*D necessitam estar o mais planas quanto possível. Para tanto elas devem ser polidas por uma série de abrasivos com decrescente granulometria (Figura 3.c). O objetivo desta série de polimento é que a cada passo remova-se as imperfeições (sulcos) relacionados à etapa anterior. Entre cada etapa deverá lavar-se a amostra em água corrente e álcool isopropílico, retirando os resíduos gerados no processo anterior. A utilização de materiais abrasivos e de tecidos de polimento adequados dependerá do tipo de material a ser analisado e de

sua granulometria. Para amostras embutidas este processo geralmente compreende as seguintes etapas (Morales *et al.* 2007):

- Expor a superfície da amostra, utilizando lixas de carbeto de silício (*grit* 230) e remover bordas laterais do embutimento, facilitando o deslizamento da amostra durante polimento.
- Remover as imperfeições geradas no processo anterior por carbeto de silício de menor granulometria (*grit* 500/600).
- Polir as amostras com pastas de diamante de granulometria decrescente: 9, 3, 1 e 0.25  $\mu\text{m}$ . A cada passo o polimento deverá ser verificado pelo microscópio eletrônico em modo de luz refletida.
- Como último passo deverá ser realizado polimento mecano-químico utilizando solução alcalina de sílica coloidal, composta por partículas de 20 nm. A amostra deve então ser levada a banho ultrassônico, em solução específica, e seca em estufa.

Lâminas delgadas destinadas a análise petrográfica geralmente recebem bom polimento inicial, sendo necessário apenas o polimento em pasta de diamante de 1 e 0.25  $\mu\text{m}$  e em sílica coloidal.

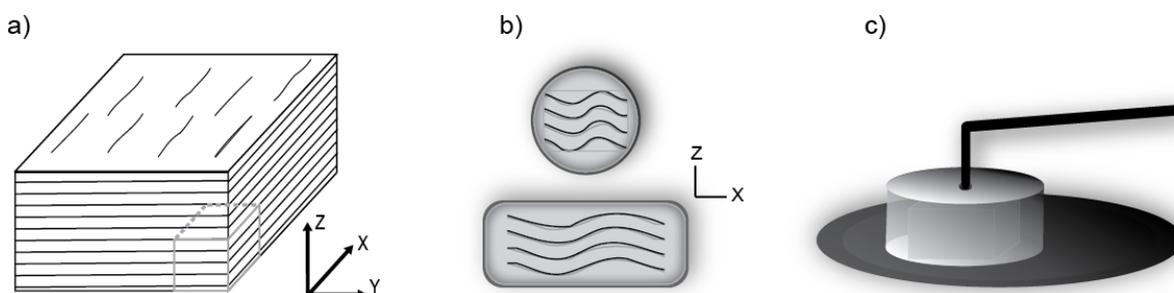


Figura 3: Etapas de preparação de amostras destinadas à análise de *EBSD*: a) Corte da amostra em cubos de 2 cm<sup>3</sup>. b) Montagem da amostra em embutimento de resina ou em lâminas delgadas. c) Polimento da amostra.

#### 1.4.3.2. Análise

As amostras em embutimento ou lâminas são levadas ao microscópio óptico e áreas-alvo são demarcadas. Amostras geológicas apresentam frequentemente baixa condução eletrônica ao MEV. A fim de que se evite problemas de carregamento da amostra, que pode prejudicar ou inviabilizar a análise por *EBSD*, pode optar-se por realizar a metalização da amostra, onde uma fina camada de material condutor, como carbono ou ouro, é depositada sobre a amostra. Outra possibilidade é a aplicação de

tinta de prata e/ou fitas condutoras de alumínio ou cobre em volta da área analisada e em contato com o porta amostra.

A amostra deverá ser posicionada no porta amostra e inclinada cerca de 70° em relação ao plano horizontal, ou 20° em relação ao canhão de elétrons do MEV (Figura 4). A fonte de elétrons em um sistema MEV poderá ser originada a partir de processos termiônicos, como, por exemplo, pelo aquecimento de um filamento de tungstênio ou hexaborido de lantânio (LaB<sub>6</sub>), acelerando os elétrons em direção a um ânodo na base do MEV, ou por emissão de campo, onde a condução de elétrons é realizada por um alto gradiente elétrico potencial.

Os principais parâmetros do MEV ajustados para a correta indexação dos *EBSPs* incluem a voltagem de aceleração, corrente e tamanho (*spot size*) do feixe de elétrons, além da distância da amostra à peça polar do MEV (distância de trabalho).

A área-alvo a ser amostrada pode ser identificada a partir do imageamento a partir dos diodos de ante – espalhamento (*Forescatter diodes- FSD*), dispostos ao redor da tela de fósforo. Este posicionamento permite o imageamento a partir dos elétrons retroespalhados (*backscattered*), refletindo o contraste de número atômico (par de diodos superiores), ou a partir dos elétrons ante espalhados (*forescattered*), indicando aspectos relacionados à orientação cristalográfica dos grãos (par de diodos inferiores).

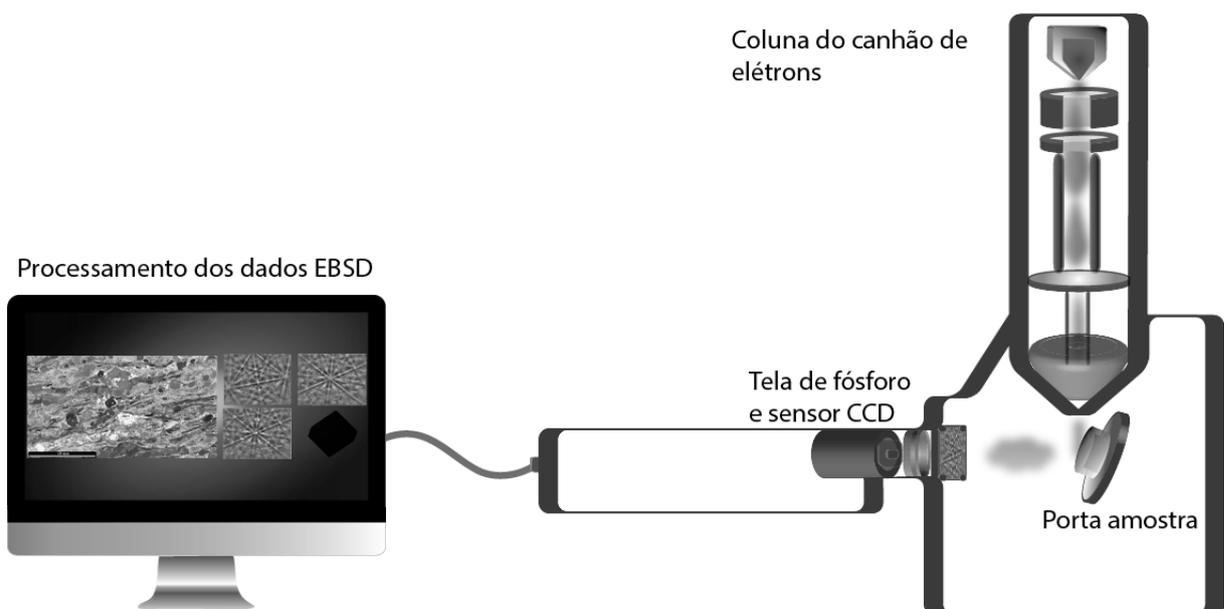


Figura 4: Principais elementos da Microscopia Eletrônica de Varredura(MEV) associada à Técnica de Difração por elétrons retroespalhados (*EBSD*): Feixe de elétrons incide em uma amostra inclinada a 70° da horizontal. Elétrons interagem com a amostra e se espalham em

várias direções. A tela de fósforo posicionada à frente da amostra captura o padrão de elétrons retroespalhados (*EBSP*). O sensor *CCD* converte a imagem captada em sinal digital e transmite os dados à um microcomputador, que processa os dados.

A configuração da análise é realizada pelos *softwares* de aquisição. Exemplos comerciais mais utilizados incluem Channel e Aztec da Oxford/HKL e OIM e TEAM da EDAX/TSL. Os parâmetros necessários para a aquisição e processamento dos dados de *EBSD* incluem:

- Desvio médio angular (*Mean Angular Deviation – MAD*): Refere-se ao desvio angular máximo permitido entre o padrão coletado (*EBSP*) e o existente na base de dados tomado como referência para cada fase mineral. Quanto menor o valor, maior a confiabilidade da indexação.
- Contraste de banda (*band contrast*) mínimo: Fator de qualidade da imagem, derivado da Transformação de Hough, que descreve a intensidade média das bandas de Kikuchi com respeito à intensidade total dentro da área de interesse, variando de 0 a 255. Quanto menor o valor, menor a qualidade do ponto adquirido.
- Inclinação de bandas (*band slope*) mínima: Fator de qualidade do *EBSP* adquirido, derivado da Transformação de Hough, que descreve o gradiente de intensidade máximo nas margens das bandas de Kikuchi em um *EBSP*, variando de 0 a 255. Quanto menor o valor, menor a qualidade do ponto adquirido.
- Número de refletores: Quantidade de bandas de Kikuchi teóricas utilizadas no processo de indexação.
- Máximo e mínimo de bandas de Kikuchi: Numero de bandas a serem reconhecidas na amostra para correta indexação. Um maior número de bandas a serem indexadas aumenta consideravelmente o tempo de escaneamento. No entanto, fases de menor simetria requerem maior número de bandas a fim de serem indexadas com maior confiabilidade. Geralmente os valores variam entre 4 a 10 bandas.
- Espaçamento de aquisição (*step size*): Distância entre aquisição de dados. Dependente da resolução do sistema *MEV/EBSD*, sendo possível alcançar poucos nanômetros.

Por meio do *software* de aquisição os parâmetros são inseridos e a área a ser analisada é demarcada. Geralmente obtêm-se retângulos de uma área a ser analisada, sendo também possível o escaneamento de linhas (perfis) ou pontos. O tempo de aquisição dependerá da área a ser analisada, dos parâmetros definidos e dos equipamentos utilizados, em especial o sensor *CCD*.

### 1.4.3.3. Aquisição e processamento de dados

O padrão *de elétrons retroespalhados* é projetado em uma tela de fósforo posicionada paralela ao feixe de elétrons incidente na amostra. A imagem produzida é transmitida através de uma lente macro de grande abertura até um dispositivo de carga acoplada (*Charged Couple Device-CCD*). Neste sensor os fótons captados são convertidos em sinal digital e enviados a um sistema de *software*. O feixe de elétrons se movimenta em uma área definida na amostra, repetindo o processo de aquisição dos dados *EBSP* até que se escaneie toda a área a ser analisada. Menos comumente, alguns MEVs permitem a movimentação automatizada da amostra em relação a um feixe de elétrons estático, ou mesmo a combinação de movimentos do feixe e da amostra, permitindo o escaneamento de uma grande área. O padrão *EBSP* é analisado por meio da Transformada de Hough (Duda & Hart 1972), que permite de maneira rápida e eficaz o reconhecimento das Bandas de Kikuchi. Esta transformada extrai sinais de imagens de 8-bit em escala de cinza e os converte em sistema de coordenadas cartesianas para polares, dentro do Espaço de Hough. Uma linha reta pode então ser caracterizada por:

$$\rho = x \cos \theta + y \sin \theta \quad \text{Eq. (2)}$$

onde  $\rho$  é a distância perpendicular da banda à origem e  $\theta$  o ângulo em relação à horizontal. Uma banda de Kikuchi pode então ser representada por um único ponto  $(\rho, \theta)$  no Espaço de Hough. O processo é realizado para as bandas mais representativas presentes na imagem. Sua posição em relação ao centro do padrão e sua espessura são avaliadas, permitindo a caracterização da orientação cristalográfica do padrão analisado. O padrão é então comparado a uma base de dados cadastrada e a solução mais adequada é indexada.

As orientações cristalográficas e dados relativos à qualidade do padrão são armazenadas. As orientações cristalográficas são descritas em relação a um referencial fixo, geralmente um espaço cartesiano virtualizado no MEV (X, Y, Z). Estas orientações são representadas então como rotações sucessivas, a partir deste referencial estático, no Espaço de Euler. Convencionalmente, segue-se a notação Bunge ( $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$ ), representada pelas seguintes rotações (Bunge 1985):

- I. Rotação de  $\varphi_1$  pelo eixo Z, seguida por:
- II. Rotação de  $\Phi$  pelo eixo X rotacionado, seguida por:
- III. Rotação de  $\varphi_2$  pelo eixo Z rotacionado.

Alternativamente à descrição por ângulos de Euler, a representação de orientações cristalográficas pode ser realizada por quatérnions, parâmetros eixo-ângulo ou vetores de Rodrigues. Tais orientações podem então ser representadas por uma gama de ferramentas, utilizando *softwares* específicos, a depender do objetivo desejado.

#### 1.4.3.4. Representação dos dados

Os dados coletados compreendem essencialmente para cada ponto coletado: o nome da fase, sua orientação cristalográfica em ângulos de Euler, suas coordenadas (x, y) em  $\mu\text{m}$ , assim como os dados relativos à qualidade do padrão analisado como o *MAD*, contraste e inclinação de bandas, etc.

A partir destes dados uma gama de ferramentas permite a apresentação dos dados em mapas, gráficos e projeções. As formas mais comuns de representação são:

I. Mapas de fase;

Conhecendo a fase pertencente a cada ponto analisado e ainda, assumindo um certo ângulo máximo entre orientações cristalográficas características de uma borda de grão, torna-se possível criar mapas de fases ou de bordas de grãos. Os dados gerados podem então ser quantificados e então a proporção de cada fase na amostra, de bordas de grão compartilhadas entre fases específicas, etc., pode ser avaliada.

II. Histogramas de diâmetro, perímetro, área, razão axial e orientação de forma;

A partir dos dados obtidos, aspectos microestruturais podem ser quantificados e representados de maneira gráfica. Alguns exemplos incluem histogramas de diâmetro, perímetro, área, razão axial e orientação de forma dos grãos. Em suma, tudo que pode ser visto pode ser quantificado. A obtenção destes parâmetros de forma automatizada e com alta eficácia permite uma série de aplicações no entendimento de processos geológicos.

III. Figuras de polo e figuras de polo inversa;

A figura de polo é a maneira mais utilizada nas Geociências para representar orientações cristalográficas preferenciais. Trata-se de projeções estereográficas similares às utilizadas rotineiramente em geologia estrutural. Objetiva-se com este método representar orientações de planos e/ou eixos cristalográficos de determinada fase presente na amostra (Figura 5). A figura de polo mostra a projeção de

determinado conjunto de planos ou eixos cristalográficos (3D) em que seus polos (ou normais) são projetados em uma esfera e então em um círculo (2D). A figura de polo pode então ser construída da seguinte maneira:

- Escolhe-se um determinado plano (ou eixo) de uma célula unitária (Figura 5.a e b).
- Projeta-se o polo destes planos em uma esfera que circunda a célula unitária no hemisfério inferior, como convencionado nas geociências (Figura 5.b).
- Unem-se por retas os pontos projetados no hemisfério inferior da esfera ao polo oposto da esfera (Figura 5.c). A interseção desta reta com um plano horizontal que intersecta a esfera em seu centro, definirá a figura de polo para este plano (Figura 5.d).

Geralmente obtém-se a figura de polo para determinados planos representativos de cada simetria mineral, para todos os pontos indexados ou para subdomínios (*subset*). Uma forma alternativa de representar de maneira ponderada as orientações cristalográficas é a partir do contorno de densidades de polos, utilizando o método de múltiplos de densidade uniforme (Bunge 1985).

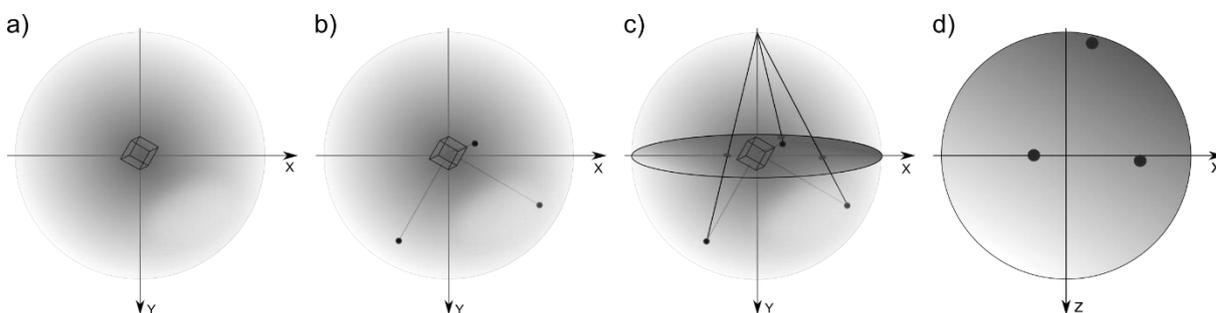


Figura 5: Representação de orientações cristalográficas através de figuras de polo (hemisfério inferior): a) A cela unitária cúbica é plotada na origem da esfera. b) Os polos das faces escolhidas,  $\{100\}$ , são projetados no hemisfério inferior da esfera. c) Os pontos projetados no hemisfério inferior são ligados ao polo norte da esfera, interceptando a sua seção circular equatorial. d) Esta seção constitui a figura de polo dos planos (100) do cristal.

Enquanto a figura de polo mapeia as orientações cristalográficas no sistema de coordenada da amostra, e.g. o elipsoide de deformação finita, a figura de polo inversa mapeia as três direções principais da amostra (X, Y, Z) no sistema de coordenadas do cristal. A forma da figura de polo inversa depende do Grupo de Laue da fase analisada (Bunge 1985). Isto determinará o tamanho do “triângulo unitário”, ou seja, o espaço simetricamente equivalente de toda a projeção estereográfica, permitindo uma simplificação em relação à figura de polo.

#### IV. Mapas de orientação cristalográfica;

Outra forma de representação do controle preferencial de orientações cristalográficas (CPO) é a representação da distribuição espacial das orientações cristalográficas. Isto pode ser feito utilizando um código de cores RGB a partir dos Ângulos de Euler ou, mais comumente, a partir de um esquema de cores baseados na figura de polo inversa. No último, orientações cristalográficas são representadas por um espectro contínuo de cores, variando entre as direções principais do sistema cristalino analisado (vértices do triângulo).

#### V. Histogramas e mapas de *misorientation*;

Dois retículos cristalinos de uma mesma fase analisados em uma amostra geralmente não estão alinhados paralelamente. A relação entre suas orientações cristalográficas pode ser simplificada por uma única rotação por um eixo genérico em determinado ângulo, denominados eixo e ângulo de *misorientation*, respectivamente (Bunge 1985). *Misorientation* refere-se, então, ao processo de levar um sistema de coordenadas de um cristal ao paralelismo de outro. Esta rotação pode ser expressa por:

$$\Delta g_{AB} = g_B g_A^{-1} \quad \text{Eq. (3)}$$

Onde  $\Delta g_{AB}$  é o operador de *misorientation* que relaciona geometricamente  $g_B$  a  $g_A$ , matrizes de rotação dos sistemas de coordenadas cristalográficas B e A, respectivamente, e  $g_A^{-1}$  a transformação do referencial do cristal A ao referencial de coordenadas da amostra. Os ângulos de *misorientation* podem ser representados por histogramas e os eixos de *misorientation* por figuras de polo ou figuras de polo inversa dos eixos de rotação. Valores aleatórios para eixos e ângulos de *misorientation* são indicativos de mecanismos geradores de CPO na amostra, como *dislocation creep*, ou mesmo sua obliteração. Alta frequência de determinados pares de eixo/ângulo de *misorientation* podem indicar geminações, sistemas de deslizamento intracristalino (*slip systems*), rotação de subgrãos, transformação epitaxial de fases, etc. (Wheeler *et al.* 2001).

#### 1.4.4. Aplicações para as Geociências

A utilização da técnica de EBSD vem historicamente obtendo grande destaque nas ciências dos materiais. A utilização de microscopia eletrônica tem nesta área grande aplicação industrial na caracterização de materiais destinados à produção de ligas metálicas, cristais sintéticos, deposição de filmes finos em semi e supercondutores,

etc. Aspectos microestruturais e de orientações cristalográficas obtidos a partir da técnica de *EBS*D, e sua correlação com as propriedades químicas (corrosão, transformação de fase), mecânicas (ductilidade, resistência à ruptura) e elétricas (condução, resistividade) dos materiais permite a otimização de processos utilizados em sua fabricação. Nas geociências, no entanto, caminha-se de modo inverso. A partir dos dados de *EBS*D procura-se estabelecer relações com os processos geológicos que os geraram. Para tanto, a utilização de processos experimentais e de modelos computacionais mostra-se de grande valia como calibradores na identificação dos processos termais e deformacionais de ocorrência natural. Nas últimas duas décadas o desenvolvimento tecnológico da técnica vem gerando cada vez mais aplicações às geociências. Tais aplicações podem ser majoritariamente divididas nas relacionadas à análise microestrutural e à análise de orientações cristalográficas preferenciais.

#### 1.4.4.1. Análise microestrutural

Embora por muitos anos o microscópio óptico tenha servido às geociências na caracterização microestrutural em diversos propósitos, e continuará, a necessidade de caracterizar-se feições de menor escala tornou a microscopia eletrônica uma ferramenta comum em vários centros de geociências no mundo. A utilização do MEV/*EBS*D na caracterização microestrutural fornece as seguintes vantagens em relação à microscopia óptica:

- Maior poder de magnificação
- Caracterização de processos não visíveis opticamente (algumas geminações, transição de fases em grãos com propriedade ópticas similares, etc.)
- Análise automatizada de parâmetros de grãos (dimensões, forma, etc.)
- Análise acurada da distribuição de fases, sobretudo quando associado ao *EDS*.

Uma das grandes utilizações encontra-se no uso dos dados microestruturais obtidos a partir da técnica de *EBS*D na análise de tensões atuantes durante fluência em regime estacionário (*steady state creep*), denominada de paleopiezometria (Twiss 1977). O processamento dos dados de *EBS*D permite a avaliação do tamanho de subgrãos (originados a partir do mecanismo de rotação de subgrãos) e de grãos recristalizados. Por meio destes dados e, a partir de calibração com equações constitutivas obtidas por deformação experimental, obtêm-se estimativas das tensões tectônicas operantes.

A análise microestrutural a partir de *EBSD* também permite a avaliação de formas de grãos e suas implicações à caracterização de energia de superfície, da orientação preferencial de forma de grãos, estimativas de deformação (*strain*), etc.

#### **1.4.4.2. Análise de Orientações Cristalográficas Preferenciais (CPO)**

Na crosta média e inferior, além do manto superior, as rochas se deformam principalmente por fluência de deslocamentos (*dislocation creep*), gerando orientações cristalográficas preferenciais (CPO) dos minerais que a compõem (Prior *et al.* 2009). A análise de CPO permite a identificação dos mecanismos e condições de deformação atuantes, incluindo temperatura, tensão (*stress*) e cinemática de deformação. Esta área é a que possui maior relevância na utilização de *EBSD* nas geociências. Dentro destes estudos se destacam os trabalhos relacionados aos principais minerais formadores de rochas como quartzo, olivina e calcita. No entanto, estudos envolvendo outros minerais como piroxênios, plagioclásio, granada e óxidos são também comuns. Alguns estudos clássicos são ilustrados a seguir:

##### **Geotermometria**

Law (2014) apresenta revisão dos principais métodos utilizados na estimação de temperaturas de deformação em quartzo. Dois métodos são comumente aplicados: A utilização do ângulo de abertura no padrão de CPO do eixo-c de quartzo (Kruhl 1998) e através dos aspectos microestruturais e de mecanismos de recristalização dinâmica como migração de bordas de grãos, *bulging* e rotação de subgrãos (Stipp *et al.* 2002 a, b). Tais análises, quando usadas em comparação com análises tradicionais de temperatura de metamorfismo por elementos traço ou assembleia mineral em equilíbrio, mostraram-se de alta confiabilidade.

##### **Caracterização de grãos destinados à análise isotópica**

A microestrutura intragranular pode modificar as características de difusão de um grão ou pode levar ao desenvolvimento de caminhos de difusão anisotrópicos dentro do grão. Não obstante, processos posteriores de deformação e/ou metamorfismo podem gerar variações na composição isotópica dentro de um grão (Lee 1995). Como resultado, análises que dependem da composição isotópica, como a datação por isótopos radiogênicos, geotermometria isotópica e análises de isótopos estáveis podem gerar resultados de difícil interpretação ou mesmo sem significação geológica (Timms *et al.* 2006). Embora imageamentos por diodos de forescatter (*FSD*) e backscatter(*BSD*) além da catodoluminescência serem comumente utilizados, a

técnica de *EBSD* aliada ao *EDS* fornece caracterização mais precisa da existência de subdomínios intragranulares (Reddy *et al.* 2007, 2008, 2009, 2010, McLaren & Reddy 2008, Taylor *et al.* 2012, Erickson *et al.* 2015).

### **Anisotropia sísmica**

Várias propriedades petrofísicas de interesse às geociências tem íntima relação com a orientação preferencial de cristais em um agregado. Propriedades como difusividade termal, expansão termal, piezoeletricidade, diamagnetismo e velocidades de ondas elásticas podem ser avaliadas com base nos tensores destas propriedades de cada fase e a *CPO* do agregado. Valores médios no agregado podem então ser calculados assumindo que efeitos das interfaces de bordas de grãos podem ser ignorados. A avaliação das propriedades elásticas leva a grande entendimento do comportamento reológico da crosta (Mainprice & Nicolas 1989) e manto (Mainprice *et al.* 2000). A partir de dados obtidos experimentalmente e de rochas mantélicas naturalmente deformadas, Mainprice *et al.* (2005) identificaram a mudança de mecanismo de *slip* de [100] (010) para [001] (hk0) em olivina como o principal condicionante para a extrema baixa da anisotropia sísmica de ondas P e S na parte inferior do manto superior (abaixo de 250 km). Lloyd *et al.* (2009) avaliaram o impacto de múltiplas foliações nos padrões de anisotropia sísmica, em termos de campos de deformação, na crosta continental. Os resultados mostram que gnaisses que apresentam foliações micáceas simples possuem anisotropia de ondas P e S cerca de três vezes superior às encontradas em gnaisses com foliações mistas, i.e. S-C. Ademais, a presença de foliações múltiplas pode gerar significantes variações na geometria e magnitude da anisotropia sísmica.

#### **1.4.4.3. Outras aplicações**

A técnica de *EBSD* vem ampliando suas áreas de aplicações nos últimos anos. Algumas áreas de fronteira na utilização de *EBSD* nas geociências são destacadas:

- Identificação de microfósseis (Cusack *et al.* 2008, Griesshaber *et al.* 2010, Pérez-Huerta *et al.* 2011)
- Análise de liberação mineral (Timms *et al.* 2009, Mendes *et al.* 2010, Graça *et al.* 2015)
- Caracterização de processos diagenéticos (Haddad *et al.* 2006, Mørk & Moen 2007, Worden *et al.* 2012)

- Análise de trama magmática associada à técnica de anisotropia de susceptibilidade magnética (Bascou *et al.* 2005, Chadima *et al.* 2009, Závada *et al.* 2009)

#### 1.4.5. Limitações e futuro desenvolvimento

Embora a técnica de *EBS* tenha evoluído exponencialmente nos últimos anos, tanto tecnologicamente quanto nas possibilidades de aplicações, alguns fatores implicam limitações no uso da técnica aplicada a amostras geológicas:

- Alto custo e tempo de preparação de amostras
- Carregamento em amostras pouco condutoras. Pode ser solucionado com metalização prévia da amostra que, no entanto, pode prejudicar a qualidade do *EBS*.
- Indexação errônea (*misindexing*) principalmente em cristais de baixa simetria. Pode ser solucionado utilizando a técnica de *EDS* simultaneamente, o que pode aumentar o tempo de aquisição consideravelmente, no entanto.

#### 1.5. Modelagem Viscoplastica Auto Consistente - VPSC

A modelagem viscoplastica auto consistente (*Viscoplastic Self-Consistent– VPSC*) é baseada na Lei Viscoplastica, que simula o desenvolvimento de orientações cristalográficas preferenciais (*CPO*) com base na atuação de mecanismos de *dislocation creep*, definidos nos diversos cristais componentes de um agregado policristalino, durante evolução deformacional.

*Dislocation creep* é um mecanismo de deformação que envolve a migração de defeitos cristalinos lineares (*dislocations*) em um plano e direção (vetor de Burgers) bem definidos no cristal, durante deformação plástica. Este conjunto de plano e direção de migração de *dislocations* é denominado *slip system*. A facilidade de ativação de um *slip system* é dada pela tensão cisalhante resolvida crítica (*Critical Resolved Shear Stress – CRSS*), cuja magnitude é dependente dos parâmetros de cela unitária e da força das ligações atômicas (Knoll *et al.* 2009).

Na abordagem *VPSC*, a acomodação da deformação ocorre quando um ou mais *slip systems* se tornam ativos, assim que a tensão cisalhante resolvida crítica para cada sistema é excedida. A taxa de cisalhamento (*shear rate*) induzida em um *slip system*  $s_{ij}$  é relacionada ao tensor de tensões deviatório  $\underline{s}$ , pela Lei Viscoplastica (Lebensohn & Tomé 1993):

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}^0 \left( \frac{\tau_r^s}{\tau_0^s} \right)^{n^s} = \dot{\gamma}^0 \left( \frac{r_{ij}^s s_{ij}}{\tau_0^s} \right)^{n^s} \quad \text{Eq. (4)}$$

onde  $\dot{\gamma}^0$  é a taxa de deformação (*strain rate*) de referência,  $n^s$  o expoente de tensão (*stress exponent*),  $\tau_r^s$  a tensão de cisalhamento resolvida (*resolved shear stress*),  $\tau_0^s$  a tensão cisalhante resolvida crítica (*critical resolved shear stress*) e  $r_{ij}^s$  o Tensor de Schmid, que relaciona geometricamente a tensão aplicada ao *slip system* ativo, denotado pelo plano e direção de *slip*. A soma das taxas de deformação em todos *slip systems* resultará na taxa de deformação  $\dot{\epsilon}$ . A simplificação “*one site*” (Molinari *et al.* 1987, Lebehnsohn & Tomé 1993) relaciona o estado microscópico à resposta do agregado policristalino por uma média volumétrica:

$$\langle s \rangle = \underline{\Sigma} \quad \text{and} \quad \langle \dot{\epsilon} \rangle = \underline{\dot{E}} \quad \text{Eq. (5)}$$

Na abordagem VPSC, a influência entre grãos vizinhos não é diretamente levada em consideração. Ao invés disso, a interação entre cada grão e seu entorno é continuamente substituída pela interação entre uma inclusão em forma elíptica, com uma orientação cristalográfica similar ao grão considerado, e um meio equivalente homogêneo (*Homogeneous Equivalent Medium - HEM*) infinito. Esta interação é realizada de modo tangencial ao grão e seu comportamento é a média ponderada do agregado, resultando em tensão e taxa de deformação uniforme em cada grão. A abordagem de Eshelby (1957) é usada para solucionar o problema da deformação de uma inclusão elíptica em um meio infinito homogêneo:

$$\dot{\epsilon}_{ij} - \dot{E}_{ij} = -\alpha \tilde{M}_{ijkl} (s_{kl} - \Sigma_{kl}) \quad \text{Eq. (6)}$$

onde  $\tilde{M}$  é o tensor de interação, relacionado com as propriedades reológicas do agregado e forma dos grãos,  $\alpha$  é uma constante usada para parametrizar a interação entre os grãos e o *HEM*, modificando a rigidez das condições cinemáticas impostas ao agregado. Por exemplo, utilizando o valor de  $\alpha=0$ , correspondente ao modelo de Taylor (limite superior), assume-se deformação (*strain*) homogênea ao nível macroscópico (i.e. do agregado), requerendo que ao menos 5 *slip systems* independentes estejam ativos para manter homogeneidade na deformação, segundo o Critério de Von Mises (Taylor 1938, Lister *et al.* 1978). Um valor de  $\alpha$  tendendo ao infinito leva ao modelo de equilíbrio de tensões (limite inferior) i.e., assume-se que todos cristais experimentam o mesmo estado de tensões (*stress state*). Um valor de  $\alpha=1$  corresponde ao modelo tangencial VPSC, utilizado neste trabalho. O modelo VPSC permite que deformação (*strain*) e tensão (*stress*) microscópicos (i.e. em escala

de grão) difira das quantidades macroscópicas (i.e. relativo ao agregado). Neste modelo a compatibilidade de deformação (*strain compatibility*) e o equilíbrio de tensões (*stress equilibrium*) são assegurados na escala do agregado, representado como uma média volumétrica da tensão (*stress*) e da taxa de deformação (*strain rate*) dos grãos (Tommasi 1998).

Quando a convergência numérica é alcançada pelo modelo, em cada etapa de deformação, a orientação e a forma dos grãos são recalculadas. A rotação do retículo cristalino para cada grão é dada por (Lebehnsohn & Tomé 1993):

$$\dot{\omega}_{ij} = \dot{\Omega}_{ij} + \Pi_{ijkl} S_{klmn}^{-1} \dot{\epsilon}_{mn} - \sum_s 1/2 (b_i n_j - b_j n_i)^s \dot{\gamma}^s \quad \text{Eq. (7)}$$

Onde  $\dot{\Omega}$  é o componente anti-simétrico do gradiente de velocidade macroscópico  $L$ . O segundo termo é a reorientação da inclusão elipsoidal, dependente da diferença entre a taxa de deformação do grão e do agregado, e que aumenta proporcionalmente à distorção do elipsoide. O último termo é o componente antissimétrico da taxa de distorção plástica.

Os modelos *VPSC* neste trabalho foram avaliados para três modelos cinemáticos distintos: cisalhamento puro (Número de vorticidade cinemática  $W_k = 0$ ), cisalhamento simples ( $W_k = 1$ ) e transpressão ( $W_k = 0.2, 0.5$  e  $0.8$ ). Seus gradientes de velocidade ( $L$ ) são dados pelos seguintes tensores de 2ª ordem:

Cisalhamento puro:

$$L = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \dot{\gamma} \quad \text{Eq. (8)}$$

Cisalhamento simples:

$$L = \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \dot{\gamma} \quad \text{Eq. (9)}$$

Transpressão (Jiang 2014):

$$L = \begin{pmatrix} 0 & \cos \alpha & 0 \\ 0 & -\sin \alpha \sin \beta & 0 \\ 0 & \sin \alpha \cos \beta & \sin \alpha \sin \beta \end{pmatrix} \dot{\gamma} \quad \text{Eq. (10)}$$

onde  $\dot{\gamma}$  é a taxa de deformação,  $\alpha$  o ângulo de convergência e  $\beta$  o ângulo de mergulho do plano de cisalhamento (Figura 6). No regime de transpressão o ângulo de convergência  $\alpha$  varia entre 0, quando há a predominância de cisalhamento simples, a 90° para cisalhamento puro. Correlações entre  $\alpha$  e a vorticidade de cisalhamento

foram modeladas para distintas trajetórias cinemáticas por Fossen *et al.* (1994) e podem ser simplificadas pelo fator de vorticidade,  $W_k$ , que varia entre 0 a 1 à medida que a componente de cisalhamento simples predomina sobre a de cisalhamento puro. Nos modelos apresentados neste trabalho a simplificação monoclinica ( $\beta = 90^\circ$ ) foi empregada. A taxa de deformação foi fixada em  $10^{-14} \text{ s}^{-1}$ , valor médio esperado para um ambiente de deformação natural (Siemes *et al.* 2003).

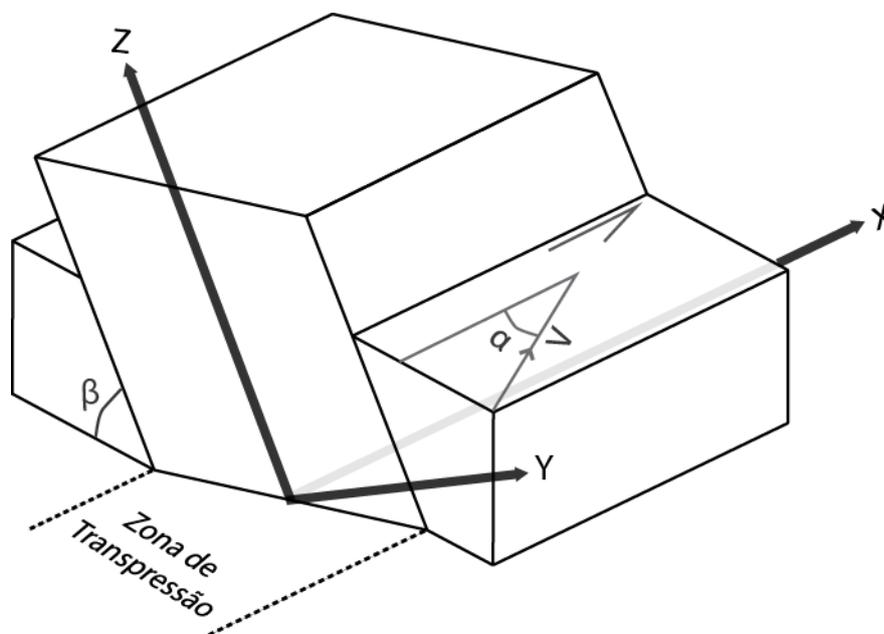


Figura 6: Elementos geométricos do regime transpressivo:  $\alpha$  é o ângulo entre o plano de cisalhamento e o vetor de convergência ( $v$ ) e  $\beta$  é o ângulo de mergulho do plano de cisalhamento. Modificado de Jiang (2014).

A tensão de cisalhamento crítica (*CRSS*) entre os principais *slip systems* descritos para hematita, prismático  $\{a\}\langle m \rangle$  e basal  $\{c\}\langle a \rangle$  (Figura 7), foi escolhida de forma a analisar a influência de cada *slip system* no desenvolvimento de orientações cristalográficas preferenciais em agregados de hematita naturalmente deformados. Três condições foram avaliadas para diferentes razões de *CRSS* entre os dois *slip systems*: **a)**  $\{a\}\langle m \rangle : \{c\}\langle a \rangle = 20:1$ , **b)**  $\{a\}\langle m \rangle : \{c\}\langle a \rangle = 1:1$  e **c)**  $\{a\}\langle m \rangle : \{c\}\langle a \rangle = 1:20$ . Utilizando um valor de *CRSS*=1 MPa significa que o *slip system* relacionado irá provavelmente acomodar deformação mais facilmente que o que possui valor de 20 MPa, considerado um *slip system* de difícil ativação.

Os modelos foram avaliados utilizando um expoente de tensão  $n^s = 3$ , esperado para deformação de hematita dentro do regime de *dislocation creep* (Siemes *et al.* 2003). Modelos de desenvolvimento de *CPO* foram obtidos a partir de 500 orientações (grãos) aleatórias, sujeitas a 20 etapas de deformação (*strain steps*) de  $\epsilon_{eq}=0.05$  ( $\gamma=0.0865$ ), até o máximo de  $\epsilon_{eq}=1.0$  ( $\gamma=1.73$ ). Por fins de simplificação são

apresentadas as seguintes etapas de deformação equivalente (*Von Mises equivalent strain*): I)  $\epsilon_{eq}=0.25(\gamma=0.43)$ , II)  $\epsilon_{eq}=0.5(\gamma=0.87)$  e III)  $\epsilon_{eq}=1.0(\gamma=1.73)$ .

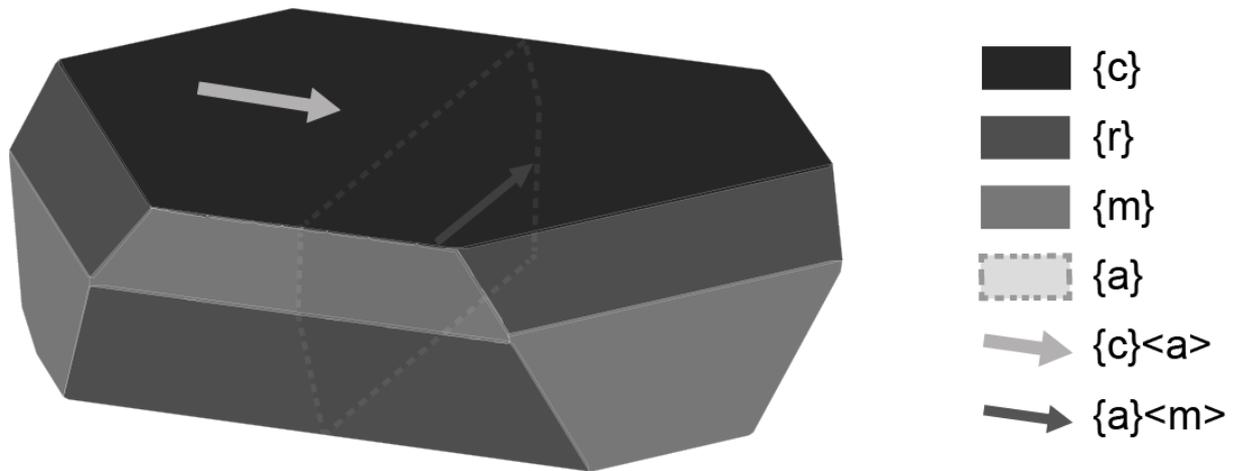


Figura 7: *Slip systems* de hematita. A direção de slip (vetor de Burgers) é indicada pelas setas.

**2. TEXTURE DEVELOPMENT DURING PROGRESSIVE DEFORMATION OF HEMATITE AGGREGATES: CONSTRAINTS FROM VPSC MODELS AND NATURALLY DEFORMED IRON OXIDES FROM MINAS GERAIS, BRAZIL**

Artigo aceito para publicação no Periódico *Journal of Structural Geology* em  
24/07/2016. DOI: 10.1016/j.jsg.2016.07.009

## **Abstract**

We show that naturally-deformed hematite from the Quadrilátero Ferrífero Province, Minas Gerais, Brazil, develops CPOs by dislocation creep, strongly influenced by basal plane parallel glide, even when this is not the favored slip system. Characterization of microstructure and texture, particularly intragranular misorientations, of naturally deformed hematite aggregates by EBSD allowed us to determine the importance of different slip systems, and confirm dislocation creep as the dominant deformation mechanism. Viscoplastic self-consistent (VPSC) models were constructed to constrain the slip systems required to operate for the observed CPO to develop, and its rheological implications. Changes in the CRSS ratio of hematite prism and basal slip systems and deformation regime lead to the development of distinct patterns of hematite crystallographic orientations. The basal slip-dominated simple shear model is the only one that can develop quasi-single-crystal CPO of the kind observed in highly deformed rocks from Quadrilátero Ferrífero. Comparison between naturally deformed hematite aggregates and VPSC models shows that CPO development of hematite is strongly influenced by a highly viscoplastic anisotropy through dislocation creep on hematite basal plane. Nonetheless, our results demonstrate that even the unfavorable slip systems should be regarded when the bulk rheology of mineral aggregates is evaluated.

### **2.1. Introduction**

The way that iron ores accommodate deformation, at increasing temperature and strain, is of great interest since it involves important changes in the physical properties and, consequently, the economic potential of the ore bodies. Hematite, the main worldwide iron ore forming mineral, has been experimentally deformed in compression and torsion experiments, both as single crystals (Veit 1922, Hennig-Michaeli & Siemes 1982, Siemes *et al.* 2008) and aggregates (Hennig-Michaeli 1977, Siemes *et al.* 2000, 2003, 2008, 2011, Rosière *et al.* 2001), together with analyses of the resulting microstructures by different approaches provided extensive evidence on the main deformation mechanisms operating in naturally deformed aggregates. The hematite twin and slip system modes activated at various conditions are summarized (Siemes *et al.* 2008) in Tables 1 and 2, respectively.

Table 1

## Hematite twinning modes

r- twin	c -twin
$K1=(\bar{1}012)$ $N1=[\bar{1}01\bar{1}]$	$K1=(0001)$ $N1=[10\bar{1}0]$
$K1=(1\bar{1}02)$ $N1=[1\bar{1}0\bar{1}]$	$K1=(0001)$ $N1=[\bar{1}100]$
$K1=(01\bar{1}2)$ $N1=[01\bar{1}\bar{1}]$	$K1=(0001)$ $N1=[0\bar{1}10]$

Table 2

## Hematite slip systems modes

(c) <a> slip	{a} <m> slip
$c(0001)$ $a[2\bar{1}\bar{1}0]/[\bar{2}110]$	$a(2\bar{1}\bar{1}0)$ $m[0\bar{1}10]/[01\bar{1}0]$
$c(0001)$ $a[\bar{1}2\bar{1}0]/[1\bar{2}10]$	$a(\bar{1}2\bar{1}0)$ $m[10\bar{1}0]/[\bar{1}010]$
$c(0001)$ $a[\bar{1}\bar{1}20]/[11\bar{2}0]$	$a(\bar{1}\bar{1}20)$ $m[\bar{1}100]/[1\bar{1}00]$

Due to their economic importance, naturally deformed iron ores from the Quadrilátero Ferrífero have been extensively studied over the past few decades. In addition, the iron formation strata in the Quadrilátero Ferrífero are often used as a guide unit due to its presence throughout the area. Wherever geological interpretations for interbedded units are not possible, the iron formation strata can be used as a proxy for regional tectonometamorphic processes. Lagoeiro (1998) and Barbosa & Lagoeiro (2010) described how topotactic transformation between magnetite and hematite influenced how deformation was accommodated. According to these authors, the interphase boundaries are parallel to the planes of easy microfracturing in magnetite. This would allow crystallographic control on mineral dissolution/precipitation process (Hicks *et al.* 1986, Becker *et al.* 1995) in a pressure solution model, under high normal stress. Progressive strain along with dissolution/precipitation processes ultimately generates a penetrative foliation with the hematite c-axes parallel to the pole of the foliation and the hematite <a>-axes distributed along the foliation plane. Combining field data, microstructural, textural and geochemical studies, Rosière *et al.* (2001, 2006, 2013) proposed a Neoproterozoic age of the mineralization into high-grade iron ores, related to thick shear zones developed during the Pan-African/Brasiliano Orogeny. According

to these authors, dislocation glide on hematite basal plane and fluid assisted dissolution process are the main deformation mechanisms associated with strain partitioning during deformation of iron ores. At a local scale, Morales *et al.* (2008) evaluated microstructural and CPO development of hematite, at hinge and limb zones of a metric folded iron ore body from the Conceição Mine, northeast of Quadrilátero Ferrífero. Their results show a small increase in grain size and a noticeable increase in aspect ratio towards the fold hinge. This effect is inferred to be resulted by a preferential accommodation of strain at the hinge zone. The 3D strain path had no noticeable effects on hematite pole figures, apart from a strengthening of the crystallographic preferred orientation (CPO) pattern and a slight concentration of  $\langle a \rangle$  axes maxima for L-tectonites. The results were interpreted to indicate basal glide, followed by grain boundary sliding (GBS) along the hematite basal planes, assisted by its strong shape anisotropy and by fluid percolation. Since GBS occurred as rotations along the c-axes at the basal plane, the CPO developed during basal glide was not affected. By means of optical microscopy and EBSD, Mendes & Lagoeiro (2012) characterized, quantitatively and qualitatively, the microstructure and texture of samples from different metamorphic domains of Quadrilátero Ferrífero. These authors demonstrated that the CPO strength increases towards the eastern domains, along with an increase in strain and temperature, from almost random textures to quasi-single-crystal type CPOs. For low strain deformation domains, the authors identified microfracturing and dissolution/precipitation creep as the main deformation mechanisms to have affected the magnetite bearing hematite aggregates. Towards the eastern domains, dislocation glide on hematite basal plane and, possibly, GBS were considered preponderant deformation mechanisms. As highlighted in some of these papers (e.g. Morales *et al.* 2008 and Mendes & Lagoeiro 2012) there is no direct evidence for recrystallization of naturally deformed hematite aggregates in Quadrilátero Ferrífero.

There are still some aspects of the textural evolution of naturally deformed hematite aggregates that are not yet fully understood. For instance, why do low strain aggregates have random CPOs, and why do other aggregates have single crystal-like CPOs? To understand how the CPO on hematite aggregates evolves, assuming a dominant dislocation glide mechanism and an initial random texture, we have performed a series of CPO evolution simulations using the viscoplastic self-consistent approach (VPSC). The results of these simulations were benchmarked to CPO analyses of 16 hematite aggregates from distinct metamorphic and deformation

domains of Quadrilátero Ferrífero, via EBSD. These analyses allowed correlation of the textures of these aggregates to the deformation process that prevails in each case and its contribution on accommodation of strain. The lack of strain markers in the banded iron formations of Quadrilátero Ferrífero makes difficult to establish a quantitative relation between strain and CPO intensity (Rosière *et al.* 2001). VPSC models are particularly useful in this context, since it allows to examine the CPO development, based on dislocation creep and twinning, along a defined deformation path. Although viscoplastic models can only provide information based on dislocation glide and twinning and, therefore, no dynamic recrystallization processes are taken into account, texture development of naturally deformed minerals such as olivine (Tommasi *et al.* 2000), clinopyroxene (Bascou *et al.* 2002), quartz (Wenk 1989, Canova 1994, Morales *et al.* 2011, 2014), calcite (Lebensohn *et al.* 1998), and ice (Castelneau *et al.* 1997, Montagnat *et al.* 2012) have been successfully modelled by VPSC. These results indicate that dislocation creep may be the primary mechanism that influences CPO development in these cases and support the idea that VPSC models are able to simulate the texture development of naturally deformed minerals. Nevertheless, while the intensity of modelled CPO increases continuously for progressive strain, CPO of naturally and experimentally deformed minerals tends to stabilize due to dynamic recrystallization (Tommasi 1998), which weakens the CPO. Modelled CPO might, therefore, overestimate CPO intensity towards high strain.

## **2.2. Geologic background**

The Quadrilátero Ferrífero region is located at the southern end of the São Francisco Craton comprising a total area of 7000 km<sup>2</sup> (Figure 1). Its stratigraphic sequence is marked by an Archean granite-gneiss basement, followed by a supracrustal sequence of meta-volcanic-sedimentary rocks, comprising the Archean to Paleoproterozoic Rio das Velhas and Minas Supergroups and, lastly, the allochthonous Itacolomi Group (Alkmim & Marshak 1998). The structural complexity of this area is related to two tectono-thermal collisional and extensional events. The Transamazonian Cycle (2 - 2.1 Ga) generated the dome (Archean granitoids/gneiss) and keel (Archean to Paleoproterozoic supracrustals) structure and the Brasiliano cycle (0.65 - 0.5 Ga) is characterized by west-verging fold and thrust belts, and a strain gradient that increases towards the east (Rosière *et al.* 2001). Based on the equilibrium mineral assemblages of itabirites and associated metapelites of the Minas Supergroup, Pires (1995) proposed an increase in the metamorphic gradient from greenschist to amphibolite

facies towards the east, spanning a temperature range of 300 - 600° C and confining pressures from 3 to 5 kbar. The Archean to Paleoproterozoic (Cabral *et al.* 2012) banded iron formations of the Itabira Group are found throughout the entire Quadrilátero Ferrífero region.

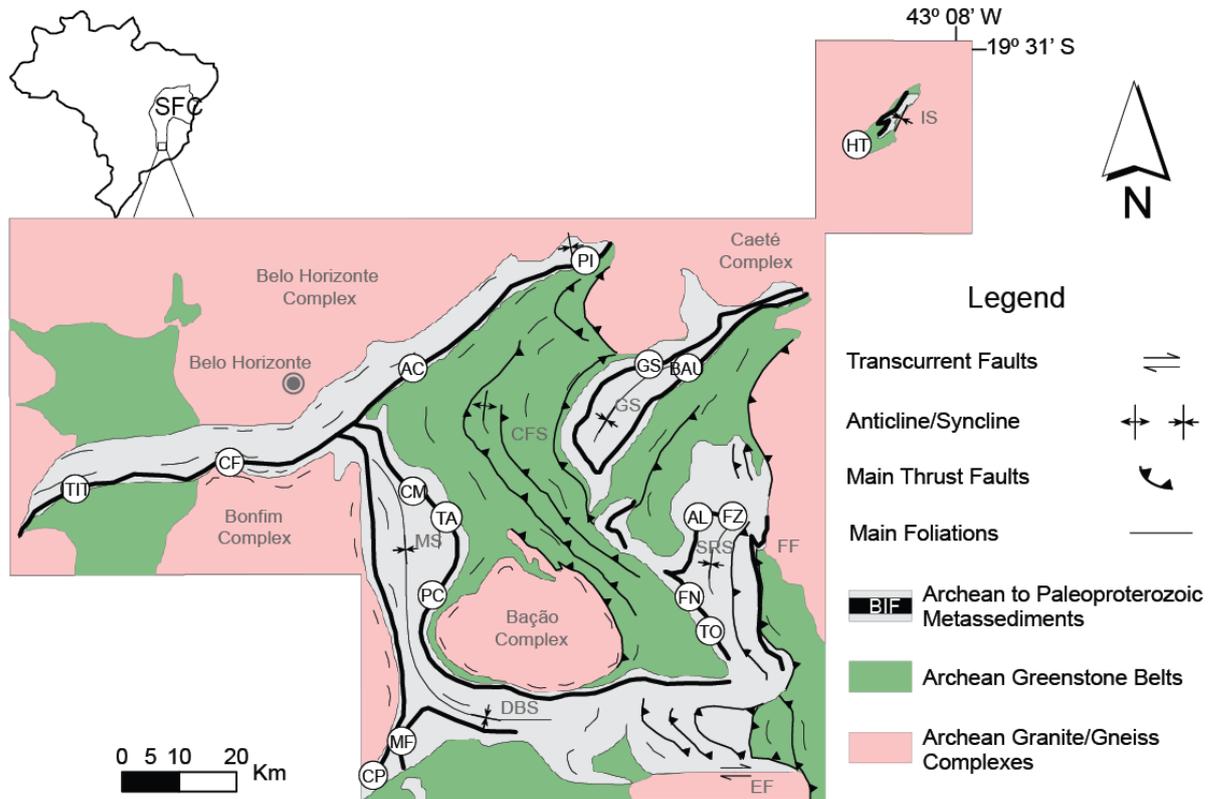


Figure 1: Quadrilátero Ferrífero region and samples locations: AC Águas Claras Mine, AL Alegria Mine, BAU Baú Mine, CF Córrego do Feijão Mine, CM Córrego do Meio Mine, CP Casa de Pedra Mine, FN Fábrica Nova Mine, FZ Fazendão Mine, GS Gongo Soco Mine, HT Itabira Mine, ITIT Itatiaiuçu Mine, MF Fábrica Mine, PC Pico do Itabirito Mine, PI Piedade Mine, TA Tamanduá Mine, TO Timbopeba Mine. Structural domains: CFS Cambotas-Fundão System, DBS Dom Bosco Syncline, EF Engenho Fault, FF Front Fazendão, GS Gandarela Syncline, IS Itabira Syncline, MS Moeda Syncline, SRS Santa Rita Syncline, SFC São Francisco Craton. Modified after Dorr (1969).

### 2.3. Methodology

Hematite-rich iron ore samples were collected from 16 sites in the Quadrilátero Ferrífero region (Figure 1), representing the most complete range of different regional deformation and metamorphic domains and avoiding local artifacts. Samples were examined by optical microscopy, and from this target areas were selected for further studies. Selected EBSD analyses were performed in a JEOL JSM 5510 SEM coupled to a Nordlys HKL-Oxford EBSD detector, at MICROLAB in the Geology Department of the Universidade Federal de Ouro Preto, Brazil. All maps were acquired with accelerating voltage of 20 kV and working distance from 27 to 32 mm. EBSD maps aiming texture quantification were acquired at 250x magnification, with a step size of 2

$\mu\text{m}$ . Detailed maps were also obtained at variable magnifications between 300-500x and step size of 1  $\mu\text{m}$  to characterize grain substructures.

The toolbox MTEX (Hielscher *et al.* 2008) version 4.0.17 for MATLAB was employed for microstructural and quantitative textural analyses. In order to establish proper correlations and comparisons of EBSD data from distinct samples, a unique data treatment routine was carried out. For all samples, EBSD pixels with a mean angular deviation (MAD) higher than  $1.3^\circ$  and grains that did not encompass more than 5 indexed points were excluded. Texture analyses were performed taking into consideration only a single (mean) orientation per grain. Therefore, comparison between our data and those obtained from bulk texture analyses, such as X-ray and Neutron diffraction, should be treated with care. For instance, one point per grain analysis allows for a better correlation between samples with different deformation histories and with the VPSC models, removing bias toward orientations in large grains. EBSD maps were merged for samples with large grains or low contents of hematite. Grains that were not fully included in EBSD maps were also excluded.

Textural data allow the description and quantification of deformation mechanisms in rocks. EBSD methods have been used extensively to examine microstructures and characterize deformation mechanisms (e.g. Prior *et al.* 1999, Wheeler *et al.* 2001, Bestmann & Prior 2003, Halfpenny *et al.* 2004, Valcke 2006, 2007). In this work, we explore those capabilities allied with the versatility of MTEX in order to gather widespread information on texture development of hematite aggregates.

### 2.3.1. Viscoplastic Self-Consistent Method

The viscoplastic self-consistent approach is based on the viscoplastic law that predicts texture development when dislocation glide and twinning occur. In the VPSC approach, deformation takes place when one or more slip systems becomes active as its critical resolved shear stress - CRSS, is exceeded, to accommodate the imposed deformation. The shear rate induced in a crystal slip system is related to the local deviatoric stress tensor  $\underline{s}$  by the viscoplastic law (Lebensohn & Tomé 1993):

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}^0 \left( \frac{\tau_r^s}{\tau_0^s} \right)^{n^s} = \dot{\gamma}^0 \left( \frac{r_{ij}^s s_{ij}}{\tau_0^s} \right)^{n^s} \quad \text{Eq. (11)}$$

where  $\dot{\gamma}^0$  is the reference strain rate,  $n^s$  the stress exponent,  $\tau_r^s$  the resolved shear stress,  $\tau_0^s$  the critical resolved shear stress and  $r^s$  the Schmid tensor, which relates the applied stress to the glide plane and direction. The sum of the shear rates over all

slip systems provides the strain rate  $\dot{\epsilon}$ . The one site simplification (Molinari *et al.* 1987, Lebehnsohn & Tomé 1993) relates the microscopic state to the polycrystal response by a volume average:

$$\langle \underline{s} \rangle = \underline{\Sigma} \text{ and } \langle \dot{\underline{\epsilon}} \rangle = \underline{\dot{E}} \quad \text{Eq. (12)}$$

In VPSC, the influence of neighboring grains is not directly taken into account. Instead, interactions between each grain and its surroundings are continually replaced by the interaction between an elliptical inclusion with an equivalent crystal orientation in an infinite homogeneous equivalent medium (HEM). This interaction has a tangent function and its behavior is the weighted average of the aggregate, resulting in a uniform strain rate and stress in each grain. The approach of Eshelby (1957) is used to solve the problem of a deformed ellipsoidal domain in an infinite homogeneous media (Eq. 3).

$$\dot{\epsilon}_{ij} - \dot{E}_{ij} = -\alpha \tilde{M}_{ijkl} (s_{kl} - \Sigma_{kl}) \quad \text{Eq. (13)}$$

Where  $\tilde{M}$  is the interaction tensor, related to the rheological properties of the aggregate and the shape of the grains, and  $\alpha$  is a constant used to parameterize the interaction between grains and the HEM, modifying the stringent kinematic conditions on grains. A value of  $\alpha=0$  corresponds to the Taylor model (homogeneous strain), that requires at least 5 independent slip systems for strain accommodation to fulfill the Von Mises criteria. A value of  $\alpha=1$  corresponds to the tangent VPSC model and a larger value, usually bigger than 10, to the equilibrium model.

## 2.4. Results and discussion

### 2.4.1. Microstructural development of hematite aggregates

Weakly deformed samples are characterized by a granular microstructure mainly composed of large equant relict grains of magnetite and martitized grains. Quartz, carbonates and iron rich (hematite and goethite) veins (Figure 2.a and b) are rather common. Hematite displays irregular grain boundaries suggesting that solution/precipitation creep is the major grain shape-controlling process. Moderately deformed samples are marked by hematite grains along microshear planes (Figure 2.c), related to incipient axial plane foliation, towards a conspicuous microstructure dominated by platy hematite grains with rare martitized magnetite grains. The shape preferred orientation of hematite grains becomes remarkable, with its major axes aligned parallel to the maximum stretching direction, X (Figure 2.d). Highly deformed

samples are homogeneously composed of hematite grains with a strong shape preferred orientation (Figure 2.e and f). These hematite grains have aspect ratios up to 20:1 (var. specularite) and present straight grain boundaries along their basal plane, parallel to the shear plane.

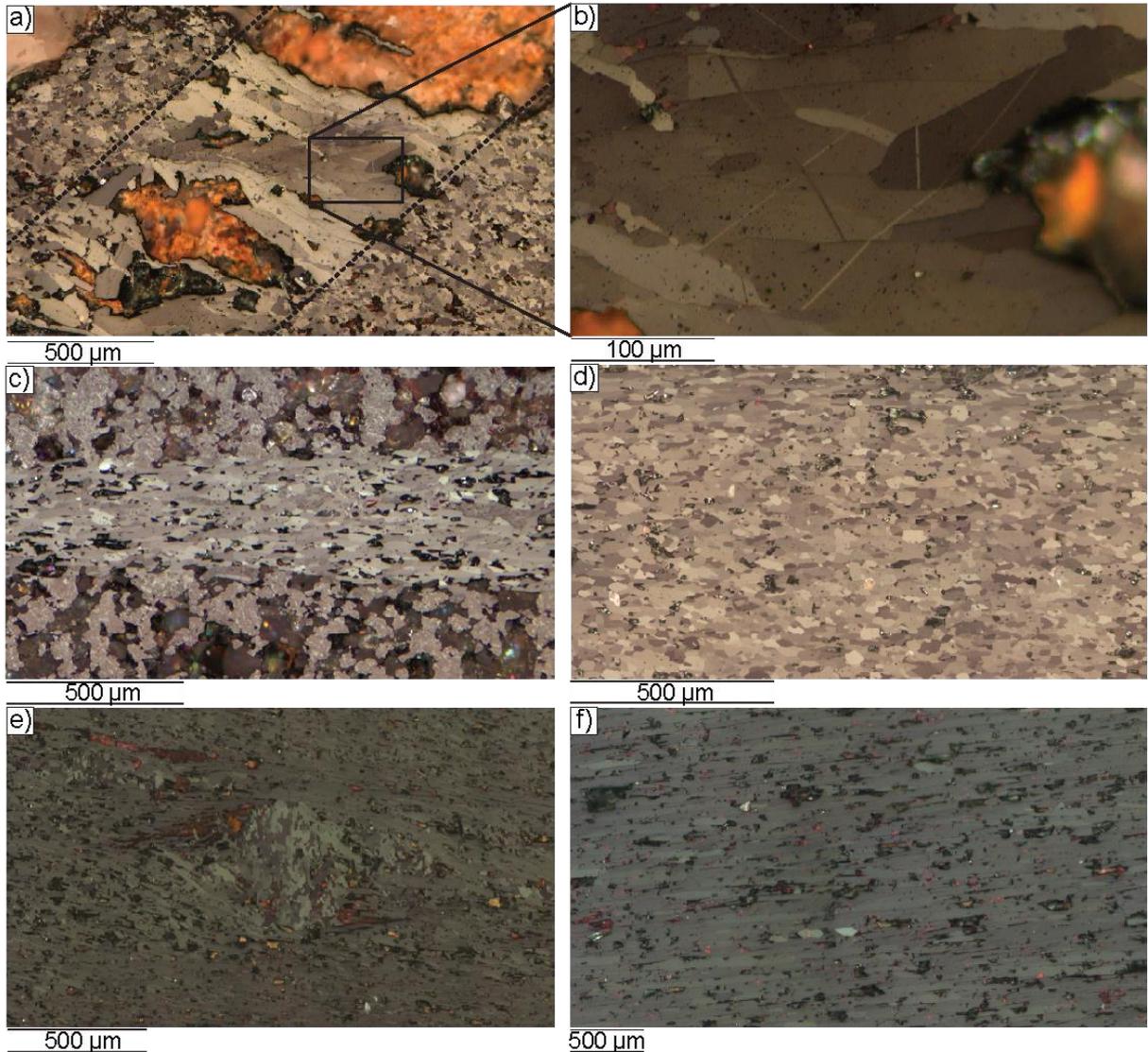


Figure 2: Typical microstructures of Quadrilátero Ferrífero iron ores. a) Veins from Itatiaiuçu Mine (ITIT) sample, filled by elongated hematite grains with its long dimension normal to the vein walls. b) Hematite grains inside the veins presents r-twins parallel and normal to the vein wall. c) Microcroshear in a magnetite rich aggregate from Fábrica Nova Mine (FN). d) Microstructures from Baú Mine (BAU) showing considerable grain shape preferred orientation. e) and f) shows typical features of highly deformed aggregates from Itabira Mine (HT), presenting only sparsely distributed relicts of martitized magnetite grains. Microstructures of these domains are marked by a strong grain shape foliation with the longest axes of the grains parallel to the shear direction (X-axis of the finite strain ellipsoid).

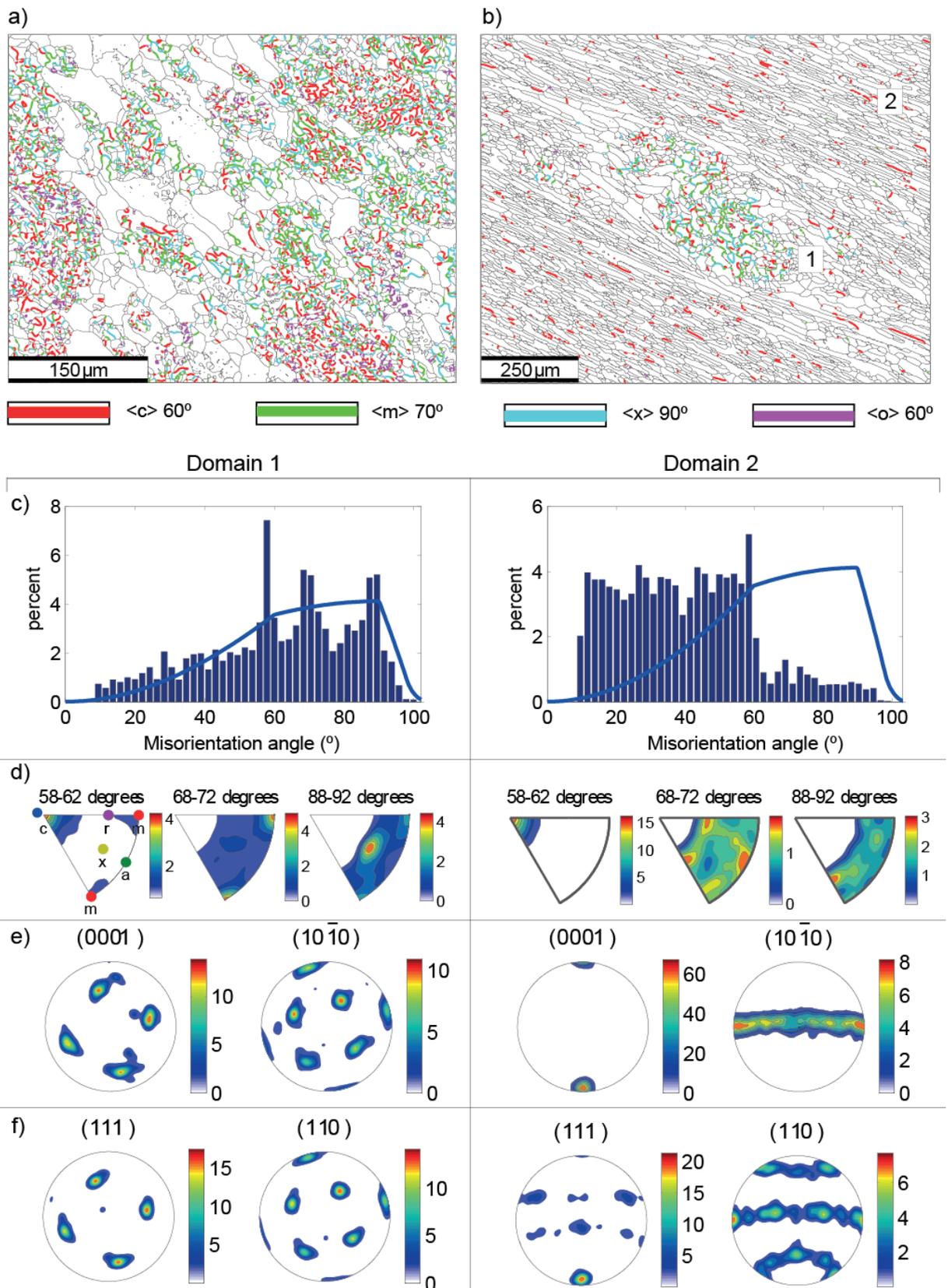


Figure 3: Spatial distribution of hematite  $\langle c \rangle 60^\circ$ ,  $\langle m \rangle 70^\circ$  and  $\langle x \rangle 90^\circ$  and magnetite  $\langle o \rangle 60^\circ$  rotation axes of misorientation from (a) Itatiaiuçu (ITIT) and (b) Itabira (HT) samples. c) Misorientation angle distribution of hematite correlated boundaries and its uniform distribution (blue line), d) rotation axes and e) hematite and f) magnetite pole figures, for domains 1, relict aggregate, and 2, recrystallized matrix from Itabira sample. Lower hemisphere projection, contouring for multiples of uniform distribution (m.u.d.). Domain 1: nHematite = 500, nMagnetite= 500. Domain 2: nHematite=500, nMagnetite=289 (1 point per grain).

#### **2.4.1.1. Hematite grains and subgrains boundaries**

For the grain boundaries analyses, a value of  $15^\circ$  misorientation was chosen to represent hematite subgrain/grain boundary. Due to EBSD critical resolution limitations (Humphreys *et al.* 1999) a lower bound of  $2^\circ$  was chosen. In order to describe properly the misorientation between the parental grains and their subgrains, only one measure of misorientation between the mean orientation of neighboring grains was taken into consideration, removing any bias related to the boundary length or grain size. Subgrain boundaries are found in all strain regimes. The subgrains from low to intermediate strain deformation domains (Figure 4.a and b) present lobate geometry and are positioned near the grain boundaries. The progressive accumulation of strain lead to larger and straighter grain boundaries, mainly parallel to the shear plane. The subgrain misorientation angle increases as the deformation proceeds; Figures 4.a and b show that the bulk distribution of misorientation angle is concentrated around values up to  $10^\circ$ , whereas figure 4.c indicates a larger number of boundaries with the misorientation angle higher than  $10^\circ$ .

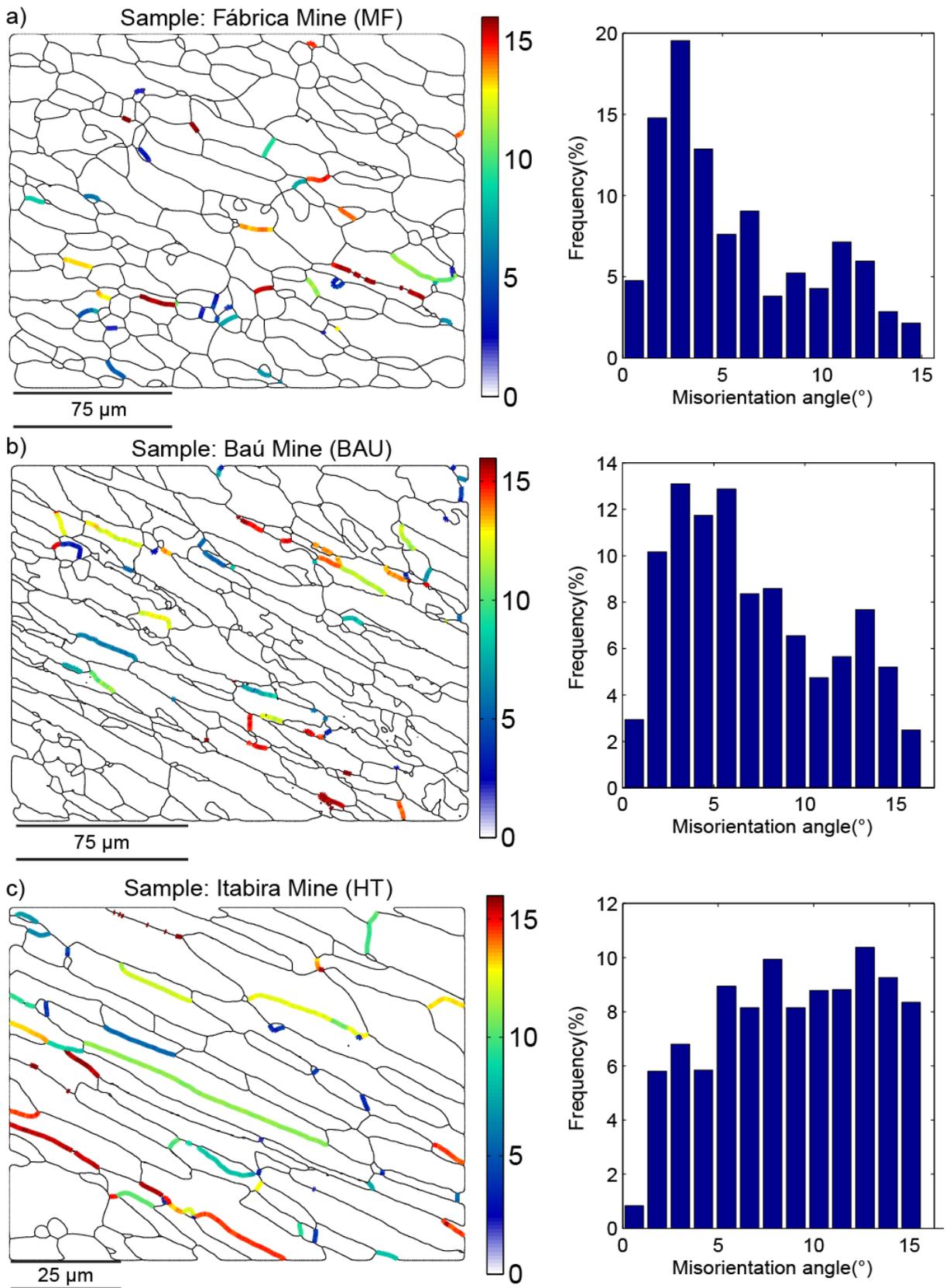


Figure 4: Misorientation angle distribution for subgrain boundaries for Samples from a) Fábrica Mine (MF), b) Baú Mine (BAU) and c) Itabira Mine (IT).

The mean misorientation angle for subgrain boundaries increases with increasing strain. Figure 5 shows a direct relation of texture strength of hematite samples and the

mean misorientation angle of subgrain boundaries as the tectonic strain increases. Thus, our results suggest that the subgrain misorientation angle analyses may work as a valuable strain proxy for hematite.

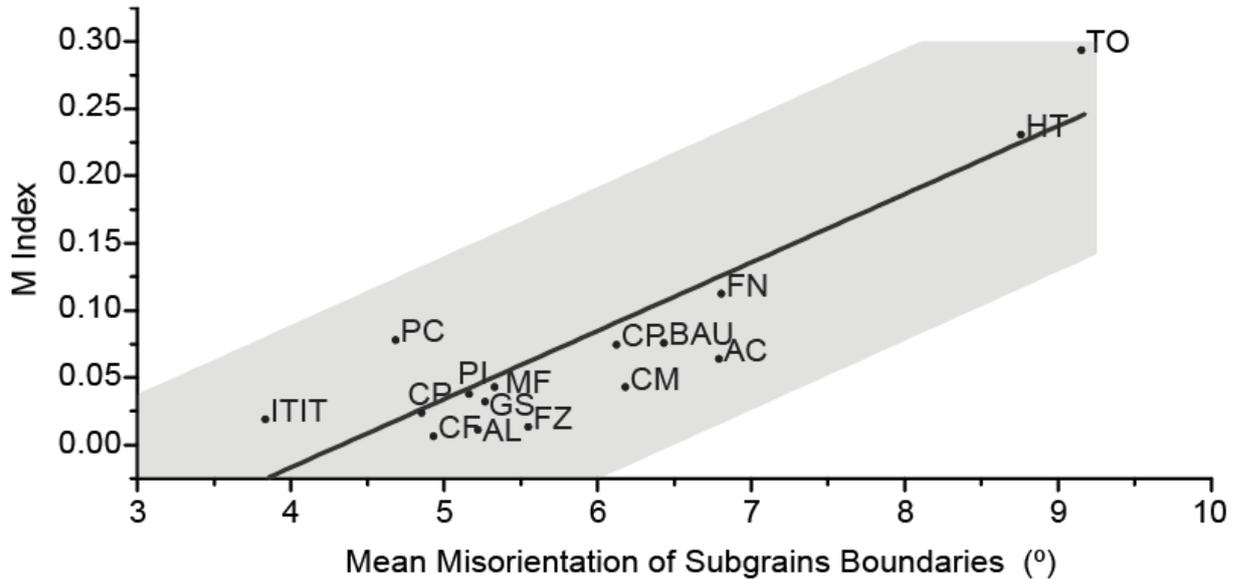


Figure 5: Correlation between misorientation angle distribution of subgrain boundaries and texture strength of all analyzed samples.

#### 2.4.1.2. Hematite twinning

Twinning of hematite are found in distinct strain regimes. Rotations through  $\langle m \rangle = \langle 01\bar{1}0 \rangle 70^\circ$  and  $x = \langle 4\bar{8}43 \rangle 90^\circ$  poles are conspicuously determined in weak to moderately deformed magnetite bearing samples as well as in relict grains (Figure 3 - domain 1). The same twinning relationship was also describe by Siemes (2013). They are disposed on erratic lobate patterns keeping no apparent relationship with the applied stress field. In these domains, hematite CPO is highly dependent on the orientation of magnetite (Figure 3.e and f of domain 1). An example of the resulting crystallographic orientations from topotactic growth of hematite at the expense of magnetite is presented in Table 3. The orientations g1 to g4 represent the four modal orientations, given in Euler angles, of hematite grains from the domain 1 of Figure 3.b. The resulting data show that the misorientation between orientations g<sub>1</sub> and g<sub>2</sub>, g<sub>1</sub> and g<sub>3</sub> and g<sub>2</sub> and g<sub>3</sub> are symmetrically equivalents to the m-twins, while misorientations between g<sub>2</sub> and g<sub>4</sub> and g<sub>3</sub> and g<sub>4</sub> are equivalent to x-twins. This lead us to the conclusion that m and x- “twinning” are artifacts created by the epitaxial growth between magnetite and hematite and that no effective crystal twinning seems to occur. Furthermore, given that magnetite  $o = \langle 111 \rangle 60^\circ$  twinning is rather common on

magnetite-rich aggregates (Figure 3.a), the growth of hematite with its basal (0001) plane parallel to magnetite octahedral {111} planes may generate a hematite-twinning heritage artifact, since both are characterized by rotations through 60° around the poles <c> and <o>. Nonetheless, only basal twinning is significant in highly deformed samples (Figure 3 - domain 2), where it can be found aligned parallel to the shear plane, pointing to a mechanical origin. r-twinning is scarcely noticed and essentially present in large grains found in veins (Figure 2.b) but also in highly deformed crystals, presenting straight boundaries at roughly 35° to  $\sigma_1$  (Ávila *et al.* 2014).

Table 3

Axis and angle of misorientation between topotactic grown hematite crystals

Hematite orientations ( $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$ )°	$g_1$	$g_2$	$g_3$	$g_4$
$g_1: (156.91, 41.64, 251.25)^\circ$	-	$(\bar{1}100)70.59^\circ$	$(30\bar{3}\bar{1})73.93^\circ$	$(\bar{1}012)88.39^\circ$
$g_2: (345.44, 68.19, 351.49)^\circ$	-	-	$(\bar{7}70\bar{1})67^\circ$	$(3\bar{6}3\bar{1}\bar{1})88.54^\circ$
$g_3: (60.21, 61.88, 313.29)^\circ$	-	-	-	$(23\bar{5}9)91.3^\circ$
$g_4: (262.74, 47.88, 104.46)^\circ$	-	-	-	-

#### 2.4.2. Texture development of naturally deformed hematite aggregates

Hematite pole figures from weakly deformed samples (western domains) show a strong maximum of c-axes, which makes a low angle deviation from Z (pole to foliation plane), and an almost random distribution of <a> and <m> axes, with weak concentration along the shear plane (Figure 6.a).

In more deformed samples (eastern domains) the c-axis distributions are clustered, resulting in a fiber texture characterized by a point maxima close to the pole of the foliation; <a> and <m> axes are distributed along girdles approximately parallel to the foliation plane (Figure 6.b).

Hematite from highly strained aggregates displays a strong concentration of crystallographic axes. The c-axes are parallel to the Z-direction, and <a> and <m> axes are distributed along a well-defined girdle parallel to the foliation plane, with maximum concentrations close to the X-direction (Figure 6.c).

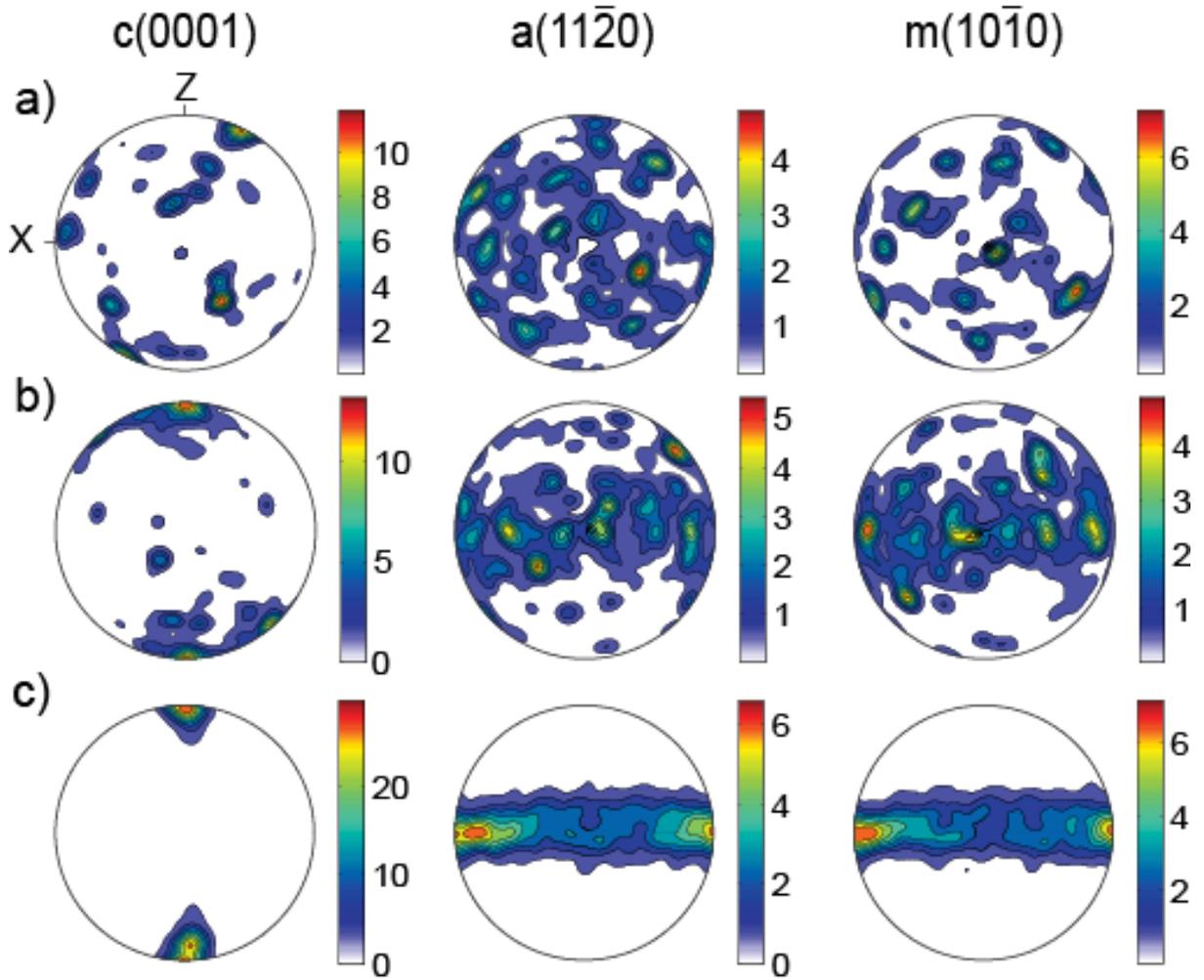


Figure 6: Hematite pole figures from a) Itatiaiuçu, b) Timbopeba and c) Itabira samples representing low, intermediary and high strained aggregates, respectively. Lower hemisphere projection, contouring for multiples of uniform distribution (m.u.d.).  $n=500$  orientations (1 point per grain).

Fabric strength was evaluated for all samples by the M-index (Skemer *et al.* 2005). The M-index is a scalar measure of CPO strength based on the difference of uncorrelated misorientation angle distribution between the analyzed orientations and those from a random fabric. The sum throughout angle distribution ( $\Theta$ ) for a given symmetry can be described by:

$$M = \frac{1}{2} \int |R^t(\theta) - R^0(\theta)| d\theta \quad \text{Eq. (14)}$$

Multiplication by  $\frac{1}{2}$  is a convenience so that the M index ranges from 0, for samples with no CPO, to 1 for samples with a well-defined single crystallographic orientation. Inverse Distance Weighting (IDW) interpolation of data was used to display the M-index distribution throughout the Quadrilátero Ferrífero region (Figure 7). Our results show that the CPO strength agrees with the model of deformation domains proposed

by Rosière *et al.* (2001), suggesting that the fabric strength given by the M-index is an indicator of deformation intensity.

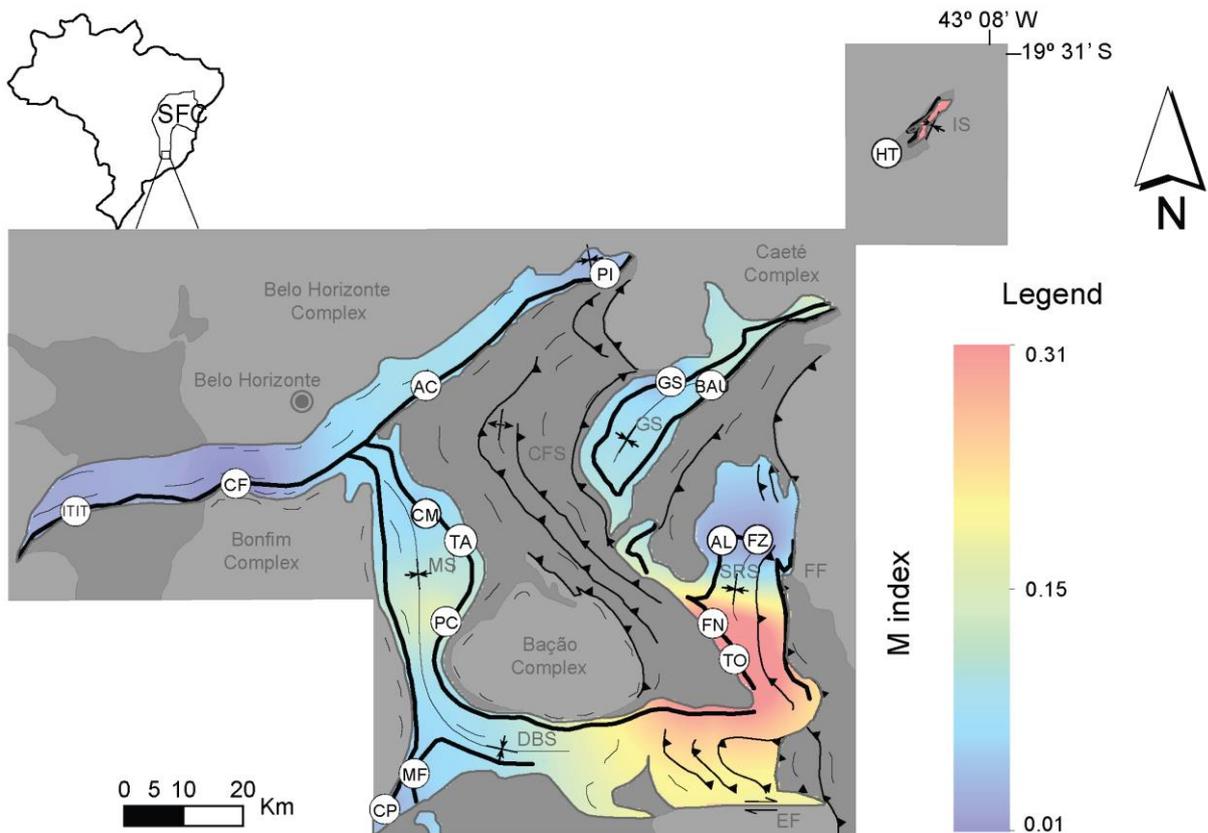


Figure 7: IDW interpolation of texture strength, measured through the M-index, from naturally deformed hematite aggregates from Quadrilátero Ferrífero, Brazil. Base map after Door (1969).

#### 2.4.3. VPSC models for hematite texture development

VPSC models were evaluated for hematite applying a Von Mises equivalent strain up to I)  $\epsilon_{eq}=0.25(\gamma=0.43)$ , II)  $\epsilon_{eq}=0.5(\gamma=0.87)$  and III)  $\epsilon_{eq}=1.0(\gamma=1.73)$ . CRSS of prism  $\{a\}\langle m \rangle$  and basal  $\{c\}\langle a \rangle$  slip systems, described in experimentally and naturally deformed hematite aggregates (Table 1), were chosen in order to analyze the influence of each slip system on the development of CPO of naturally deformed hematite aggregates. Three models were evaluated for different ratios of critical resolved shear stress (CRSS) between the two slip systems: **a)**  $\{a\}\langle m \rangle:\{c\}\langle a \rangle=20:1$ , **b)**  $\{a\}\langle m \rangle:\{c\}\langle a \rangle=1:1$  and **c)**  $\{a\}\langle m \rangle:\{c\}\langle a \rangle=1:20$ . A CRSS of 1 means that the referred slip system will probably accommodate deformation more easily than a value of 20, in which case the slip system is harder to activate. VPSC models were evaluated for three distinct kinematic frameworks: Pure shear (kinematic vorticity number  $W_k=0$ ), simple

shear ( $W_k=1$ ) and transpression ( $W_k= 0.2, 0.5$  and  $0.8$ ). Their respective velocity gradients are given by the following 2<sup>nd</sup> rank tensors:

Pure shear:

$$L = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \dot{\gamma} \quad \text{Eq. (15)}$$

Simple shear:

$$L = \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \dot{\gamma} \quad \text{Eq. (16)}$$

Transpression (Jiang 2014):

$$L = \begin{pmatrix} 0 & \cos \alpha & 0 \\ 0 & -\sin \alpha \sin \beta & 0 \\ 0 & \sin \alpha \cos \beta & \sin \alpha \sin \beta \end{pmatrix} \dot{\gamma} \quad \text{Eq. (17)}$$

where  $\alpha$  is the convergence angle,  $\beta$  the dip angle of the shear plane and  $\dot{\gamma}$  the strain rate. In our models, a monoclinic simplification ( $\beta = 90^\circ$ ) was employed. The strain rate was fixed at  $10^{-14} \text{ s}^{-1}$ , the mean expected value for a naturally deforming environment (Siemes *et al.* 2003). The convergence angle  $\alpha$  ranges from 0 for simple shearing to  $90^\circ$  for pure shearing. The correlations between  $\alpha$  and the vorticity of shear were modeled for distinct kinematic paths by Fossen *et al.* (1994) and can be simplified by a vorticity factor,  $W_k$ , that ranges from 0 to 1 as simple shear prevails over the pure shear component.

All models presented here were obtained with a VPSC tangent interaction, and a stress exponent ( $n^s$ ) value of 3, expected for hematite dislocation creep conditions (Siemes *et al.* 2003). CPO models were obtained from 500 random orientations subjected to strain steps up to  $\epsilon_{\text{eq}}=1.0$  ( $\gamma=1.73$ ).

#### 2.4.3.1. Simple Shear VPSC modelling

CPO patterns from VPSC simple shear models for distinct slip systems CRSS show a substantial variability. Model A (Figure 8.a), when  $\langle a \rangle$  is dominant, for low strain models ( $\gamma=0.43$ ) shows weak c-axes girdles parallel to Z, whilst  $\langle a \rangle$  and  $\langle m \rangle$  are found on weak girdles lying in the XY plane. Increasing strain ( $\gamma=0.87$ ) results in the development of a stronger CPO. For higher strain ( $\gamma=1.73$ ), a single crystal CPO type analogous to highly strained naturally deformed hematite aggregates are generated with c-axes maxima parallel to Z and  $\langle a \rangle$  and  $\langle m \rangle$  maxima parallel to the XY plane.

Nevertheless, models B and C (Figure 8.b and c) show the influence of  $\{a\}\langle m \rangle$  slip, noticed to produce, even for low applied strain ( $\gamma=0.43$ ), c-axes crossed girdles parallel to the YZ plane. The distribution of  $\langle a \rangle$  axes produces elliptical maxima parallel to X and girdles parallel to the YZ plane. On the other hand,  $\langle m \rangle$  axes concentrate parallel to X or form double girdles parallel to the YZ plane. Increasing strain ( $\gamma=0.87$  and  $\gamma=1.73$ ) for models B and C led to clustering of crystallographic orientations without major changes in the distribution pattern. Slip activity, in general, becomes greater in the system with lower CRSS as strain increases. Nonetheless, model B shows a reversal of slip activity for  $\gamma=1.4$ , which probably means that a reorientation of grains forced  $\langle c \rangle \langle a \rangle$  slip system to be active rather than  $\{a\}\langle m \rangle$ , which indicates that, for increasing strain, the basal slip system is favored as fabrics rotates opposite to the sense of shear.

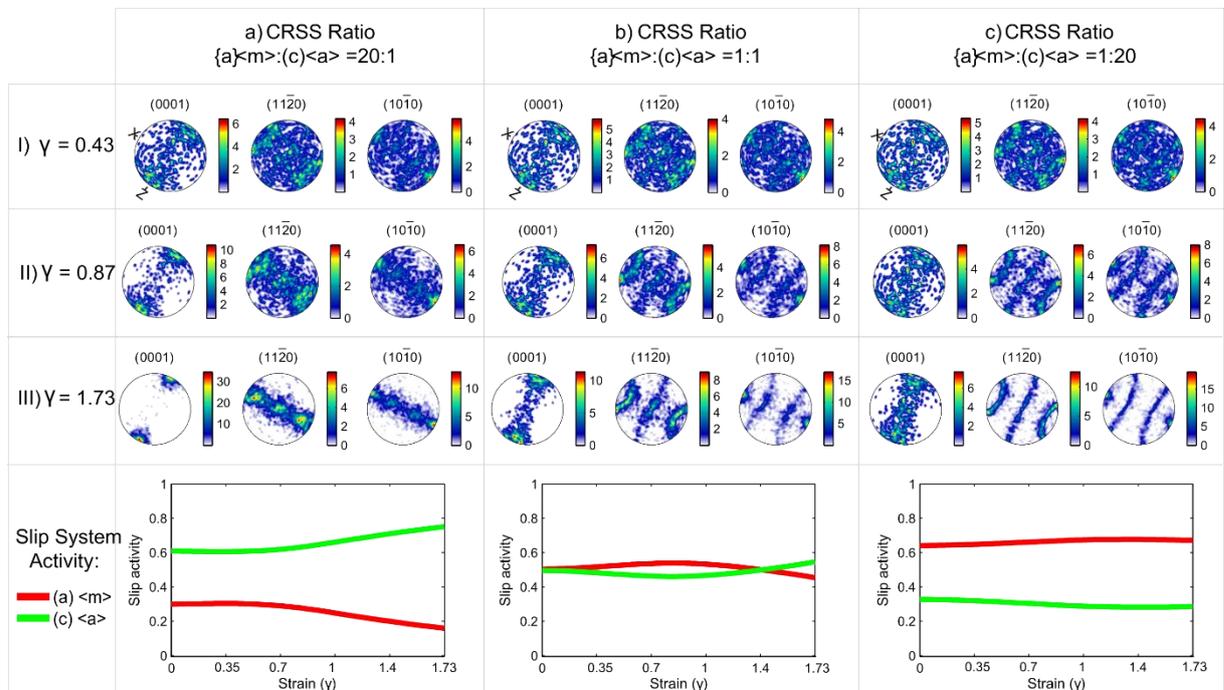


Figure 8: Simple shear VPSC model for a)  $\{a\}\langle m \rangle:(c)\langle a \rangle=20:1$ , b)  $\{a\}\langle m \rangle:(c)\langle a \rangle=1:1$  and c)  $\{a\}\langle m \rangle:(c)\langle a \rangle=1:20$  CRSS ratio. Lower hemisphere projection, contouring for m.u.d.. I:  $\gamma=0.43$ , II:  $\gamma=0.87$ , III:  $\gamma=1.73$ .  $n=500$  orientations.

#### 2.4.3.2. Pure Shear VPSC modelling

Changing the ratios of CRSS on the various slip systems results in no noticeable change in the pole figures produced by the VPSC pure shear models. Model A (Figure 9.a) shows that c-axes maxima become parallel to Z even for low applied strain ( $\epsilon_{eq}=0.25$ ) towards a strong circular maxima for higher strain models ( $\epsilon_{eq}=1$ ).  $\langle a \rangle$  axes are distributed in double girdles that are flattened on the XY plane as the strain increases. Moreover, a strong maximum parallel to Z develops, increasing the

contribution of  $\{a\} \langle m \rangle$  slip system on the strain accommodation.  $\langle m \rangle$  axes show a single girdle pattern lying in the XY plane, developing a discrete maximum clustering in this plane. Models A and B show a major activity of the basal slip leading to the development of a well-defined fiber texture centered on the c-axes, very similar to the simple shear models, although the  $\langle a \rangle$  and  $\langle m \rangle$  maxima are not well-developed. Nonetheless, model C shows higher activity of prism slip, mainly for lower strains, generating the  $\langle a \rangle$  maxima. The reversal of the slip system activity around  $\epsilon_{eq} = 0.6$  shows that the basal slip system has major geometric influence on strain accommodation even when it is not supposed to be active, since CRSS of prism slip is 20 times lower.

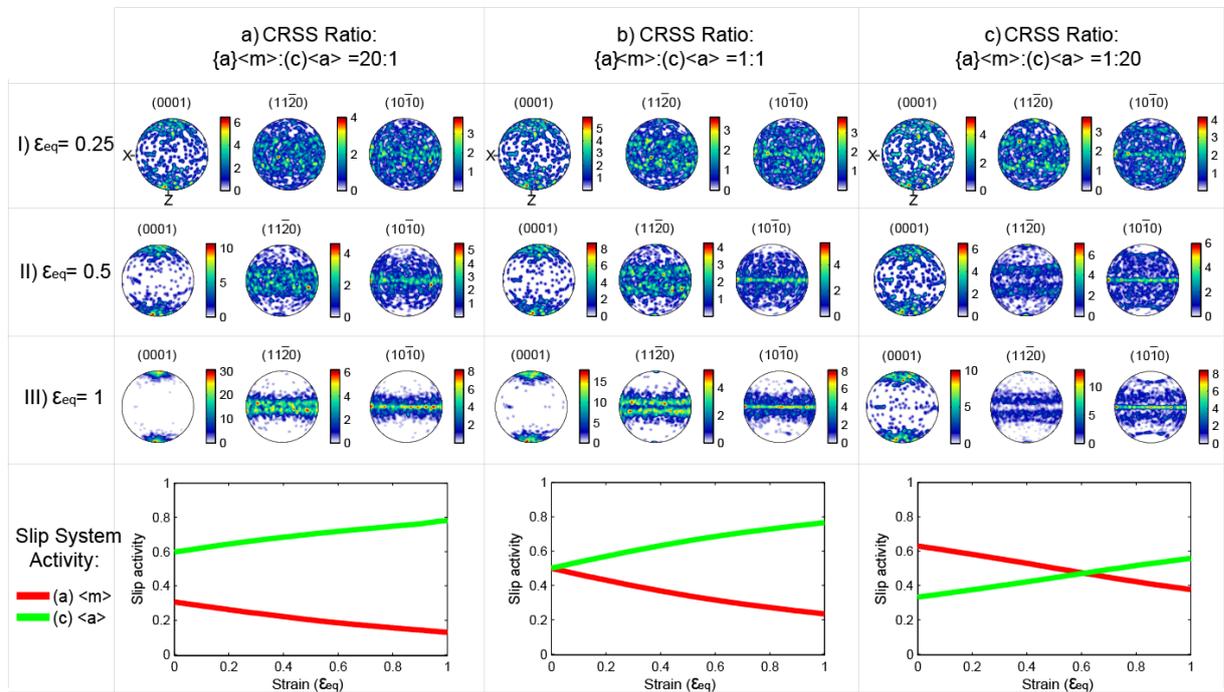


Figure 9: Pure shear VPSC model for a)  $\{a\} \langle m \rangle : (c) \langle a \rangle = 20:1$ , b)  $\{a\} \langle m \rangle : (c) \langle a \rangle = 1:1$  and c)  $\{a\} \langle m \rangle : (c) \langle a \rangle = 1:20$  CRSS ratio. Lower hemisphere projection, contouring for m.u.d.. I:  $\epsilon_{eq} = 0.25$ , II:  $\epsilon_{eq} = 0.5$ , III:  $\epsilon_{eq} = 1$ .  $n = 500$  orientations.

### 2.4.3.3. Transpression VPSC modelling

The results for model A (Figure 10) are very similar to pure and simple shear models for  $\{a\} \langle m \rangle : (c) \langle a \rangle$  CRSS ratio of 20:1, where at lower vorticity the deformation resembles pure shear models, and at higher vorticity it resembles simple shear models. Rotation of fabrics seems to be the most noticeable effect on the deformation dominated by simple shear. It is notorious for lower strains and for progressive deformation that the  $\langle a \rangle$  and  $\langle m \rangle$  axes tends to rotate back towards a parallelism to the shear plane. As strain increases, c-axes maxima become more concentrated

around Z.  $\langle a \rangle$  axes distribution develops double girdles with a decreasing opening angle for increasing strain and decreasing vorticity. For low strain,  $\langle m \rangle$  axes develop weak girdles parallel to the XY plane that tend to be sharper as the strain increases ( $\epsilon_{eq}=1$ ). The slip activity has no considerable changes for increasing vorticity. The basal slip accommodates the deformation from 70% for  $\epsilon_{eq}=0.25$  up to 80% for  $\epsilon_{eq}=1$ .

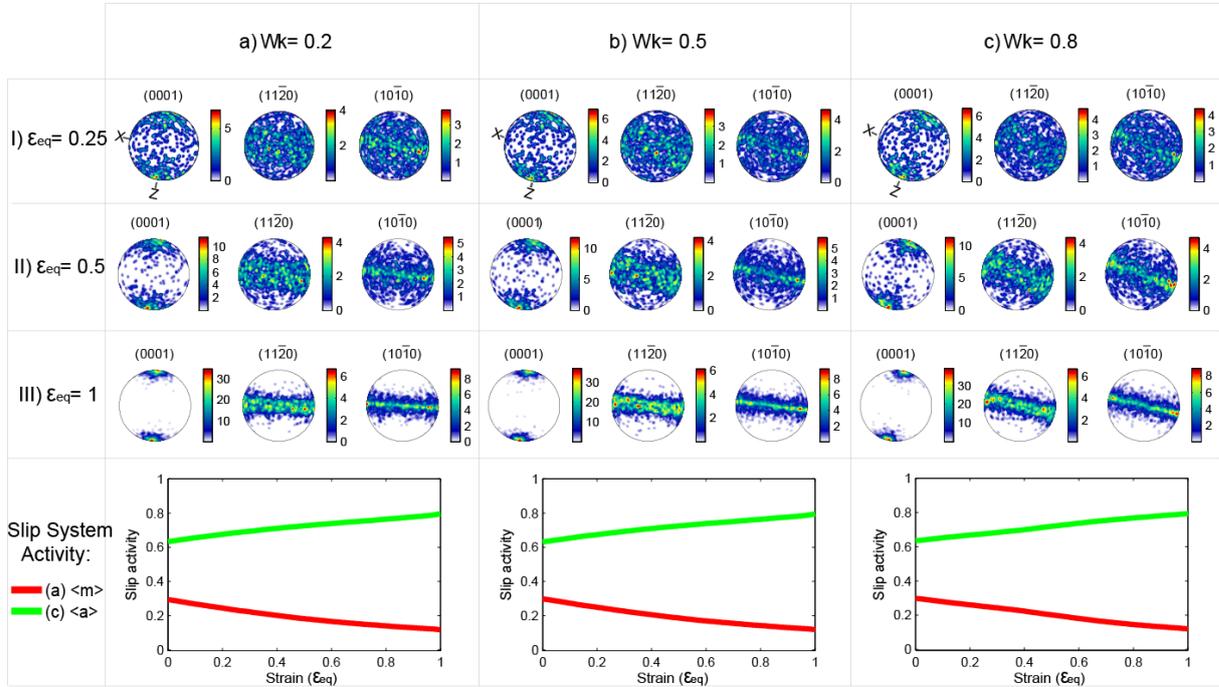


Figure 10: Transpression VPSC model for  $\{a\} \langle m \rangle$  : ( c )  $\langle a \rangle = 20:1$  CRSS ratio. Lower hemisphere projection, contouring for m.u.d.. I:  $\epsilon_{eq}=0.25$ , II:  $\epsilon_{eq}=0.5$ , III:  $\epsilon_{eq}=1$ .  $n=500$  orientations.

The CPO patterns of Model B (Figure 11) also bear similarities to pure and simple shear models since deformation is mostly accommodated by basal slip. The c-axes tend to be concentrated in a maximum circle parallel to Z for increasing strain, although the clustering is smaller than the observable in simple and pure shear models.  $\langle a \rangle$  axes are distributed in double girdles parallel to the XY plane for low to intermediate strain ( $\epsilon_{eq}=0.25$  and  $\epsilon_{eq}=0.5$ ) and become flattened on this plane for increasing strain and decreasing vorticity. The points of the maxima are dispersed along the girdles and tend to concentrate along elliptical girdles parallel to X. For low strain and, particularly, for higher vorticity ( $W_k=0.8$ ),  $\langle m \rangle$  axes cluster in the XY plane and gradually rotate parallel to X as deformation proceeds. As for the transpression model A (Figure 10), no critical changes in the slip activity are noticed for increasing vorticity, with basal slip majorly accommodating deformation as strain increases.

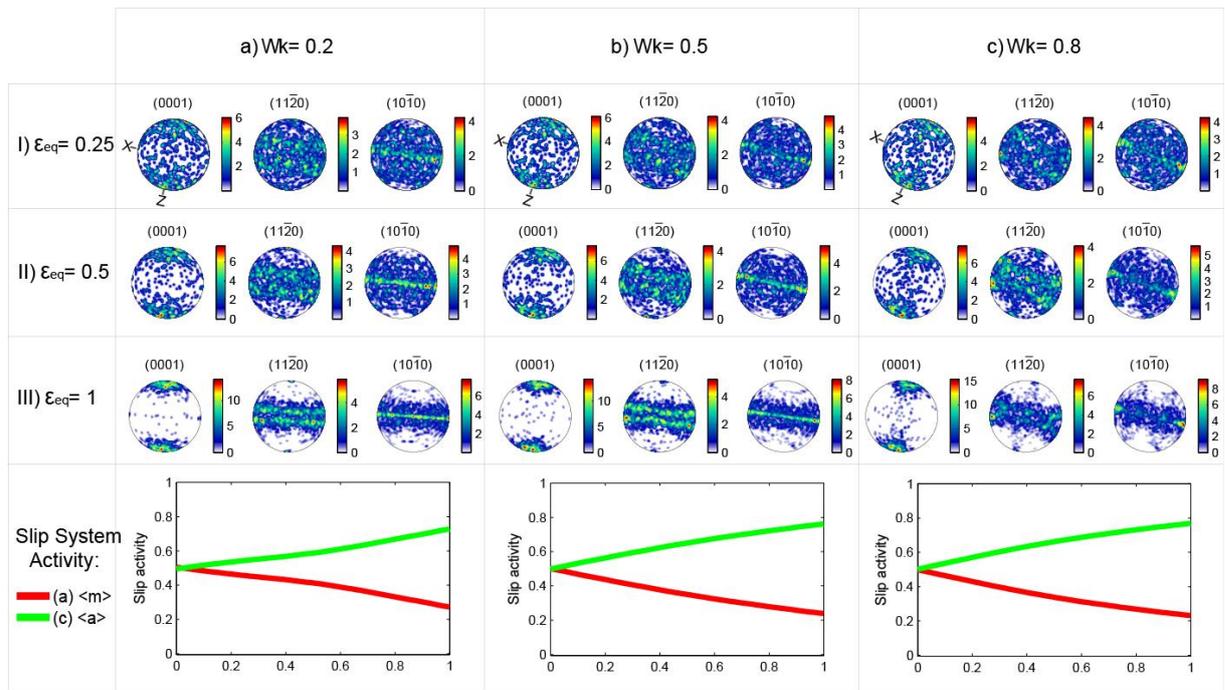


Figure 11: Transpression VPSC model for {a} <m> : ( c) <a>=1:1 CRSS ratio. Lower hemisphere projection, contouring for m.u.d.. I:  $\epsilon_{eq}=0.25$ , II:  $\epsilon_{eq}=0.5$ , III:  $\epsilon_{eq}=1$ .  $n=500$  orientations.

For lower critical resolved shear stress of {a}<m> slip system (Model C - Figure 12), the effect of the strain kinematics has more influence on the resulting CPO patterns as compared with transpression models A and B. The c-axes present a clustering parallel to Z for lower vorticity ( $W_k=0.2$ ) that becomes progressively stronger with increasing strain. Nevertheless, for higher values of vorticity ( $W_k=0.4$  and  $W_k=0.8$ ), the c-axes develop girdles parallel to YZ that are stable even for higher strains. On the other hand, the <a> axes are disposed on double girdles parallel to the XY plane, becoming more concentrated as strain increases. For increasing vorticity, however, it is possible to observe the generation of a stronger girdle normal to the XY plane. The distribution of <m> axes concentrates parallel to X as strain increases. As vorticity increases, mainly at  $W_k=0.8$ , a double girdle pattern develops parallel to the YZ plane. Such features are related to a multiple inference pattern of the two considered slip systems, since both operates almost equally for all considered strain intervals, with basal slip activity increasing proportional to strain and inversely proportional to vorticity.

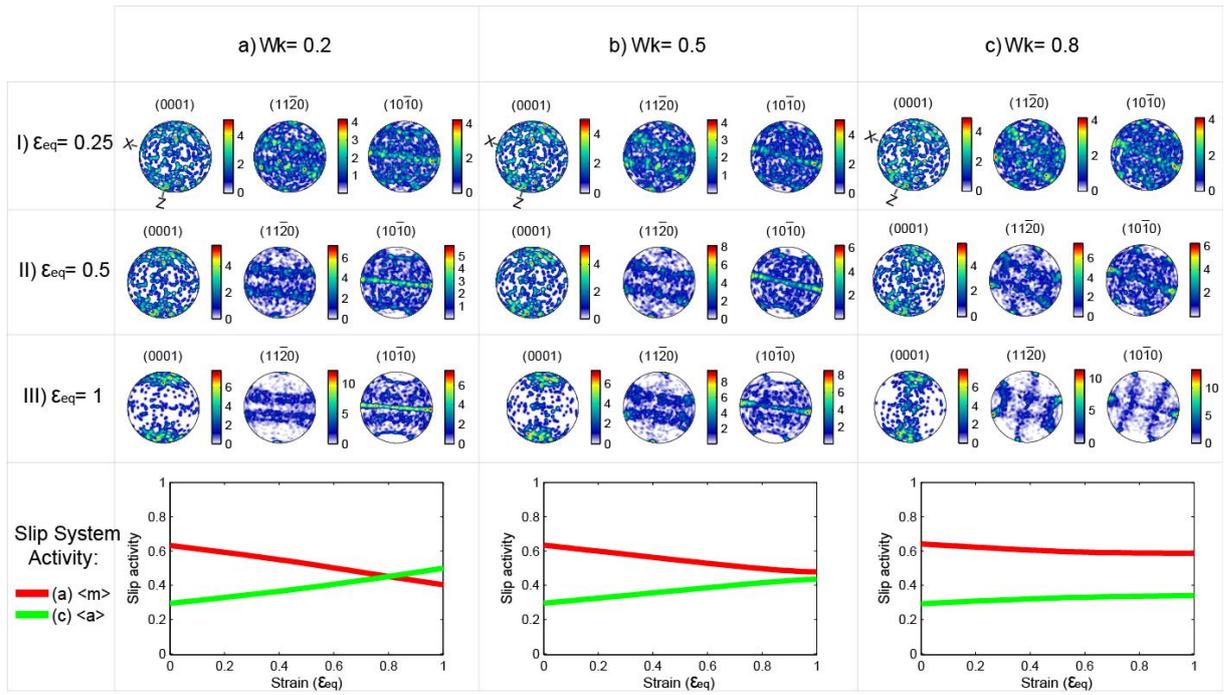


Figure 12: Transpression VPSC model for  $\{a\} \langle m \rangle$  :  $\langle c \rangle \langle a \rangle = 1:20$  CRSS ratio. Lower hemisphere projection, contouring for m.u.d.. I:  $\epsilon_{eq}=0.25$ , II:  $\epsilon_{eq}=0.5$ , III:  $\epsilon_{eq}=1$ .  $n=500$  orientations.

Although the broad orientation distribution of small angle boundaries in weak to moderately deformed hematite aggregates (Figures 3.a and b) might be explained by subgrain rotation recrystallization (Wheeler *et al.* 2001), the constant misorientation angle distribution of highly deformed samples up to  $60^\circ$  (Figures 3.c-Domain 2 and 4.c) and also the straight boundaries along its basal plane could also result from oriented precipitation or, as suggested by Morales *et al.* (2008) and Mendes & Lagoeiro (2012), grain boundary sliding on the basal plane. Both processes would enforce a strong fiber texture along the hematite c-axes. Basal twinning seems to be the most important twinning mechanism operating in naturally deformed iron ores. Nonetheless, the influence of c-twinning on CPO patterns would be only noticed on rhomb pole figures, creating girdle patterns instead of maxima related to single crystal fabrics, since, as with Dauphiné twinning in quartz, c-twinning results in the reversal of positive and negative rhombs on hematite crystals.

Regardless of several studies on experimentally deformed samples presenting large influence of  $\{a\} \langle m \rangle$  slip on strain accommodation of iron ores (e.g. Siemes *et al.* 2003), our results demonstrate that better predictions of the texture development of naturally deformed hematite aggregates were the ones with  $\langle c \rangle \langle a \rangle$  slip acting as the easiest system to slip, i.e. with a lower CRSS. Weak to moderately strong c-axis fiber texture were readily reached by compression dominated or low vorticity transpression, even for low applied strain. In these cases, basal slip becomes active even when it is

not the easy slip system. Such CPO viscoplastic anisotropy is regarded to induce large scale mechanical anisotropy, resulting in directional softening that lead to heterogeneous deformation and strain localization (Tommasi & Vauchez 2001). Similar results for simple shear require higher strain and lower CRSS of basal over prism slip. Notwithstanding, simple shear models involving major activity of basal slip (Figure 8.a) were the only one that generated maxima on (a) and (m) pole figures, similar to the quasi- single crystal CPO found on highly strained naturally deformed aggregates (Figure 6.c). The slip activity does not change significantly with increasing vorticity, but is rather more sensitive to the CRSS ratio and increasing strain. Texture strength, as measured by the M index, for simple shear modelling (Figure 13), involving major basal slip activity, is only stable at twice the uppermost values found in naturally deformed aggregates. Texture strength increases rapidly with increasing influence of basal slip. Lower texture strength can be obtained by higher activity of  $\{a\} \langle m \rangle$  slip, although influence of dynamic recrystallization and twinning could also account for decreasing texture strength.

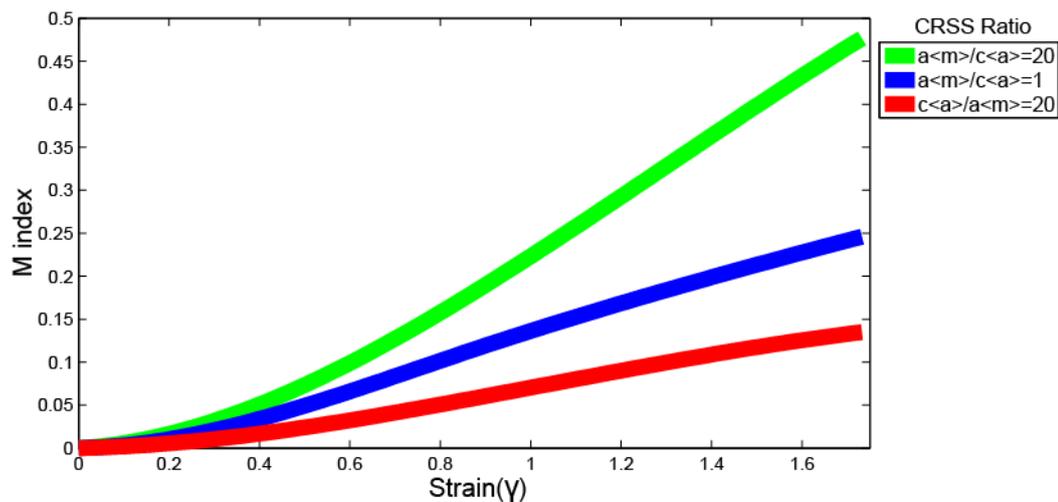


Figure 13: Texture strength evolution for simple shear VPSC models for strain increments up to  $\gamma=1.73$ . Green line represents major activity of  $\langle c \rangle \langle a \rangle$  slip, red line major activity of  $\{a\} \langle m \rangle$  slip and blue line equal slip activity for both systems.

## 2.5. Conclusions

The naturally deformed iron ores from Quadrilátero Ferrífero, Brazil, present microstructural and textural features that allow their deformation mechanisms during strain accommodation to be characterized. Dissolution/precipitation creep along with subgrain rotation recrystallization is thought to act on weak to moderately deformed samples but has minor influence on CPO development of highly deformed aggregates. Basal twinning seems to be the only mechanical twinning to have an influence on CPO

development, and its effect on strain partitioning should be further investigated. Grain boundary sliding is believed to act on highly deformed samples leading to a dispersion of the hematite  $\langle a \rangle$  and  $\langle m \rangle$  axes on the foliation plane. The development of hematite texture, associated with an increase in tectonic strain and metamorphic temperatures, generates a  $\langle c \rangle$  fiber texture and, ultimately, a quasi-single-crystal CPO. The best predictions of CPO development for naturally deformed hematite aggregates were obtained for the VPSC models, simulating strain after major activity of basal  $(0001)\langle 11\bar{2}0 \rangle$  glide. The results demonstrate that CPO of naturally deformed hematite might be described mainly by plastic deformation through dislocation creep with a large viscoplastic anisotropy. Even for lower CRSS of prism slip, basal slip is forced to be active as strain increases. CPO pattern for hematite is stable even for low applied bulk strain. Increasing the strain led to a concomitant increase of texture strength in VPSC models. Comparison between texture strength of naturally deformed hematite and VPSC models shows that, although dynamic recrystallization, at least qualitatively, seems to have little effect on CPO development, such processes might influence texture strength of naturally deformed iron ores.

### **Acknowledgments**

Authors gratefully thank Marcos Egydio-Silva and Virginia Toy for very thorough reviews, which significantly improved the manuscript, and João Hippertt for editorial handling. We thank Ricardo Lebensohn (Los Alamos National Laboratory-USA) for providing the VPSC code. FF is grateful to CNPQ, Fapemig and Gorceix Foundation for providing financial support.

### 3. CONCLUSÕES

Amostras cobrindo diferentes domínios metamórfico-deformacionais do Quadrilátero Ferrífero foram analisados por meio da Técnica de *EBSD*. As rochas naturalmente deformadas do Quadrilátero Ferrífero apresentam características microestruturais e de *CPO* que permitiram a caracterização de seus mecanismos atuantes durante acomodação de deformação. Mecanismos de dissolução e precipitação e rotação de subgrãos são preponderantes em amostras fraca a moderadamente deformadas, mas possui pouca influência no desenvolvimento de *CPO* nos agregados altamente deformados. No entanto, a influência de processos difusivos devem ser considerados na geração de minérios de alto teor do Quadrilátero Ferrífero. A geminação basal em hematita aparenta ser a única geminação mecânica a influenciar o desenvolvimento de *CPO* e seus efeitos na partição da deformação devem ser investigados. Deslizamento de bordas de grãos (*grain boundary sliding*) ocorre em amostras altamente deformadas, levando à dispersão dos eixos  $\langle a \rangle$  e  $\langle m \rangle$  de hematita no plano da foliação. O desenvolvimento de *CPO* de hematita com o aumento de deformação e temperatura levou a formação de um padrão em fibra centrado no eixo  $\langle c \rangle$  e, nos casos mais extremos, a um padrão de quasi-cristal único. A evolução da *CPO* dos agregados de hematita foi modelada utilizando os sistemas de deslizamento basal  $(0001) \langle 11\bar{2}0 \rangle$  e prismático  $(11\bar{2}0) \langle 0\bar{1}10 \rangle$ . As melhores previsões do desenvolvimento de *CPO* dos agregados naturalmente deformados foram obtidas a partir de modelos *VPSC* simulando deformação acomodada principalmente pelo sistema de deslizamento basal. Os resultados mostram que a *CPO* de agregados naturalmente deformados pode ser descrita principalmente por deformação plástica por *dislocation creep*, com uma grande anisotropia viscoplástica. Mesmo para baixo *CRSS* do sistema de deslizamento prismático, o sistema basal é forçado a atuar, com o progressivo aumento de deformação. Este processo leva a uma grande localização da deformação, que resulta em heterogeneidades de deformação e alterações reológicas em larga escala. O aumento da magnitude de deformação é associado a um aumento na intensidade de *CPO* nos modelos de *VPSC*. Apesar dos mecanismos de recristalização dinâmica terem pouca influência nos padrões de *CPO*, tais processos devem influenciar na sua intensidade, levando a padrões mais estáveis em agregados naturalmente deformados. Apesar dos resultados deste estudo demonstrarem que os padrões de *CPO* analisados podem ser desenvolvidos por resultado de deformação plástica, a influência de mecanismos de dissolução e

precipitação deve ser considerada na geração de minérios de alto teor do Quadrilátero Ferrífero. Sugere-se, como futura direção de trabalho, a análise da contribuição de mecanismos difusivos em estado fluido no desenvolvimento microestrutural e textural de hematita.

## 4. REFERÊNCIAS

- Alkmim, F. F., & Marshak, S. (1998). Transamazonian orogeny in the Southern Sao Francisco craton region, Minas Gerais, Brazil: evidence for Paleoproterozoic collision and collapse in the Quadrilátero Ferrífero. *Precambrian Research*, 90(1), 29-58.
- Almeida, F. D. (1977). O cráton do São Francisco. *Brazilian Journal of Geology*, 7(4), 349-364.
- Ávila, C. F., Lagoeiro, L., Ferreira Barbosa, P., & Graça, L. (2015). EBSD analysis of rhombohedral twinning in hematite crystals of naturally deformed iron formations. *Journal of Applied Crystallography*, 48(1), 212-219.
- Baltazar, O. F., & Zucchetti, M. (2007). Lithofacies associations and structural evolution of the Archean Rio das Velhas greenstone belt, Quadrilátero Ferrífero, Brazil: A review of the setting of gold deposits. *Ore Geology Reviews*, 32(3), 471-499.
- Barbosa, P. F., & Lagoeiro, L. (2010). Crystallographic texture of the magnetite-hematite transformation: Evidence for topotactic relationships in natural samples from Quadrilátero Ferrífero, Brazil. *American Mineralogist*, 95(1), 118-125.
- Bascou, J., Camps, P., & Dautria, J. M. (2005). Magnetic versus crystallographic fabrics in a basaltic lava flow. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 145(1), 119-135.
- Bascou, J., Tommasi, A., & Mainprice, D. (2002). Plastic deformation and development of clinopyroxene lattice preferred orientations in eclogites. *Journal of Structural Geology*, 24(8), 1357-1368.
- Becker, A. (1995). Quartz pressure solution: influence of crystallographic orientation. *Journal of Structural Geology*, 17(10), 1395-1405.
- 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(10), 1597-1613.
- Bestmann, M., Piazzolo, S., Spiers, C. J., & Prior, D. J. (2005). Microstructural evolution during initial stages of static recovery and recrystallization: new insights from in situ heating experiments combined with electron backscatter diffraction analysis. *Journal of Structural Geology*, 27(3), 447-457.
- 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, Orlando, 73-108.
- Cabral, A. R., Zeh, A., Koglin, N., Gomes, A. A. S., Viana, D. J., & Lehmann, B. (2012). Dating the Itabira iron formation, Quadrilátero Ferrífero of Minas Gerais, Brazil, at 2.65 Ga: depositional U–Pb age of zircon from a metavolcanic layer. *Precambrian Research*, 204, 40-45.
- Canova, G. R. (1994). Self-consistent methods: application to the prediction of the deformation texture of polyphase materials. *Materials Science and Engineering: A*, 175(1), 37-42.
- Castelnau, O., Canova, G. R., Lebensohn, R. A., & Duval, P. (1997). Modelling viscoplastic behavior of anisotropic polycrystalline ice with a self-consistent approach. *Acta materialia*, 45(11), 4823-4834.

- Chadima, M., Cajz, V., & Týcová, P. (2009). On the interpretation of normal and inverse magnetic fabric in dikes: examples from the Eger Graben, NW Bohemian Massif. *Tectonophysics*, 466(1), 47-63.
- Chemale, F., Rosière, C. A., & Endo, I. (1994). The tectonic evolution of the Quadrilátero Ferrífero, Minas Gerais, Brazil. *Precambrian Research*, 65(1), 25-54.
- Cusack, M., England, J., Dalbeck, P., Tudhope, A. W., Fallick, A. E., & Allison, N. (2008). Electron backscatter diffraction (EBSD) as a tool for detection of coral diagenesis. *Coral reefs*, 27(4), 905-911.
- Derby, O.A., (1910). The iron ores of Brazil. In: XI International Geological Congress, Stockholm, vol. 2, pp. 813–822, Reprinted in *Rev. Esc. Minas, Ouro Preto* 63, 473–479.
- Dingley, D. J. (1984). On-line determination of crystal orientation and texture determination in an SEM. *Proc. Royal Microsc. Soc*, 19, 74-75.
- Dorr, J. V. N. (1969). Physiographic, stratigraphic, and structural development of the Quadrilátero Ferrífero, Minas Gerais, Brazil (No. 641-A).
- Duda, R. O., & Hart, P. E. (1972). Use of the Hough transformation to detect lines and curves in pictures. *Communications of the ACM*, 15(1), 11-15.
- Erickson, T. M., Pearce, M. A., Taylor, R. J. M., Timms, N. E., Clark, C., Reddy, S. M., & Buick, I. S. (2015). Deformed monazite yields high-temperature tectonic ages. *Geology*, 43(5), 383-386.
- Eschwege, W. L. v. (1833). *Pluto Brasiliensis*.
- Eshelby, J. D. (1957). The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. In *Proceedings of the Royal Society of London: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* (Vol. 241, No. 1226, pp. 376-396). The Royal Society.
- Farina, F., Albert, C., Dopico, C. M., Gil, C. A., Moreira, H., Hippertt, J. P., Cutts, K., Alkmim, F.F. & Lana, C. (2016). The Archean–Paleoproterozoic evolution of the Quadrilátero Ferrífero (Brasil): Current models and open questions. *Journal of South American Earth Sciences*, 68, 4-21.
- Fossen, H., Tikoff, B., & Teyssier, C. (1994). Strain modeling of transpressional and transtensional deformation. *Norsk Geologisk Tidsskrift*, 74(3), 134-145.
- Graça, L. M., Lagoeiro, L. E., Lima, R. M. F., Barbosa, P. F., & Machado, M. M. (2015). Effect of the Morphological Types in Grinding of Iron-Ore Products. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*, 36(5), 324-331.
- Griesshaber, E., Neuser, R., & Schmahl, W. W. (2010). The application of EBSD analyses to biomaterials: microstructural and crystallographic texture variations in marine carbonate shells. *Semin Soc Esp Mineral*, 7, 22-34.
- Guimarães, D. (1951). *Arqui-Brasil e sua evolução geológica* (No. 88).
- Haddad, S. C., Worden, R. H., Prior, D. J., & Smalley, P. C. (2006). Quartz cement in the Fontainebleau sandstone, Paris basin, France: crystallography and implications for mechanisms of cement growth. *Journal of Sedimentary Research*, 76(2), 244-256.
- Halfpenny, A., Prior, D. J., Wheeler, J. (2004). Using electron backscatter diffraction (EBSD) to measure misorientation between 'parent' and 'daughter' grains. Implications for recrystallization and nucleation. *Materials science forum*. V. 467-470, pp. 573-578.

- Harder, E. C., & Chamberlin, R. T. (1915). The geology of central Minas Geraes, Brazil. *The Journal of Geology*, 23(5), 385-424.
- Hennig-Michaeli, C. (1977). Microscopic structure studies of experimentally and naturally deformed hematite ores. *Tectonophysics*, 39(1), 255-271.
- Hennig-Michaeli, C., & Siemes, H. (1982). Experimental deformation of hematite crystals between 25 C and 400 C at 400 MPa confining pressure. *High Pressure Researches in Geoscience*, E. Schweizerbart, Stuttgart, 133-150.
- Hensler, A. S., Hagemann, S. G., Brown, P. E., & Rosière, C. A. (2014). Using oxygen isotope chemistry to track hydrothermal processes and fluid sources in itabirite-hosted iron ore deposits in the Quadrilátero Ferrífero, Minas Gerais, Brazil. *Mineralium Deposita*, 49(3), 293-311.
- Hensler, A. S., Hagemann, S. G., Rosière, C. A., Angerer, T., & Gilbert, S. (2015). Hydrothermal and metamorphic fluid-rock interaction associated with hypogene "hard" iron ore mineralisation in the Quadrilátero Ferrífero, Brazil: Implications from in-situ laser ablation ICP-MS iron oxide chemistry. *Ore Geology Reviews*, 69, 325-351.
- Herz, N. (1978). Metamorphic rocks of the Quadrilátero Ferrífero, Minas Gerais, Brazil (No. 641-C).
- Hicks, B. D., Applin, K. R., & Houseknecht, D. W. (1986). Crystallographic influences on intergranular pressure solution in a quartzose sandstone. *Journal of Sedimentary Research*, 56(6).
- Hielscher, R., & Schaeben, H. (2008). A novel pole figure inversion method: specification of the MTEX algorithm. *Journal of Applied Crystallography*, 41(6), 1024-1037.
- Humphreys, F. J., Huang, Y., Brough, I., & Harris, C. (1999). Electron backscatter diffraction of grain and subgrain structures—resolution considerations. *Journal of Microscopy*, 195(3), 212-216.
- Jiang, D. (2014). Structural geology meets micromechanics: A self-consistent model for the multiscale deformation and fabric development in Earth's ductile lithosphere. *Journal of Structural Geology*, 68, 247-272.
- Joy, D. C., & Booker, G. R. (1971). Simultaneous display of micrograph and selected-area channelling pattern using the scanning electron microscope. *Journal of Physics E: Scientific Instruments*, 4(11), 837.
- Knoll, M., Tommasi, A., Logé, R. E., & Signorelli, J. W. (2009). A multiscale approach to model the anisotropic deformation of lithospheric plates. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, 10(8).
- Kruhl, J. H. (1998). Reply: Prism-and basal-plane parallel subgrain boundaries in quartz: A microstructural geothermobarometer. *Journal of metamorphic Geology*, 16, 142-146.
- Lagoeiro, L. E. (1998). Transformation of magnetite to hematite and its influence on the dissolution of iron oxide minerals. *Journal of Metamorphic Geology*, 16(3), 415-423.
- Lana, C., Alkmim, F. F., Armstrong, R., Scholz, R., Romano, R., & Nalini, H. A. (2013). The ancestry and magmatic evolution of Archaean TTG rocks of the Quadrilátero Ferrífero province, southeast Brazil. *Precambrian Research*, 231, 157-173.
- Law, R. D. (2014). Deformation thermometry based on quartz c-axis fabrics and recrystallization microstructures: A review. *Journal of Structural Geology*, 66, 129-161.

- Lebensohn, R. A., & Tomé, C. N. (1993). A self-consistent anisotropic approach for the simulation of plastic deformation and texture development of polycrystals: application to zirconium alloys. *Acta metallurgica et materialia*, 41(9), 2611-2624.
- Lebensohn, R. A., Wenk, H. R., & Tomé, C. N. (1998). Modelling deformation and recrystallization textures in calcite. *Acta Materialia*, 46(8), 2683-2693.
- Lee, J. K. (1995). Multipath diffusion in geochronology. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 120(1), 60-82.
- Lister, G. S., Paterson, M. S., & Hobbs, B. E. (1978). The simulation of fabric development in plastic deformation and its application to quartzite: the model. *Tectonophysics*, 45(2), 107-158.
- Lloyd, G. E., Butler, R. W., Casey, M., & Mainprice, D. (2009). Mica, deformation fabrics and the seismic properties of the continental crust. *Earth and Planetary Science Letters*, 288(1), 320-328.
- Lowe, D. R. (1994). Archean greenstone-related sedimentary rocks In: Condie, K. C. (ed.) *Archean Crustal Evolution. Developments in Precambrian Geology*, 11, 121-169. Amsterdam: Elsevier.
- Machado, N., & Carneiro, M. (1992). U-Pb evidence of late Archean tectono-thermal activity in the southern São Francisco shield, Brazil. *Canadian Journal of Earth Sciences*, 29(11), 2341-2346.
- Machado, N., & Noce, C. M. (1993). A evolução do Setor Sul do Cráton São Francisco entre 3, 12 e 0, 5 Ga, baseada em Geocronologia U-Pb. *SIMP. CRATON SÃO FRANCISCO*, 2, 100-102.
- Machado, N., Schrank, A., Noce, C. M., & Gauthier, G. (1996). Ages of detrital zircon from Archean-Paleoproterozoic sequences: Implications for Greenstone Belt setting and evolution of a Transamazonian foreland basin in Quadrilátero Ferrífero, southeast Brazil. *Earth and Planetary Science Letters*, 141(1), 259-276.
- 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(1), 175-189.
- Mainprice, D., Barruol, G., & Ismail, W. B. (2000). The seismic anisotropy of the Earth's mantle: from single crystal to polycrystal. *Earth's Deep Interior: Mineral physics and tomography from the atomic to the global scale*, 237-264.
- Mainprice, D., Tommasi, A., Couvy, H., Cordier, P., & Frost, D. J. (2005). Pressure sensitivity of olivine slip systems and seismic anisotropy of Earth's upper mantle. *Nature*, 433(7027), 731-733.
- Maitland, T., & Sitzman, S. (2007). *Electron backscatter diffraction (EBSD) technique and materials characterization examples* (Vol. 14, p. 522). Berlin: Springer.
- McLaren, S., & Reddy, S. M. (2008). Automated mapping of K-feldspar by electron backscatter diffraction and application to  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  dating. *Journal of Structural Geology*, 30(10), 1229-1241.
- Mendes, M. C. O., Lagoeiro, L., & Alvares, G. (2010). Characterization of Iron Ore via Combining Optical and EBSD Technic. *Microscopy and Microanalysis*, 16(S2), 1222-1223.
- Mendes, M., & Lagoeiro, L. (2012). Microstructures, crystallographic fabric development and deformation mechanisms in natural hematite aggregates deformed under varied metamorphic conditions. *Journal of Structural Geology*, 40, 29-43.

- Mendes, M., Lobato, L. M., Kunzmann, M., Halverson, G. P., & Rosière, C. A. (2016). Iron isotope and REE+ Y composition of the Cauê banded iron formation and related iron ores of the Quadrilátero Ferrífero, Brazil. *Mineralium Deposita*, 1-22.
- Molinari, A., Canova, G. R., & Ahzi, S. (1987). A self consistent approach of the large deformation polycrystal viscoplasticity. *Acta Metallurgica*, 35(12), 2983-2994.
- Montagnat, M., Buiron, D., Arnaud, L., Broquet, A., Schlitz, P., Jacob, R., & Kipfstuhl, S. (2012). Measurements and numerical simulation of fabric evolution along the Talos Dome ice core, Antarctica. *Earth and Planetary Science Letters*, 357, 168-178.
- Morales, L. F. G., Hinrichs, R., & Fernandes, L. A. D. Á. (2007). A técnica de difração de elétrons retro-espalhados (EBSD) em microscópio eletrônico de varredura (MEV) e sua aplicação no estudo de rochas deformadas. *Pesquisas em Geociências*. Vol. 34, n. 1 (jan./jun. 2007), p. 19-34.
- Morales, L. F., Lagoeiro, L. E., & Endo, I. (2008). Crystallographic fabric development along a folded polycrystalline hematite. *Journal of Structural Geology*, 30(10), 1218-1228.
- Morales, L. F., Lloyd, G. E., & Mainprice, D. (2014). Fabric transitions in quartz via viscoplastic self-consistent modeling part I: Axial compression and simple shear under constant strain. *Tectonophysics*, 636, 52-69.
- Morales, L. F., Mainprice, D., Lloyd, G. E., & Law, R. D. (2011). Crystal fabric development and slip systems in a quartz mylonite: an approach via transmission electron microscopy and viscoplastic self-consistent modelling. *Geological Society, London, Special Publications*, 360(1), 151-174.
- Moreira, H., Lana, C., & Nalini, H. A. (2016). The detrital zircon record of an Archaean convergent basin in the Southern São Francisco Craton, Brazil. *Precambrian Research*, 275, 84-99.
- Mørk, M. B. E., & Moen, K. (2007). Compaction microstructures in quartz grains and quartz cement in deeply buried reservoir sandstones using combined petrography and EBSD analysis. *Journal of Structural Geology*, 29(11), 1843-1854.
- Noce, C. M. (1995). Geocronologia dos eventos magmáticos, sedimentares e metamórficos na região do Quadrilátero Ferrífero, Minas Gerais. Doctoral Thesis, Instituto de Geociências, University of São Paulo, São Paulo.
- Noce, C. M. (2000). Geochronology of the Quadrilátero Ferrífero: a review. *Revista Geonomos*, 8(1).
- Oliveira, L. A. R. D., Rosière, C. A., Rios, F. J., Andrade, S., & Moraes, R. D. (2015). Chemical fingerprint of iron oxides related to iron enrichment of banded iron formation from the Cauê Formation-Esperança Deposit, Quadrilátero Ferrífero, Brazil: a laser ablation ICP-MS study. *Brazilian Journal of Geology*, 45(2), 193-216.
- Pérez-Huerta, A., Dauphin, Y., Cuif, J. P., & Cusack, M. (2011). High resolution electron backscatter diffraction (EBSD) data from calcite biominerals in recent gastropod shells. *Micron*, 42 (3), 246-251.
- Piazolo, 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 (1), 55-71.
- Pires, F.R.M. (1995). Textural and mineralogical variation during metamorphism of the Proterozoic Itabira Iron Formation in the Quadrilátero Ferrífero, Minas Gerais, Brazil. *Anais Acad. Bras. Ciência*, 67, 77-105.

- Prior, D. J., Boyle, A. P., Brenker, F., Cheadle, M. C., Day, A., Lopez, G., & Zetterström, 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. Rosière, C. A. Garcia, O L.
- Prior, D. J., Mariani, E., & Wheeler, J. (2009). EBSD in the earth sciences: applications, common practice, and challenges. In *Electron backscatter diffraction in materials science* (pp. 345-360). Springer US.
- Reddy, S. M., Clark, C., Timms, N. E., & Eglington, B. M. (2010). Electron backscatter diffraction analysis and orientation mapping of monazite. *Mineralogical Magazine*, 74(3), 493-506.
- Reddy, S. M., Timms, N. E., & Eglington, B. M. (2008). Electron backscatter diffraction analysis of zircon: A systematic assessment of match unit characteristics and pattern indexing optimization. *American Mineralogist*, 93(1), 187-197.
- Reddy, S. M., Timms, N. E., Hamilton, P. J., & Smyth, H. R. (2009). Deformation-related microstructures in magmatic zircon and implications for diffusion. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 157(2), 231-244.
- Reddy, S. M., Timms, N. E., Pantleon, W., & Trimby, P. (2007). Quantitative characterization of plastic deformation of zircon and geological implications. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 153(6), 625-645.
- Renger, F. E., Noce, C. M., Romano, A. W., & Machado, N. (1994). Evolução sedimentar do Supergrupo Minas: 500 Ma. de registro geológico no Quadrilátero Ferrífero, Minas Gerais, Brasil. *Revista Geonomos*, 2(1).
- Rosière, C. A., & Chemale Jr, F. (2000). Itabiritos e minérios de ferro de alto teor do Quadrilátero Ferrífero—uma visão geral e discussão. *Revista Geonomos*, 8(2).
- Rosière, C. A., & Rios, F. J. (2004). The origin of hematite in high-grade iron ores based on infrared microscopy and fluid inclusion studies: the example of the Conceição mine, Quadrilátero Ferrífero, Brazil. *Economic Geology*, 99(3), 611-624.
- Rosière, C. A., & Rios, F. J. (2006). Specularitic iron ores and shear zones in the Quadrilátero Ferrífero District. *Applied Earth Science: Transactions of the Institutions of Mining and Metallurgy: Section B*, 115(4), 134-138.
- Rosière, C. A., Garcia, O. L., Siemes, H., & Schaeben, H. (2013). Domainal fabrics of hematite in schistose, shear zone-hosted high-grade Fe ores: the product of the interplay between deformation and mineralization. *Journal of Structural Geology*, 55, 150-166.
- Rosière, C. A., Siemes, H., Quade, H., Brokmeier, H. G., & Jansen, E. M. (2001). Microstructures, textures and deformation mechanisms in hematite. *Journal of Structural Geology*, 23(9), 1429-1440.
- Rosière, C. A., Spier, C. A., Rios, F. J., & Suckau, V. E. (2008). The itabirites of the Quadrilátero Ferrífero and related high-grade iron ore deposits: an overview. *Reviews in Economic Geology*, 15, 223-254.
- Sanglard, J. C. D., Rosière, C. A., Santos, J. O. S., McNaughton, N. J., & Fletcher, I. R. (2014). A estrutura do segmento oeste da Serra do Curral, Quadrilátero Ferrífero, e o controle tectônico das acumulações compactas de alto teor em Fe. *Geologia USP. Série Científica*, 14(1), 81-95.
- Schwartz, A. J., Kumar, M., Adams, B. L., & Field, D. P. (Eds.). (2009). *Electron backscatter diffraction in materials science* (Vol. 2). New York: Springer.

- Selmi, M., Lagoeiro, L. E., & Endo, I. (2009). Geochemistry of hematite and itabirite, Quadrilátero Ferrífero, Brazil. *Revista Escola de Minas*, 62(1), 35-43.
- Siemes, H., Klingenberg, B., Rybacki, E., Naumann, M., Schäfer, W., Jansen, E., & Rosière, C. A. (2003). Texture, microstructure, and strength of hematite ores experimentally deformed in the temperature range 600–1100 C and at strain rates between  $10^{-4}$  and  $10^{-6}$  s $^{-1}$ . *Journal of Structural Geology*, 25(9), 1371-1391.
- Siemes, H., Klingenberg, B., Rybacki, E., Naumann, M., Schäfer, W., Jansen, E., & Kunze, K. (2008). Glide systems of hematite single crystals in deformation experiments. *Ore Geology Reviews*, 33(3), 255-279.
- Siemes, H., Rybacki, E., Klingenberg, B., & Rosière, C. A. (2011). Development of a recrystallized grain size piezometer for hematite based on high-temperature torsion experiments. *European Journal of Mineralogy*, 23(3), 293-302.
- Siemes, H., Schaeben, H., Rosière, C. A., & Quade, H. (2000). Crystallographic and magnetic preferred orientation of hematite in banded iron ores. *Journal of Structural Geology*, 22(11), 1747-1759.
- Siemes, H. (2013). Hematite ores from Sishen Mine. *South African Journal of Geology*, 79-100.
- Skemer, P., Katayama, I., Jiang, Z., & Karato, S. I. (2005). The misorientation index: Development of a new method for calculating the strength of lattice-preferred orientation. *Tectonophysics*, 411(1), 157-167.
- Spier, C. A., de Oliveira, S. M. B., & Rosière, C. A. (2003). Geology and geochemistry of the Águas Claras and Pico Iron Mines, Quadrilátero Ferrífero, Minas Gerais, Brazil. *Mineralium Deposita*, 38(6), 751-774.
- Spier, C. A., de Oliveira, S. M., Sial, A. N., & Rios, F. J. (2007). Geochemistry and genesis of the banded iron formations of the Cauê Formation, Quadrilátero Ferrífero, Minas Gerais, Brazil. *Precambrian Research*, 152(3), 170-206.
- 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(12), 1861-1884.
- Stipp, M., Stünitz, H., Heilbronner, R., & Schmid, S. M. (2002b). Dynamic recrystallization of quartz: correlation between natural and experimental conditions. *Geological Society, London, Special Publications*, 200(1), 171-190.
- Suzuki, S. (2013). Features of transmission EBSD and its application. *Journal of Microscopy*, 65(9), 1254-1263.
- Taylor, G. I. (1938). Plastic strain in metals. *Journal of the Institute of Metals*, 62, 301–324.
- Taylor, R., Clark, C., & Reddy, S. M. (2012). The effect of grain orientation on secondary ion mass spectrometry (SIMS) analysis of rutile. *Chemical Geology*, 300, 81-87.
- Teixeira, W. (1985). A evolução geotectônica da porção meridional do Cráton do São Francisco, com base em interpretações geocronológicas. Tese de Doutorado, Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo, São Paulo.
- Teixeira, W., Ávila, C. A., Dussin, I. A., Neto, A. C., Bongioiolo, E. M., Santos, J. O., & Barbosa, N. S. (2015). A juvenile accretion episode (2.35–2.32 Ga) in the Mineiro belt

- and its role to the Minas accretionary orogeny: Zircon U–Pb–Hf and geochemical evidences. *Precambrian Research*, 256, 148-169.
- Timms, N. E., Kinny, P. D., & Reddy, S. M. (2006). Enhanced diffusion of uranium and thorium linked to crystal plasticity in zircon. *Geochemical Transactions*, 7(1), 10.
- Timms, N. E., Li, J., & Reddy, S. M. (2009). Quantitative microstructural characterization of natrojarosite scale formed during high-pressure acid leaching of lateritic nickel ore. *American Mineralogist*, 94(8-9), 1111-1119.
- Tommasi, A. (1998). Forward modeling of the development of seismic anisotropy in the upper mantle. *Earth and Planetary Science Letters*, 160(1), 1-13.
- Tommasi, A., & Vauchez, A. (2001). Continental rifting parallel to ancient collisional belts: an effect of the mechanical anisotropy of the lithospheric mantle. *Earth and Planetary Science Letters*, 185 (1), 199-210.
- Tommasi, A., Mainprice, D., Canova, 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: Solid Earth (1978–2012)*, 105(B4), 7893-7908.
- Twiss, R. J. (1977). Theory and applicability of a recrystallized grain size paleopiezometer. In *Stress in the Earth* (pp. 227-244). Birkhäuser Basel.
- Valcke, S. L. A., Drury, M. R., De Bresser, J. H. P., & Pennock, G. M. (2007). Quantifying heterogeneous microstructures: core and mantle subgrains in deformed calcite. In *Materials science forum* (Vol. 550, pp. 307-312).
- Valcke, S. L. A., Pennock, G. M., Drury, M. R., & De Bresser, J. H. P. (2006). Electron backscattered diffraction as a tool to quantify subgrains in deformed calcite. *Journal of microscopy*, 224(3), 264-276.
- Veit, K. (1921). *Künstliche Schiebungen und Translationen in Mineralien* (Doctoral dissertation, Grüninger).
- Venables, J. A., & Harland, C. J. (1973). Electron back-scattering patterns—a new technique for obtaining crystallographic information in the scanning electron microscope. *Philosophical Magazine*, 27(5), 1193-1200.
- Wenk, H. R., Canova, G., Molinari, A., & Kocks, U. F. (1989). Viscoplastic modeling of texture development in quartzite. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth (1978–2012)*, 94(B12), 17895-17906.
- Wheeler, J., Prior, D., Jiang, Z., Spiess, R., & Trimby, P. (2001). The petrological significance of misorientations between grains. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 141(1), 109-124.
- Worden, R. H., French, M. W., & Mariani, E. (2012). Amorphous silica nanofilms result in growth of misoriented microcrystalline quartz cement maintaining porosity in deeply buried sandstones. *Geology*, 40(2), 179-182.
- Wright, S. I., & Adams, B. L. (1992). Automatic analysis of electron backscatter diffraction patterns. *Metallurgical Transactions A*, 23(3), 759-767.
- Závada, P., Schulmann, K., Lexa, O., Hrouda, F., Haloda, J., & Týcová, P. (2009). The mechanism of flow and fabric development in mechanically anisotropic trachyte lava. *Journal of Structural Geology*, 31(11), 1295-1307.