HAL
open science

Cinématique et thermicité du prisme orogénique des Pyrénées : nouvelles données géo-thermochronologiques de la Zone Axiale

Maxime Waldner

To cite this version:

Maxime Waldner. Cinématique et thermicité du prisme orogénique des Pyrénées : nouvelles données géo-thermochronologiques de la Zone Axiale. Sciences de la Terre. Sorbonne Université, 2019. Français. NNT : 2019SORUS413 . tel-03004798

HAL Id: tel-03004798

https://theses.hal.science/tel-03004798

Submitted on 13 Nov 2020

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Sorbonne Université

ED 398 : Géosciences, Ressources Naturelles et Environnement

Institut des Sciences de la Terre de Paris

Cinématique et thermicité du prisme orogénique des Pyrénées: nouvelles données géo-thermochronologiques de la Zone Axiale

Par Maxime Waldner

Thèse de doctorat de Sciences de la Terre

Dirigée par Nicolas Bellahsen et Frédéric Mouthereau

Présentée et soutenue publiquement le 23 Septembre 2019

Devant un jury composé de :

Mme C. WARREN	Senior Lecturer, The Open University	Rapporteur
M. J. BARBARAND	Professeur, Université Paris Sud	Rapporteur
M. L. JOLIVET	Professeur, Sorbonne Université	Examinateur
Mme M. FORD	Professeur, CRPG	Examinateur
M. A. TEIXELL	Professeur, Universitat Autonoma de Barcelona	Examinateur
M. E. MASINI	Chercheur, Total SA R&D et M&U SASU	Examinateur
M. N. BELLAHSEN	Maître de Conférence, Sorbonne Université	Directeur
M. F. MOUTHEREAU	Professeur, Université Paul Sabatier, Toulouse	Directeur
M. M. BERNET	Maître de Conférence, Université de Grenoble	Invité
M. S. SCAILLET	Chargé de recherche, CNRS Orléans	Invité

A mes parents, à Joséphine, toute ma famille et mes amis..

Résumé

La chaîne Pyrénéenne est interprétée comme un prisme collisionnel dans lequel l'accommodation du raccourcissement est organisée en une séquence de chevauchements localisés. Cependant, l'héritage Varisque et Mésozoïque (structural et thermique) suppose une croûte supérieure relativement faible et des déformations distribuées. En effet, le socle a subi des déformations, des circulations de fluides hydrothermaux et un métamorphisme schiste vert à amphibolite au Paléozoïque ainsi qu'un réchauffement Mésozoïque. Les phyllosilicates résultant du métasomatisme favorisent un régime cassant-ductile dans la croûte supérieure et une plus grande part d'accommodation distribuée dans la Zone Axiale.

Le développement d'une méthode de datation au K/Ar in situ a pour objectif de mieux contraindre ces phases de déformations délocalisées en datant les micas de petite taille. Cette méthodologie permet un contrôle textural, ainsi qu'un couplage avec des estimations thermobarométriques. Les résultats obtenus dans la Zone Axiale occidentale (massif de Bielsa) montrent une séricitisation Varisque suivie de la formation d'un réseau de zones de cisaillement inverses interne aux plutons durant la compression Alpine.

Les données thermochronologiques acquises (traces de fission sur zircon/apatite, ZFT/AFT, ainsi que (U-Th)/He sur zircon, ZHe) couplées aux données de la littérature permettent la reconstruction de l'évolution globale du prisme Pyrénéen durant la période de compression Meso-Cenozoïque. Par ailleurs, les données permettent également d'estimer un gradient géothermique dans la Zone Axiale plus élevé que la normale, hérité du rifting Crétacé (jusqu'à ~ 50 ± 20 °C/km), notamment sur la partie la plus au nord de l'unité de Gavarnie. A partir du Crétacé « moyen » et jusqu'à l'initiation de la collision au Campanien-Maastrichien, les modélisation QTQt mettent en évidence un refroidissement lent (~ 2 °C/Ma) sur les massifs du nord de la Zone Axiale. Cette période pré-collisionnelle peut être interprétée comme la dénudation syn-rift liée au rifting de la Zone Nord Pyrénéenne. Dans la Zone Axiale, les données ZFT et ZHe enregistrent l'initiation de la collision Alpine à partir du Paléocene (~ 65 Ma) et met en évidence une exhumation relativement lente commune à toute la ZA (~ 5-10 °C/Ma et ~ 200 m/Ma). Les zones cisaillement Éocènes de la littérature montrent que cette première

phase de raccourcissement consiste en une déformation distribuée sur toute la Zone Axiale. Dès la fin de l'Éocène et pendant le début de l'Oligocène, les thermochronomètres du masssif de Maladeta uniquement enregistrent la localisation et l'accélération de l'exhumation (~ 800 m/Ma et 30°C/Ma) et de la déformation dans la Zone Axiale. Vers 30 – 32 Ma, l'exhumation ralentie et l'ensemble de la Zone Axiale est marquée par un refroidissement lent (~ 2 °C/Ma) jusqu'à la période post-orogénique.

Ces données montrent que la Zone Axiale, en tant que marge sud du rift nord pyrénéen, a subi un raccourcissement distribué de l'ordre de 20 km pendant une longue période (30 Myrs, de 70 à 40 Ma). Cette phase est due à l'action combinée d'un gradient géothermique hérité plus fort que la normale et d'un héritage pétrologique et structural important. Ce mode de déformation est notamment actif durant la période de dite « Quiescence » Paléocène dans la Zone Axiale.

Abstract

The Pyrenean range is interpreted as an antiformal stack with in-sequence thrust propagation. However, in the Axial Zone, Variscan and Mesozoic inheritance implies a relatively weak upper crust and distributed deformation. Indeed, the basement underwent Variscan/Cretaceous deformation, fluid flow, greenschist-to-amphibolitic metamorphism during Paleozoic times and potentially an increase of geothermal gradient during Mesozoic times. Phylosilicates induced by LT-metasomatism seem to control a brittle-ductile regime in upper crust and therefore probably allows significant distributed shortening through the Axial Zone during Alpine orogeny.

The K/Ar in situ methodological development aims at better constraining the age of distributed deformation. It benefits from a textural control and a coupling to thermobarometric estimates. Results from the western Axial Zone (Bielsa massif) suggest a Variscan sericitization followed by the formation of anastomosed reverse shear zones during early stages of Alpine collision.

Newly acquired thermochronological data (zircon/apatite fission-track AFT/ZFT and (U-Th)/He, ZHe) coupled to published dataset constrain the sequential restoration of pyrenean prism during Meso-Cenozoic compression. Those data also provides estimates of a strong geothermal gradient in the Axial Zone (up to ~ 50 ± 20 °C/km),

inherited from the mid-Cretaceous rifting event, especially in the northernmost part of the Gavarnie unit. Since Mid-Cretaceous period up to the onset of collision at Campanian-Maastrichian times, a low cooling rate (~ 2 °C/Ma) is suggested by QTQt modelling, mostly on northernmost massifs from AZ. This pre-collisional stage may be interpreted as a post-rift denudation linked to the North Pyrenean rifting. In the Axial Zone, ZFT and ZHe data record the early stages of exhumation since Paleocene times (~ 65 Ma) and a relatively low cooling/exhumation rate (5-10 °C/Ma; ~200 m/Ma) on the whole Axial Zone. Several Eocene shear zones documented in the literature suggest that this early shortening probably consist of a slow distributed deformation in the whole Axial Zone. Since the Late Eocene and during the Early Oligocene, thermochronometers record the localization of exhumation and deformation through the Axial Zone: the cooling/exhumation rate increase and is centered on the Maladeta massif (~ 800 m/Myrs and ca. 30 °C/Myrs). Around 30 – 32 Ma, the cooling slows down and the whole AZ seems to records low cooling rates (~ 2 °C/Ma), before the onset of post-orogenic times around 20 Ma.

Those thermo(geo)chronological and structural data from Axial Zone show that the southern margin of the North Pyrenean rift underwent an early distributed shortening (20 km) during ca. 30 Myrs (from ~ 70 to 40 Ma). This phase is probably induced by both a hotter-than-normal inherited geothermal gradient and significant petrological and structural inheritance. This shortening mode is notably active during the so-called Paleocene “Quiescence” phase in the Axial Zone.

Remerciements

J'en profite tout d'abord pour remercier les personnes du jury ayant accepté de juger du travail effectué durant ces trois dernières années, j'espère avoir été à la hauteur et avoir réussi à mettre en valeur ces recherches (du moins sur la majorité du manuscrit). Un grand merci à mes directeurs Nicolas Bellahsen et Frédéric Mouthereau de m'avoir permis d'aller jusqu'au bout des études (là où la raison s'achève..) en m'ayant donné ma chance, je mesure aujourd'hui la confiance qui m'a été accordée. Merci à eux pour leur confiance et leur disponibilité malgré leur emploi du temps bien chargé. Grâce à vous la réalisation de diagrammes de Gantt (entre autre) n'a plus de secret pour moi. En parallèle je remercie également les « sponsors » et donc l'équipe OROGEN (Total, BRGM, CNRS) pour nous avoir permis l'intégration d'un réseau de jeune chercheur dynamique dispersé dans toute la France. Merci à eux pour les échanges durant les workshops, sorties de terrain et team bulding « tendrement HSE ».

Nous voici donc à la partie durant laquelle je risque le plus « d'oublier mes sources ».. Au gré de mes pérégrinations (à pied, vélo, voiture, bus, avion, train, de jour, de nuit..) j'ai effectué l'équivalent d'un tour du monde en restant sur le territoire. Ces quelques 52.000 km m'ont principalement permis d'observer mon écran d'ordinateur dans différents contextes (e.g. dans les transport, sur le terrain, aux arènes..), mais également de rencontrer une « pelleté » de camarades/collègues/gouroux au sein des différents laboratoires.

En premier lieu, merci aux très cher intervenants du CRPG de Nancy chez qui j'ai pu apprendre l'art délicat du cisaillage/broyage/tamisage aux côtés de Manu. Merci également à Raphael Pik et Bouchaib Tibari pour leurs explications concernant l'interprétation et l'acquisition des données (U-Th)/He. Merci aussi aux (post-)doctorants d'OROGEN sur place qui ont bien voulu m et m'accueillir et me fournir le café nécessaire aux longues journées de broyage (je vous ai laissé de la bonne chicoré en échange).

Merci aux personnes d'Orléans (La source !) ayant de près ou de loin aidé au développement de la méthode K-Ar in situ. Merci à Stéphane Scaillet pour ces conseils et la direction impeccable des analyses. En cas « d'imprévu machine », pas de panique l'équipe composée de Florian Duval et Angelo Mottolese est là pour vous aider quelque

soit la panne. Par extension merci au complément « Team soirée analyse/pizza » de la plateforme Argon (Vincent, Alexane et al.). Merci également à Laurent Albaret et Philippe Penhoud pour leur supervision et conseil sur l'utilisation du nanotomographe. Par ailleurs, un grand merci également à Damien Deldicque (ENS-Paris) pour m'avoir formé à l'utilisation du microscope numérique. Et merci aux renards, lièvres et biches du CNRS m'ayant permis de m'extasier quelques instant sur la beauté de la nature après de longues journée/soirées d'analyse.

Merci à Matthias Bernet de l'ISTerre pour ses précieux conseils didactiques concernant l'interprétation des traces de fissions. Merci à Melanie Balvay pour m'avoir transmis une passion (toute relative) pour la préparation des échantillons et le comptage des traces de fission. J'en profite aussi pour remercier Benjamin pour l'animation durant ces longues sessions de comptage à coup de « j'irai dormir chez vous » et « cash investigation ».

Un grand merci, aux doctorants du GET (Maxime, Juliette, Alice..) qui ont su sublimer mes trajet réguliers dans les Pyrénées, et qui ont pu m'héberger à l'occasion de quelques retours de terrain. Sachez que je serai toujours là pour vous apporter saucissons et maquereaux en boite directement tombé du coffre de la voiture de loc'. Merci également à Mary-Alix Kaczmarek et Stéphanie Brichau pour m'avoir guidé dans le dédale de couloir du GET et du centre Castaing, ainsi que pour vos précieux conseils dans vos domaines respectifs.

Mention spéciale à la carte TGV Max, qui m'a permis un sacré paquet d'aller-retour tardifs moyennement anticipés. Et merci à Sandrine et Gitane d'avoir tenu sous le coup de cette avalanche d'ordre de missions comportant malheureusement toujours les mauvaises impressions de billets.

Après ce tour de France nous voici de retour à l'ISTeP. Je souhaite donc remercier Claudio Rosenberg et Benoit Dubacq pour m'avoir respectivement aiguillé sur la voie des microstructures et de la chimie des phyllosilicates. Par ailleurs, merci également à l'équipe Camparis (Nicolas Rividi et Michel Fialin) pour leur bonne humeur et les séance de tir au Nerf. Enfin, merci aux (post-)doctorants tous étages confondus pour ces bons moments de rigolade (Lorella, Laura, Ben, Tiphaine, Maxime, Guillaume,.. et al.), même si, je dois bien l'avouer, je n'ai pas souvent fait acte de présence aux repas de famille. Un grand merci à JB pour m'avoir accompagné dans mes

aventures Pyrénéennes avec ou sans piscine. Et un autre grand merci à Ella et Marianne entre autres pour leur bienveillance et soutient, en particulier durant les derniers mois. Je n'ai bien entendu pas cité tout le monde, mais j'espère que vous vous reconnaîtrez tous quelque part dans ces lignes.

Au final, j'aimerai remercier mes amis, qui pour me faire plaisir et malgré leur entrée dans une pleine vie active, se sont forcés à montrer un intérêt pour la Géologie et m'ont permis de garder le cap malgré la distance (même si ça aurait été sympa de ne pas tous vous marier sur ma période de fin de thèse !). Enfin, un très grand merci à Joséphine pour m'avoir toujours soutenu malgré les kilomètres nous séparant et tous ces week-end passés à batailler contre la mise en page automatique de libreoffice. Je te dois des vacances, je ne l'oublie pas et je te rejoins au plus vite. En dernier lieu, un énorme merci à mes parents pour leur soutient indéfectible tant matériel que moral, c'est définitivement grâce à vous que j'en suis là.

Merci à vous tous, et bonne lecture aux plus intéressés !

Table des Matières

1 Introduction générale....13
1.1 Introduction et problématiques....13
1.2 Organisation du manuscrit....18
2 Zone d'étude....20
2.1 Étapes de déformation....20
2.1.1 Orogenèse Varisque....20
2.1.2 Extension Crétacé....25
2.1.3 Orogenèse Alpine....26
2.2 Massifs plutoniques et structures majeures....32
2.2.1 Structure de l'unité de Gavarnie....33
2.2.2 Massifs nord-centraux....37
2.2.3 Unité d'Orri....40
2.2.4 Unité de Nogueres....42
2.2.5 Unité de Bielsa-Millarès – Massif de Bielsa....43
2.3 Historique de l'hydrothermicité....45
3 Méthodologie....47
3.1 Approche analytique....49
3.1.1 Stratégie d'échantillonnage....49
3.1.2 Broyage et séparation des grains (ZFT et ZHe)....50
3.1.3 Notions de température de fermeture et diffusion....51
3.2 Electron Back-Scatter Diffraction....52
3.3 (U-Th)/He sur zircon....54
3.3.1 Principe général....54
3.3.2 Montage....54
3.3.3 Méthode....55
3.3.4 Fermeture du système hélium....57
3.4 Traces de fissions....58
3.4.1 Principe général....58
3.4.2 Montage....59
3.4.3 Méthode....61

3.4.4 Température de recuit....61
3.5 Thermobarometrie Chlorite-Phengite....63
3.5.1 Principe général....63
3.5.2 Description des Micas blancs....63
3.5.3 Description des chlorites....64
3.5.4 Thermometrie chlorite....64
3.5.4.1 Protocole d'après Vidal et al. (2006)....64
3.5.4.2 Protocole d'après Bourdelle (2013)....65
3.5.5 La thermométrie Phengite (Dubaqc et al., 2010)....65
3.5.6 Thermobarométrie multiéquilibre en l'occurrence chlorite-phengite....66
3.5.6.1 Description....66
3.5.6.2 Principe....66
3.6 Généralités relative à la datation argon et K-Ar in situ....67
3.6.1 Principe de datation utilisant le système argon....67
3.6.2 Montage....68
3.6.3 Méthode K-Ar in situ....69
3.6.4 Fermeture du système argon & interprétation des âges....70
4 Etude Structurale multi-échelle de la zone Axiale....74
4.1 Analyse structurale des zones d'étude....75
4.1.1 Partie ouest de la Zone Axiale : Bielsa....75
4.1.2 Partie centrale de la Zone Axiale :....78
4.1.2.1 Maladeta....78
4.1.2.2 Analyse structurale des (Méta)sédiments Paléozoïques....80
4.2 Analyse texturale et microstructurale....85
4.2.1 Lac Urdiceto – Bielsa....85
4.2.2 Massif plutonique de Maladeta....92
4.2.2.1 Bassin de Cavallers....92
4.2.2.2 Réservoir de Baserca....94
4.2.3 Métasédiments Paléozoïque....98
4.3 Résultats....100
4.3.1 Quantification de la déformation....100
4.3.2 EBSD....103
4.3.2.1 Cartographies....104
4.3.2.2 Pole figures....107
4.3.2.2.1 Bielsa....108
4.3.2.2.2 Maladeta....109
4.4 Discussion et conclusion....111
4.4.1 Localisation des microstructures et processus en cause....111

4.4.2 Paramètres contrôlant les processus d'accommodation.....113
4.4.3 Formation des phyllonites de Bielsa-Millares.....114
4.4.4 Formation des textures mylonitiques.....115
4.4.5 Conséquences sur le raccourcissement du prisme.....115
Synthèse.....117

5 K-Ar ages of small-sized white micas, Western Axial Zone, Pyrenees: a new in-situ approach.....118
Abstract.....118
5.1 Introduction.....119
5.2 Geological setting.....120
5.3 Sampling and analytical approach.....122
5.3.1 Sampling.....123
5.3.2 Analytical approach.....127
5.3.2.1 Chemical analysis.....128
5.3.2.2 Argon acquisition by laser ablation.....128
5.3.2.3 Ablated volume estimates and age calculation.....129
5.4 Results.....129
5.4.1 Chemical composition.....129
5.4.2 Ablated volume estimates.....131
5.4.3 Thermobarometry.....134
5.4.4 In situ K-Ar ages.....135
5.5 Discussion.....138
5.5.1 Robustness of in-situ K-Ar ages.....138
5.5.2 Formation of phyllonitic shear zones & involved processes.....139
5.5.3 Cooling vs cristallisation ages.....141
5.5.4 Geological interpretations.....143
5.6 Conclusion.....145
Acknowledgments.....145
References.....145
5.7 Méthodologie K-Ar in situ.....149
5.7.1 Estimation de la concentration en potassium.....149
5.7.2 Contrôle de l'ablation au laser UV.....150
5.7.3 Calibration de la sensibilité du spectromètre de masse.....151
5.7.4 Localisation des spots d'ablation.....153

6 The role of thermal and structural inheritance and Alpine collisional wedge

evolution: constraints from new LT thermochronological data from the Axial Zone, Central Pyrenees....160
Abstract....160
6.1 Introduction....161
6.2 Geological setting....164
6.2.1 Thermo-structural inheritance : Variscan orogeny and Mesozoic rifting events....164
6.2.2 Overview of Alpine shortening sequence....166
6.2.3 Studied plutonic massifs....168
6.3 Structure of the central Axial Zone....170
6.4 Methodology....174
6.4.1 Sampling strategy....174
6.4.2 Zircon and apatite fission-track....174
6.4.3 Zircon (U-Th)/He....175
6.4.4 Modelling approach....175
6.5 Results....176
6.5.1 Zircon Fission Track data (ZFT)....176
6.5.2 Apatite Fission Track data (AFT)....181
6.5.3 Zircon (U-Th)/He data (ZHe)....181
6.5.4 Age-elevation relationship....182
6.5.5 Inverse thermal modelling (QTQt)....184
6.6 Discussion....186
6.6.1 ZFT age-eU and ZHe age-eU relationship....186
6.6.2 Contribution of new data to Alpine deformation knowledge....187
6.6.3 Sequential restoration....190
6.6.3.1 Pre-collisional phase....192
6.6.3.2 Early collision : slow and distributed Paleocene/Eocene exhumation 192
6.6.3.3 Late collision : fast late Eocene/Oligocene localized exhumation....194
6.6.3.4 Post-orogenic cooling/exhumation....195
6.6.4 Insights of the early growth of orogenic wedges....195
6.7 Conclusion....195
Acknowledgments....196
References....196
6.8 Complément développement (U-Th)/He in situ....204
6.8.1 Méthodologie....204

6.8.2 Résultats....204
6.8.2.1 Comparaison ZHe conventionnel vs in situ....204
6.8.2.2 Dépendance au contenu en Uranium effectif....207
6.8.3 Discussion et conclusion....209

7 Discussion Générale....211
7.1 Héritage thermique et interprétations thermochronologiques....212
7.2 Impact rhéologique de l'héritage et styles de déformations impliqués....215
7.3 Continuité latérale....217
7.4 Nouvelles implications pour la reconstruction séquentielle relative à la collision Alpine....219

8 Conclusion Générale....221
Bibliographie générale....223

9 Annexes....246
9.1 Thermobarometrie – Composition Chl/Ms....246
9.2 K/Ar - Protocole....252
9.3 K/Ar - Détails Données Microsonde - Muscovites....253
9.4 K/Ar - Détails ages in situ....259
9.5 Données ZHe in situ....270
9.6 AFT Radialplot....271
9.7 ZFT dispersed Radialplot and probabiliy densityplot....272
9.8 Temperature-time plots and QTQt modeling....273
9.9 Set de données thermochronologique – profil ECORS-Pyrenees....274
9.10 Set de données de traces de fission formatées pour Radialplotter....277

1 Introduction générale

1.1 Introduction et problématiques

Les Pyrénées actuelles se sont formées par la collision entre les plaques Ibérique et Européenne durant la phase de convergence alpine (Choukroune et al., 1989 ; Muñoz, 1992a). La Zone Axiale des Pyrénées (ZA ; Fig. 1a), soit la partie centrale et la plus élevée de la chaîne, est localisée entre de grand bassins Méso-Cénozoïques (Fig. 1b). Elle est majoritairement composée de roches (méta-)sédimentaires de faciès schiste vert (n'ayant pas dépassé les 350°C; Cochelin et al., 2018), jusqu'à un faciès amphibolitique. Cette zone est également ponctuée de plutons tardi-Varisques de composition granitique à granodioritique, ainsi que de quelques dômes migmatitiques. Par ailleurs, plusieurs unités tectoniques sont définies : Gavarnie, Lakhora (à l'ouest), Orri et Rialp. Ces dernières constituent, d'après les premières interprétations liées au profil sismique ECORS-Pyrénées, un « antiformal stack » et provoquer un épaississement de la croûte (Roure et al., 1989). Les roches de la Zone Axiale portent un héritage thermostructural important. En effet, les données existantes mettent en évidence plusieurs épisodes de déformations successifs avec des orientations, voire cinématiques, similaires (Cochelin et al., 2018; Mouthereau et al., 2014; Vacherat et al., 2014), tels que l'orogenèse Varisque et le rifting Crétacé sur lesquelles se sur-imprime l'orogenèse Alpine. Ces évènements font partie du cycle orogénique décrit par Wilson (1966) montrant que la dislocation et la formation de « super-continents » se répète. En effet, les domaines en divergence et donc amincis sont un territoire idéal pour la formation et/ou l'inversion des structures héritées. Cette théorie suggère donc une notion d'héritage importante, notamment dans les prismes orogéniques tel que celui des Pyrénées. Cependant, les rares dépôts Méso-Cénozoique (Crétacé supérieur et Trias) ne permettent pas de distinguer les deux phases de compression au cœur de la Zone Axiale. Cette dernière étant principalement composée de roches Paléozoïques. Ainsi, l'absence d'un ensemble de contraintes temporelles (thermo(géo)chronomètre ou argument géologique) complique toute association de ces structures avec une étape de déformation en particulier.

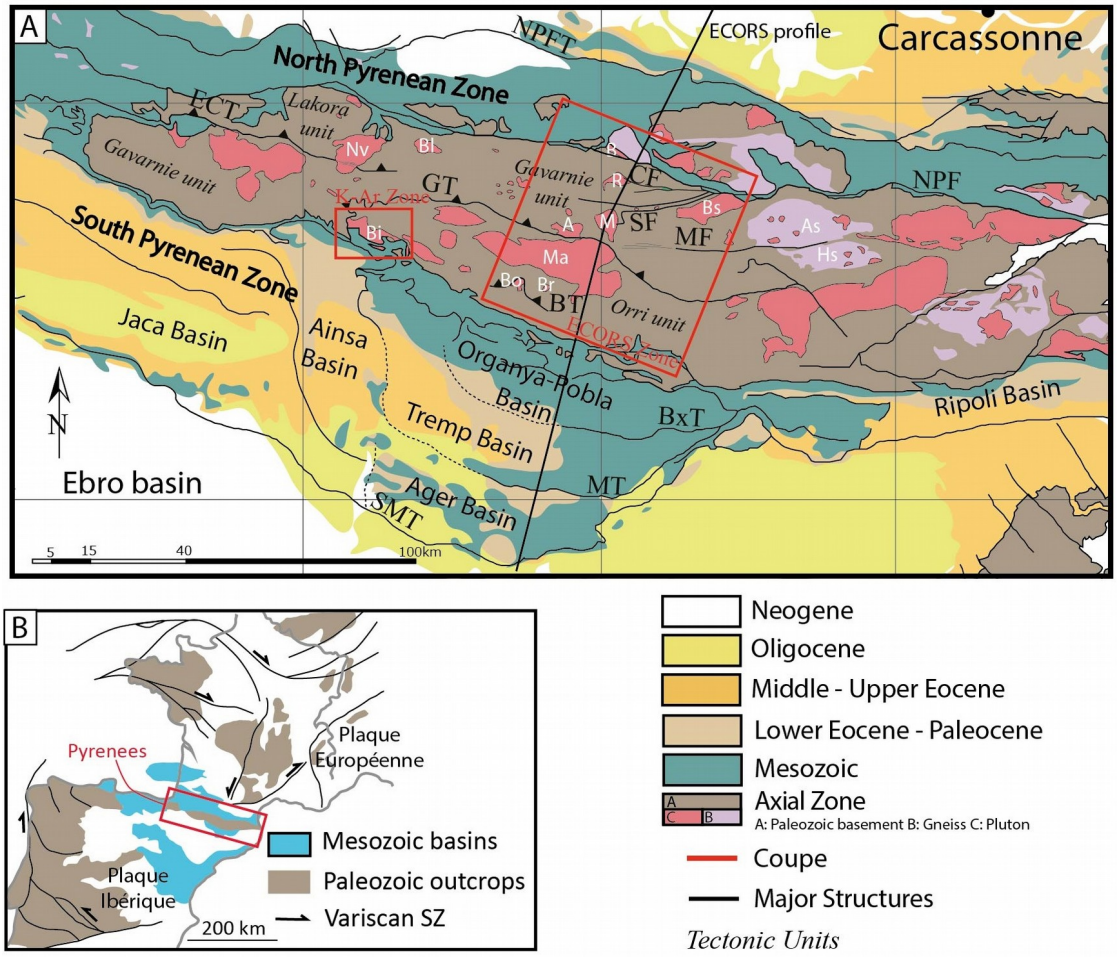


Figure 1: Cartes structurales des Pyrénées représentant les structures tectoniques majeurs (Unités, chevauchements..), plutons et dômes métamorphiques, et principaux bassins à petite (a) et plus large échelle (b). NPFT: North Pyrenean Frontal Thrust; NPF: North Pyrenean Fault ; ECT: Eaux-Chaudes Thrust ; GT: Gavarnie Thrust ; CF: Couflens Fault; MF: Merens Fault; BT: Bono Thrust; BxT: Boixoll Thrust; MT: Montsec Thrust; SMT: Sierra Marginales Thrust; A: Arties; As: Aston ; B: Bethmale ; Bi: Bielsa ; Bl: Bordere-Lourons; Bo: Bono; Br: Barruera ; Bs: Bassies ; E: Erill ; Hs: Hospitalet; M: Marimanya ; Ma: Maladeta ; Nv: Neouvielle; R: Riberot

Le déplacement localisé sur des chevauchements (Fig. 1a) pourrait ne pas être le seul mode d'accommodation de la déformation du prisme. En effet, la déformation distribuée dans les méta-sédiments Paléozoïques, voir la déformation des plutons par le formation de réseaux de zones de cisaillement contribuent également au raccourcissement (Bellahsen et al., 2019). Cette déformation distribuée dans la croûte est tributaire de la variation de paramètres rhéologiques tels que la diversité pétrologique, structurale, mais également des conditions externes liées à la profondeur telle que la pression et la température. Deux régimes de déformation sont mis en évidence (Byerlee, 1978; Kirby, 1985; Kohlstedt et al., 1995), soit le régime cassant et le régime ductile. Dans la Zone Axiale (ZA), les conditions de bas degré, ainsi que la fraction significative en minéraux « faibles » (e.g. phyllosilicates), provenant des schistes vert, favorisent le développement d'un style de déformation cassant-ductile (Handy, 1994). Ainsi, ce régime est indissociable de la formation des prismes collisionnels impliquant la croûte moyenne (~ 10km ; ~ 300°C) en particulier lorsque

couplé à l'effet d'une forte activité hydrothermale. En effet, plusieurs modèles sont suggérés en fonction de l'hydratation des roches. A titre d'exemple, celui du « Jelly sandwich » (Fig. 2a ; Burov and Diament, 1995) correspond à une lithosphère continentale conventionnelle (~ 35 km d'épaisseur), tandis que celui de la « crème brulée » (Fig. 2b ; modifié d'après Bürgmann and Dresen, 2008; Burov and Watts, 2006) permet d'observer une réduction drastique de la résistance de l'assemblage en favorisant une déformation ductile (par fluage) à la place du comportement cassant supposé sans hydratation. Cela étant, la variation des contextes P-T et des flux hydrothermaux le long de la ZA complexifie l'estimation de l'impact des processus actifs à échelle locale ou micrométrique.

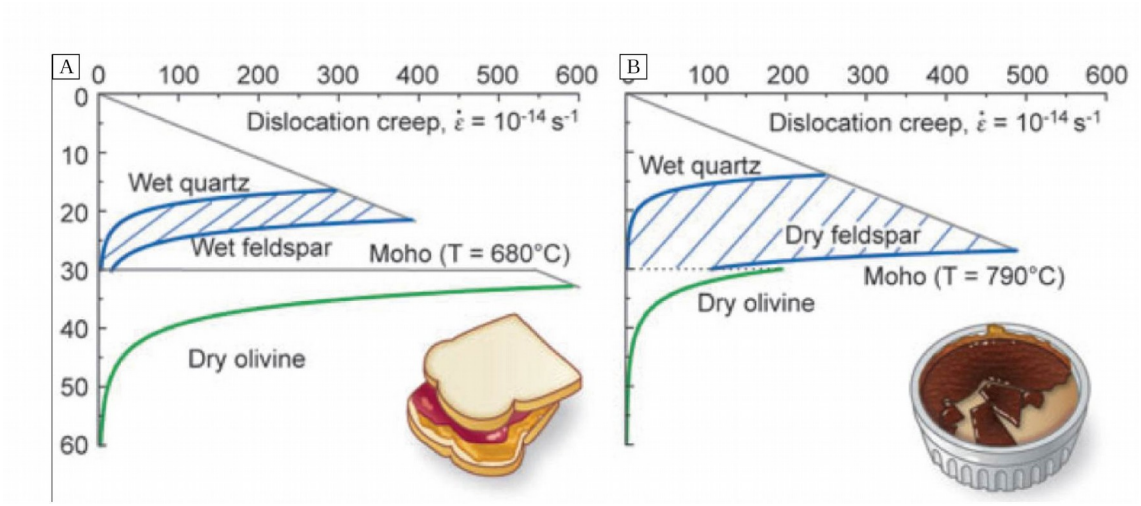


Figure 2: Profils rhéologiques de la lithosphère: (a) modèle du «Jelly Sandwich»; (b) modèle de la «crême brulée» (modifié d'après Burgmann & Dresen, 2008)

Les phyllosilicates sont très présents dans le contexte P-T de la Zone Axiale et se trouvent majoritairement cristallisés dans des zones localisant la déformation. L'utilisation de ces minéraux pour dater zones de cisaillement et autres structures marquant la déformation est donc idéale. Par ailleurs, le système argon est associé à une température de fermeture autour de 350°C sur les micas blancs (Fig. 3a), mais cette dernière décroît en fonction de la taille des grains. Ainsi, la température de fermeture est estimée aux alentours de 300°C pour des tailles de grain très réduites (< 50 µm ; Dodson, 1973 ; Fig. 3b), mais relativement communes aux cisaillements mylonitiques. Dès lors, leur datations devraient nous permettre d'identifier les périodes associées à une activité tectonique et/ou à forte circulation de fluides. Par ailleurs, la complexité micro-structurale de ces roches nécessite l'utilisation d'une méthode permettant le ciblage des structures avant datation. De plus, les grains inférieurs à 100 µm sont sujets au recul de l'argon durant l'irradiation ce qui provoque la perte d'une partie de l'argon et engendre des âges artificiellement plus jeunes. Ces éléments suggèrent donc l'utilisation d'un protocole sans irradiation en in situ, soit le développement du K-Ar in situ pour dater l'activité de ces déformations.

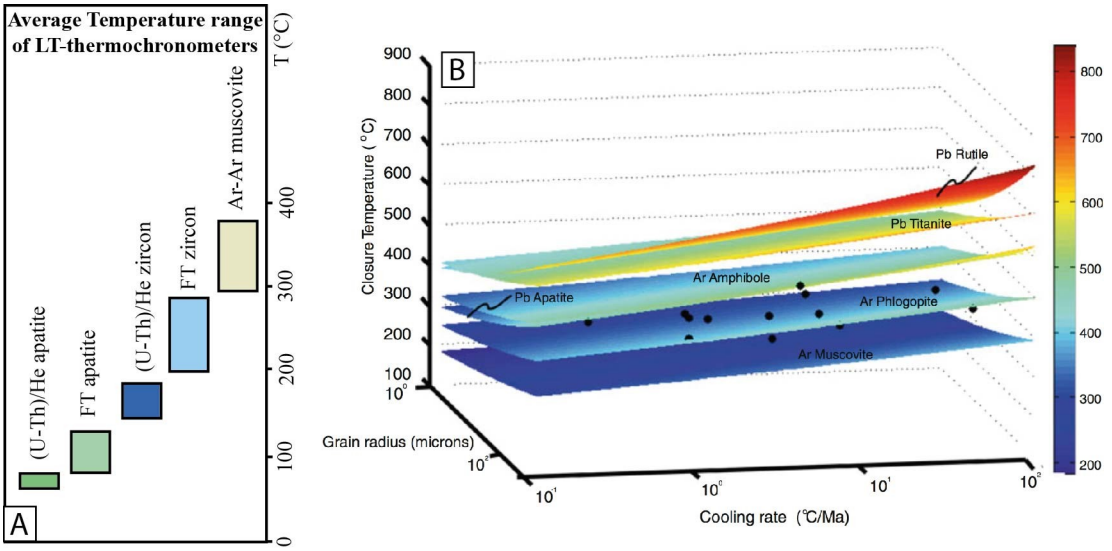


Figure 3: Gammes moyennes de températures de fermetures pour différents thermochronomètres de basse température (a), et influence de facteurs externes liés à la taille des grains ou encore au taux de refroidissement (b)

Les variations spatiales et temporelles du gradient géothermique hérité de la formation du rift nord pyrénéen (Vacherat et al., 2014), viennent compliquer l'estimation directe des taux d'exhumation en ajoutant potentiellement une composante de relaxation thermique. Plusieurs profils verticaux (Fig. 3b) sont alors réalisés le long du profil ECORS-Pyrénées traversant la Zone Axiale. Le set de données thermochronologique existant est principalement constitué de traces de fission et (U-Th)/He sur apatite permettant principalement de contraindre les dernières étapes de l'orogenèse. Afin de reconstruire l'intégralité du chemin T-t des différentes unités de la ZA, l'utilisation de thermochronomètres de plus haute température (traces de fission et (U-Th)/He sur zircon) est donc privilégiée (< 350 °C ; Fig. 3a). Une fois couplées aux données structurales existantes, ce set de données thermochronologiques devrait permettre d'affiner la séquence d'exhumation associée aux différentes unités tectoniques. L'utilisation conjointe de ces méthodes permet alors (i) d'obtenir des chemins d'exhumation relatifs aux unités tectoniques qui composent le transect ECORS-Pyrénées, et (ii) d'observer la séquence d'activation des différentes zones d'accommodation de déformation du nord au sud de la Zone Axiale. Ajoutées à l'évolution thermostructurale Mésozoïque connue, les données thermochronologiques permettent une modélisation plus fine via QTQt (Gallagher, 2012; Gallagher et al., 2009), ainsi qu'une reconstruction du prisme à différentes étapes de la compression.

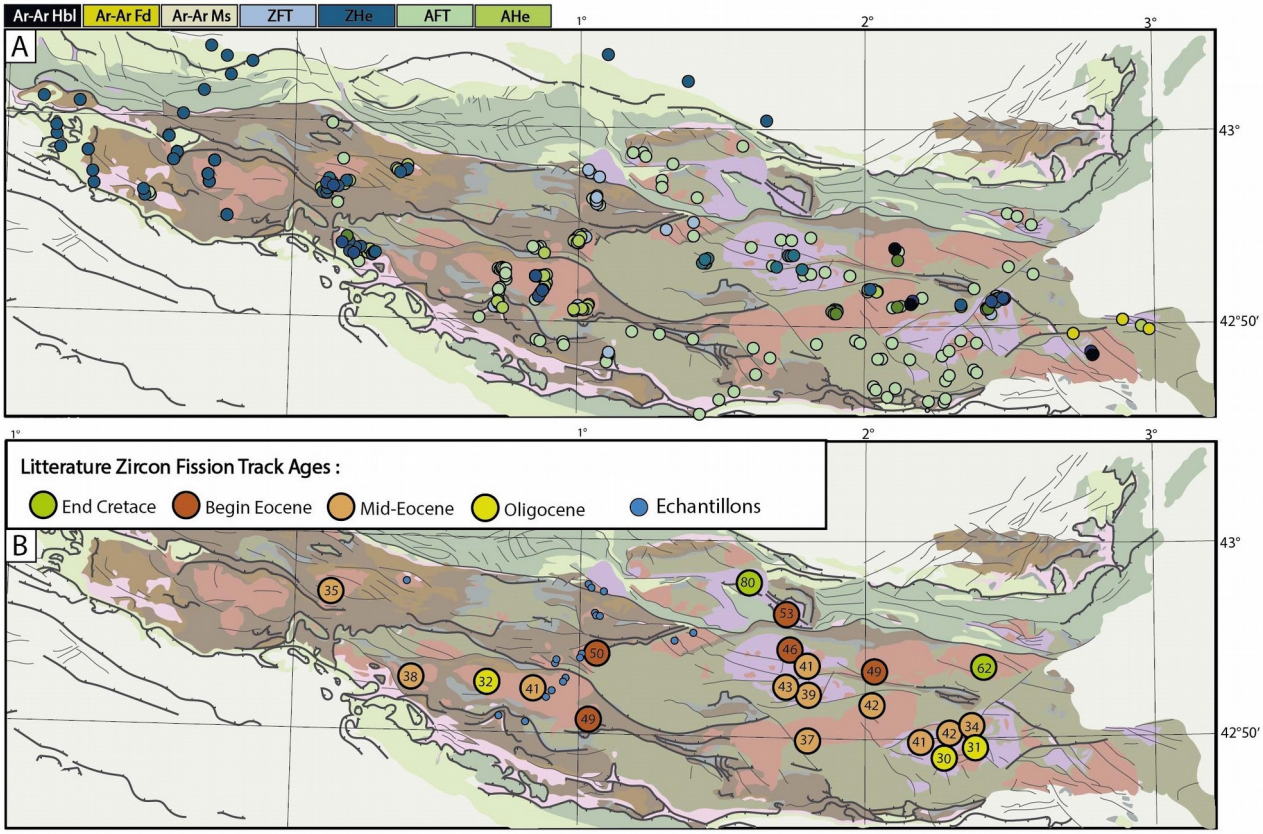


Figure 4: Localisation des données Thermo(géo)chronologiques de basse température (U-Pb sur zircon, Ar-Ar sur feldspaths et hornblende; Fission Tracks sur zircon et apatite, (U-Th)/He) sur zircon et apatite) associées au massif Pyrénéen (basé sur les données de Fitzgerald et al., 1999; Sinclair et al., 2005; Metcalf et al., 2009; Gibson et al., 2007; Yelland et al., 1991; Garvin PhD Thesis, 1985; Maurel PhD Thesis, 2003; Maurel et al., 2008; Jolivet et al., 2007)

L'objectif général de ce manuscrit est la reconstruction de l'évolution thermique et structurale de la Zone Axiale des Pyrénées (Fig. 1a), et *in extenso* des prismes collisionnels « froids ». Pour cela, des traceurs pouvant indiquer les variations de conditions P-T-t associées à chaque unité de la Zone Axiale sont nécessaires. En effet, Les conditions P-T associées à la plupart des roches de la Zone Axiale ne dépassent pas la transition entre les régimes cassant et ductile. Cependant, afin de pouvoir comprendre la déformation du prisme orogénique des Pyrénées, il nous faut comprendre : (i) **Quelle est la dynamique d'exhumation des unités qui composent la Zone Axiale ;** (ii) **Comment évolue le gradient géothermique durant la convergence ;** (iii) **Quelles sont les périodes d'activité et les structures impliquées dans l'accommodation de la déformation alpine ;** (iv) **Sur quelle période la part d'accommodation distribuée est-elle observable.** Pour répondre à ces questions, il nous faut alors coupler les données structurales de terrain à un panel de données thermo(géo)chronologiques couvrant d'ensemble des conditions de pression et température associées au raccourcissement Alpin (Fig. 3a).

1.2 Organisation du manuscrit

Ce manuscrit s'articule autour de 8 parties distinctes comprenant l'introduction générale. Celle-ci vise à expliciter brièvement les différents aspects et problématiques abordées dans chaque chapitre, ainsi qu'à introduire les différentes méthodes utilisées. La seconde partie est consacrée au développement de ces aspects par la caractérisation du contexte géologique global Pyrénéen. La localisation de la zone d'étude et de ses structures majeures, les différentes phases de déformations et événements incluant des notions d'héritage nécessaire à la pleine compréhension de la suite du manuscrit y sont également développées. Afin d'achever cette section introductive, la troisième partie apporte des précisions sur les différentes méthodes utilisées (datation K-Ar in situ, ZFT, AFT, (U-Th)/He sur zircon et apatites, thermobarometrie Chl-Phg) ainsi que sur la préparation des échantillons intrinsèque à chaque méthode. Cette partie permet également d'aborder les concepts nécessaires à l'interprétation des résultats thermo(géo-)chronologiques et thermobarométriques.

La quatrième partie propose la comparaison à différentes échelles des zones de cisaillement contenues respectivement dans les plutons de Maladeta et de Bielsa (par la combinaison de données optiques et EBSD). Elle permet d'identifier le régime de déformation des plutons et du socle Paléozoïque de la ZA, mais également d'estimer les conditions de P-T inhérentes aux déformations subies par ces derniers. La déformation localisée et distribuée observée dans les méta-sédiments Paléozoïque y est également abordée. Ainsi, cette partie permet d'établir un « catalogue » regroupant les styles microstructuraux relatifs aux différents assemblages minéralogiques rencontrés dans la Zone Axiale des Pyrénées.

La cinquième partie traite, quant-à-elle, du développement de la méthode de datation K-Ar in situ sur les micas fins observés dans les zones de cisaillement de Bielsa. La section est rédigée à la manière d'un article scientifique et comprend donc un contexte géologique, ainsi qu'une description méthodologique spécialisée. Dans cette partie, les challenges rencontrés durant les différentes phases d'analyse sont développés. Cette partie permet également de discuter de l'implication géologique des résultats par la mise en relation avec les données thermométriques et l'histoire thermostructurale connue de Bielsa. Par ailleurs, cette étude vise le développement d'une méthodologie utilisable ultérieurement pour la datation des zones de cisaillement et chevauchements permettant un raccourcissement durant la compression Alpine des Pyrénées, notamment à proximité du profil ECORS-Pyrénées. Quelques données supplémentaires permettent également de discuter plus en détail des facteurs d'influence de premier ordre sur la datation K-Ar (Contrôle de l'ablation laser, estimation du potassium, et méthodes de calibration de la sensibilité

du spectromètre de masse), mais également de la logique de répartition des ages sur les échantillons via le contrôle textural proposé par cette méthode.

La sixième partie constitue la partie centrale du manuscrit et fait l'objet d'un manuscrit soumis à publication (*Tectonics*). Cette partie traite principalement de l'interprétation des données thermochronologiques de basses températures (ZFT, AFT, (U-Th)/He sur zircon) acquises sur différents plutons de la Zone Axiale, ainsi que de leur inversion via la modélisation QTQt. Ainsi, par l'utilisation des données thermochronologiques acquises, ainsi que des contraintes diverses publiées, cet article propose une une évolution T-t associée à chacun des plutons étudiés et permet la reconstruction séquentielle des Pyrénées le long du profil ECORS-Pyrénées depuis l'initiation de la collision Alpine. Quelques données supplémentaires sont également disponibles et permettent de discuter de l'impact du contenu en Uranium effectif (eU) sur les thermochronomètres (principalement ZFT et ZHe), mais également du développement d'une méthode de triple-datation en in situ (ZFT, ZHe in situ et U-Pb).

Finalement, la septième partie permet de discuter l'ensemble des résultats afin de prolonger le raisonnement développé dans les parties précédentes. Les pistes abordées sont alors résumées dans une conclusion générale qui constitue la dernière partie de ce manuscrit.

2 Zone d'étude

2.1 Étapes de déformation

2.1.1 Orogenèse Varisque

L'orogenèse Varisque intervient au début du Carbonifère et est causée par la collision des blocs de Laurentia-Baltica (nord) avec le Gondwana (sud) durant la formation de la Pangée. D'environ 370 à 330 Ma, ce mouvement conduit à la fermeture et la subduction de plusieurs domaines océanique (Fig. 5), dont l'océan Rheique au sud et la partie ouest de Paléo-Téthys au nord (Bosse et al., 2000; Giacomini et al., 2007; Paquette et al., 2003; Torsvik et al., 2012). Cette compression est associée à un épaississement crustal par empilement de nappes (Ballèvre et al., 2014), à un métamorphisme HT, ainsi qu'au magmatisme permettant la formation de massifs plutoniques. La méthode U-Pb sur zircon permet de situer cet épisode du Dévonien supérieur au Permien inférieur (290 – 380 Ma). Il en résulte la formation de massifs plutoniques principalement datés entre 340 et 290 Ma (Gleizes et al., 2006; Maurel et al., 2003; Olivier et al., 2008; Paquette et al., 1997; Respaut et al., 1983; Roberts et al., 2000; Ternet et al., 2004; Vacherat et al., 2014 ; Fig 1a).

A partir de ~320 Ma, trois déformations majeures interviennent alors (D_1, D_2 et D_3 ; Fig. 6), auxquelles s'ajoutent quelques régimes de déformation plus locaux (Fig. 7). Par ailleurs, Les déformations sont enregistrées par les plutons tardi-Varisques recoupant les sédiments Paléozoïques.

A proximité du dôme métamorphique d'Aston (Fig. 1a), la déformation D_1 (Fig. 6) forme une structure caractérisée par une linéation plongeante vers le SE (Evans et al., 1997). Cette dernière est la résultante d'une compression globalement N – S (Denèle et al., 2009). Néanmoins, celle-ci est ensuite souvent transposée par D_2 en une schistosité S_1/S_2 subverticale (Druguet et al., 2009). Cette étape de déformation voit l'apparition d'un métamorphisme M_1 barrovien de HT – BP, lié à un épaississement crustal (Laumonier, 2010).

A la même période aux alentours du massif de Bassiès, des roches très étirées, ainsi qu'une recristallisation des quartz indiquant une température élevée (Chessboard structures) sont visibles au abords du pluton. Ces structures sont interprétées comme une déformation locale notée Dg correspondant à un cisaillement senestre (Evans et al., 1997 ; Fig. 7a).

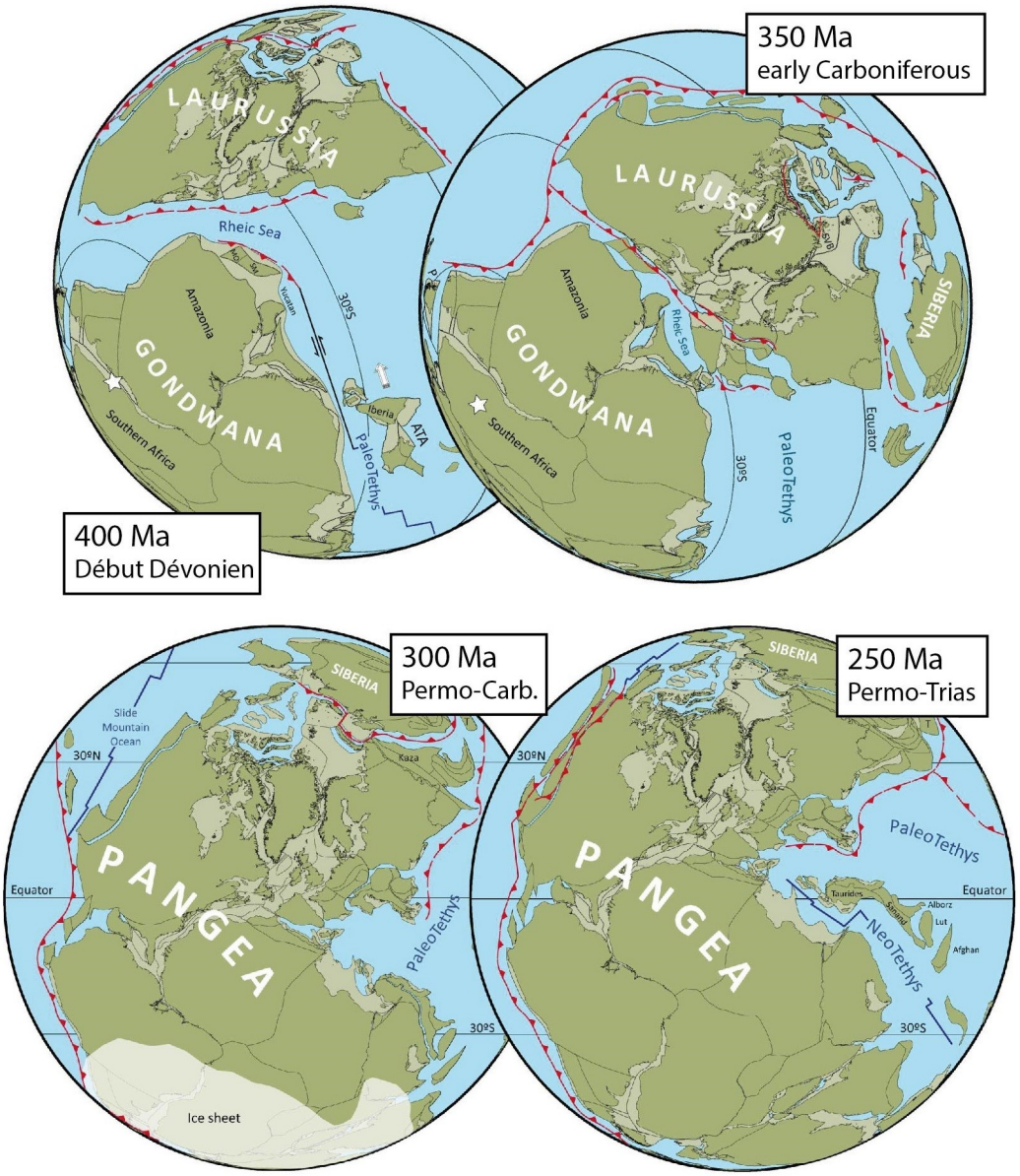


Figure 5: Reconstruction du déplacement des plaques en projection orthogonale (d'après Torsvik et al., 2012) montrant les période Dévoniennes à Trias

Par la suite, la déformation D_2 (Fig. 6, 7b), en général dépendante d'un régime transpressif E-W, se caractérise par une linéation L_2 largement représentée dans les roches de la Zone Axiale. Cependant, cette dernière est souvent microscopique et constituée d'un alignement d'agrégats. En revanche, pour les roches de bas degré métamorphique cette déformation est représentée par une crénulation subparallèle à L_2. Le mouvement associé à cet événement correspond à un cisaillement dextre, ce qui le rend incompatible avec la déformation Dg, et le place certainement après celle-ci (Evans et al., 1997).

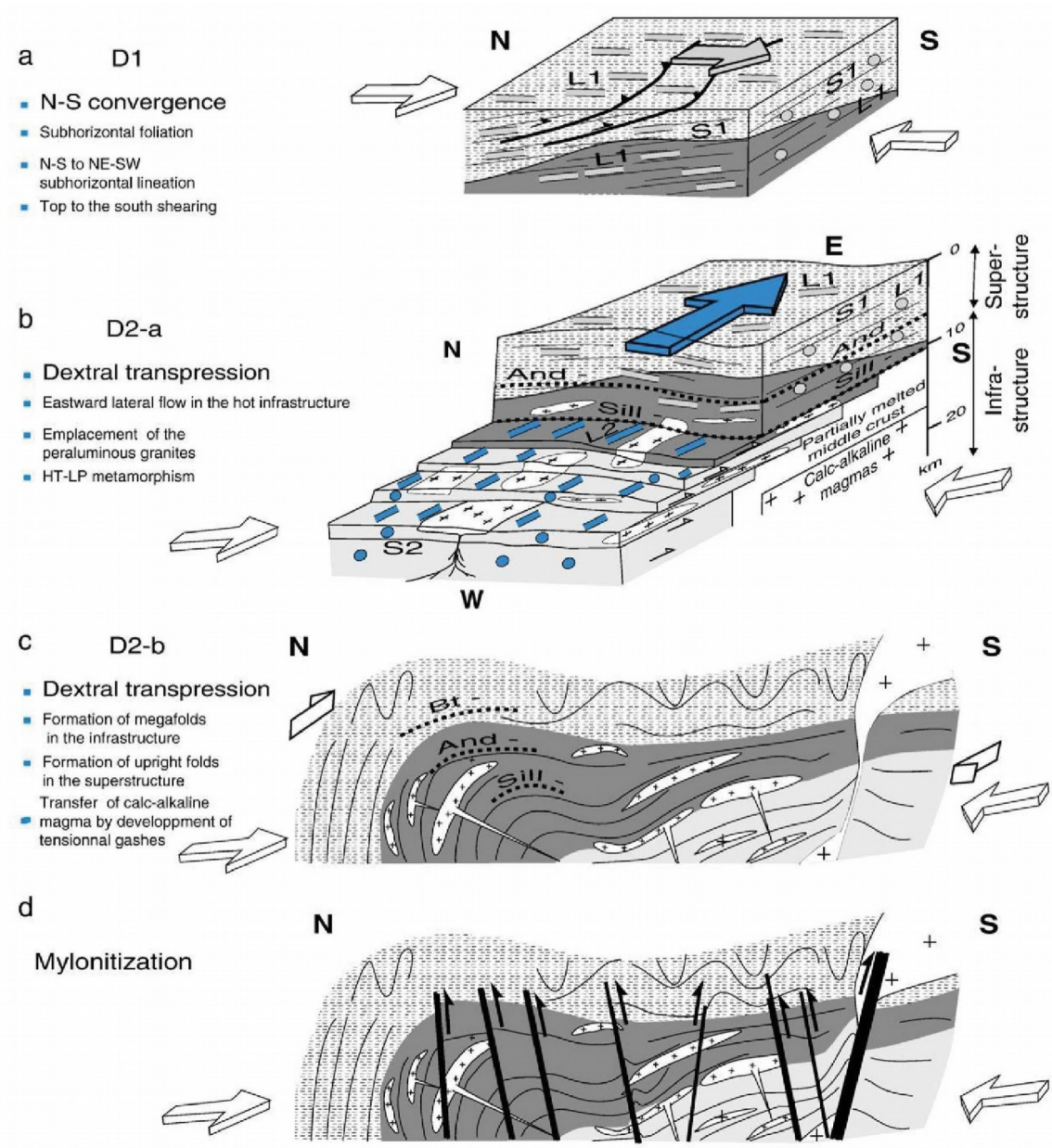


Figure 6: Reconstruction des phases de déformation et des évènements magmatiques Varisques dans le dôme d'Aston (d'après Denèle et al., 2009a)

La déformation D_2 peut être subdivisée en plusieurs parties (Fig. 6), dont la première, D_{2A}, est datée à environ 310 Ma (Laumonier, 2010). Cette dernière est visible dans les granites perallumineux d'Aston (Fig. 1a) et est caractérisée par un régime allant de l'extension E-W à N 120° syn-convergence, à un flux latéral en transpression vers l'Est (Denèle et al., 2007). Ce dernier est probablement favorisé par un découplage entre la croûte supérieure froide et inférieure chaude. En effet, la croûte est segmentée en une infrastructure et superstructure (Cochelin et al., 2018) qui diffèrent de par la température et la réponse à la transpression régionale. Dans la superstructure, la déformation est homogène et montre un raccourcissement N-S associé à un épaississement. Tandis que, l'infrastructure montre un fluage latéral – horizontal vers l'est (Burg et al., 1994; Cochelin,

2017). Par ailleurs, respectivement dans les orthogneiss et paragneiss migmatitiques d'Aston, des méga-plis E-W ainsi que des petits plis E-W sont observables. L'association de cette déformation avec la mise en place d'intrusions et de Sills de granite perallumineux syn-D_{2A} est possible. En effet, le flux latéral permet aux Sills d'étendre leur processus de migmatitisation (Denèle et al., 2009). Par ailleurs, cette fusion partielle est en partie causée par la conduction de chaleur, elle-même favorisée par la convection et l'advection de fluides. La déformation D_{2A} (Fig. 6) est par ailleurs également associée à un métamorphisme M_{IIA} correspondant à l'extension syn-convergence et une délamination sub-crustale. Ces zones métamorphiques comportent des cordiérites à andalousite (Laumonier, 2010). Le socle enregistre une déformation correspondant à une orogène chaude, ce qui pourrait être l'expression d'une délamination mantellique et donc un recul du slab. Ce dernier aurait donc reculé vers le sud en direction de la marge nord Gondwanienne (Cochelin, 2017).

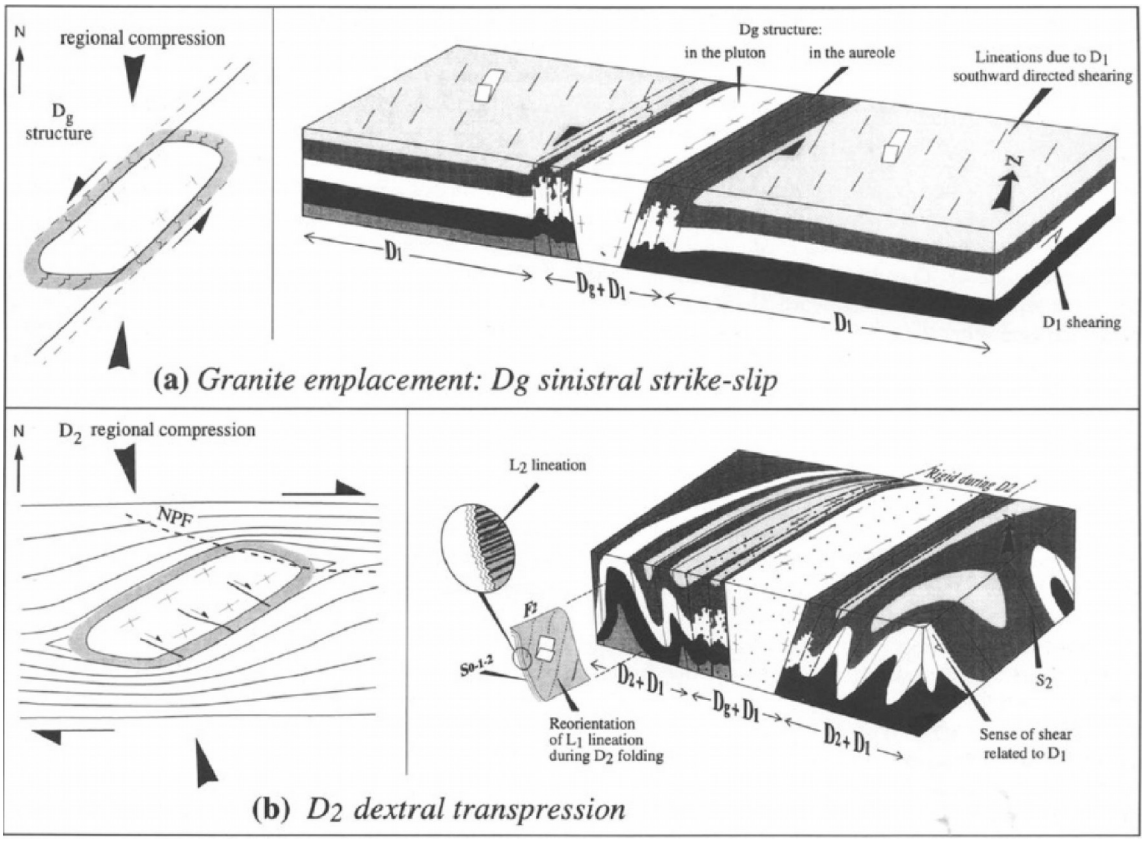


Figure 7: Description des déformations Varisques (a)Dg (déformation locale à proximité de Bassiès; (b) D2 (d'après Evans et al., 1996)

La seconde étape, D_{2B}, est caractérisée par son régime compressif permettant la formation de méga-plis E-W dans les dômes de la croûte moyenne, ainsi que de petits plis aux plans axiaux subverticaux dans la croûte supérieure méta-sédimentaire. Ce n'est que vers la fin de cette déformation que la plupart des plutons calco-alcalins se mettent en place dans la croûte supérieure sous la forme de dômes ou d'anticlinaux, d'environ 310 à 290Ma. Cette phase met en scène une

forte advection de magma permettant également d'y associer un métamorphisme M_{IIB}, proche de M_{IIA}, mais avec une cordierite répartie plus localement (Laumonier, 2010).

La phase D_{2C} prend place vers 300Ma (Laumonier, 2010; Laumonier et al., 2014) et est caractérisée par un régime transpressif et décrochant dextre. De plus, cette phase correspond à la mise en place des plutons dans la croûte supérieure épizonale, achevant le transfert de chaleur par un processus de conduction. Un métamorphisme de contact (associé à la mise en place des plutons) représenté par des Hornfelds influence les amphibolites de l'encaissant, ce qui indique qu'elles sont déjà présentes lors de l'intrusion.

Cette étape permet la déformation les minéraux constituant l'auréole de contact formés durant D_1 (Fig. 6) ou Dg (Fig. 7a ; aux alentours de Bassiès). D'après Evans et al. (1997), ce processus a pour effet un durcissement thermique du pluton et de l'auréole, et permet alors de considérer Bassies comme un porphyroclaste pris dans la matrice que constitue le socle sédimentaire durant toute la déformation D2.

Enfin, une phase nommée D_{2D}, durant laquelle le régime transpressif est toujours présent, est décrite (Beaumont et al., 2000; Laumonier et al., 2014). Cette dernière est caractérisée par le développement de zones de cisaillement mylonitiques dextres retrogrades subverticales orientées NE-SW, notamment dans les granitoïdes. Par ailleurs, cette étape est associée au début du refroidissement tectonique. La dernière phase, appelée D_3, est associée à un métamorphisme Barrovien de moyen à bas degré généralement rétrograde, et définit par l'assemblage disthène – staurotide. Cette déformation débute durant D_2, mais se prolonge aux premières phases du refroidissement tectonique et est quelque fois associée à la formation de zones de cisaillement (Fig. 8). En revanche, le métamorphisme associé est uniquement défini pour l'est des Pyrénées, et pourrait être une réponse à la formation de bassins Mésozoïques.

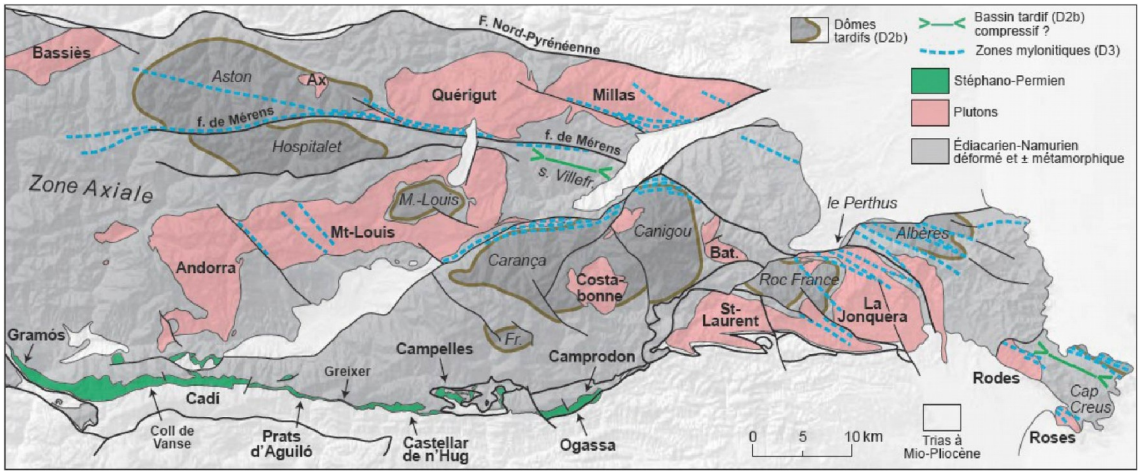


Figure 8: Localisation des zones de cisaillement et massifs plutoniques associés à la partie Est de la zone Axiale des Pyrénées (Laumonier et al., 2014)

2.1.2 Extension Crétacé

Après le collapse de la chaîne Varisque durant la période Permo-Trias (Vissers, 1992), un épisode volcanique et communément associé à la formation du rifting nord pyrénéen (Choukroune, 1992), ainsi qu'au contexte de transtension s'étalant du Trias au Crétacé. Dans un premier temps, le rifting est lié à l'ouverture de l'Atlantique durant le Trias supérieur (220 Ma ; Schettino and Turco, 2011), et plus tard à la rotation de l'Ibérie (Montigny et al., 1986; Thinon et al., 2001). A la fin du Jurassique, une province magmatique centre Atlantique se forme, et reste observable dans les ophiolites Pyrénéennes. L'ouverture du Golfe de Gascogne est mise en évidence par les anomalies magnétiques M_0 et M_{34} respectivement datées à 118 et 83 Ma (Olivet, 1996; Rosenbaum et al., 2002; Srivastava et al., 1990). Ainsi, durant l'Albo-Cénomanien, le rifting et l'amincissement qui en résulte sont donc à leur apogée (Fig. 9) permettant alors une connexion entre Téthys et l'Atlantique, par une séparation entre Ibérie et Europe.

Entre Aptien et Albien, une réorganisation de la cinématique se produit et marque un début d'extension des fonds océaniques associé à un amincissement extrême des bassins continentaux, se traduisant par une forte anomalie thermique (Vacherat et al., 2014). Par ailleurs, durant le break-up Albien (~ 110 Ma), ce domaine hyper-aminci (Jammes et al., 2009; Lagabrielle et al., 2010; Lagabrielle and Bodinier, 2008; Masini et al., 2014) est accompagné d'un fort gradient géothermique estimé jusqu'à ~80 °C/km dans la future zone nord pyrénéenne (Clerc and Lagabrielle, 2014; Vacherat et al., 2014). Cette période est suivie par un volcanisme potassique (110 – 85 Ma ; Montigny et al., 1986). Par ailleurs, le fort gradient géothermique perdure alors et conduit à un métamorphisme syn-tectonique dont le pic est atteint dans la zone nord Pyrénéenne entre 87 et 98Ma et estimé à ~3-4 kbar pour 500 – 600°C (Albarède and Michard-Vitrac, 1978; Golberg and Leyreloup, 1990), juste après une dénudation syn-rift mise en évidence par plusieurs datations (U-Th)/He sur albite dans la zone nord Pyrénéenne. L'extension des fonds océaniques perdure jusqu'à fin-Santonien – Campanien, et s'étend jusqu'à la marge européenne avec via le jeu de zones d'extension en cisaillement durant la formation de bassins nord pyrénéens (Tugend et al., 2015).

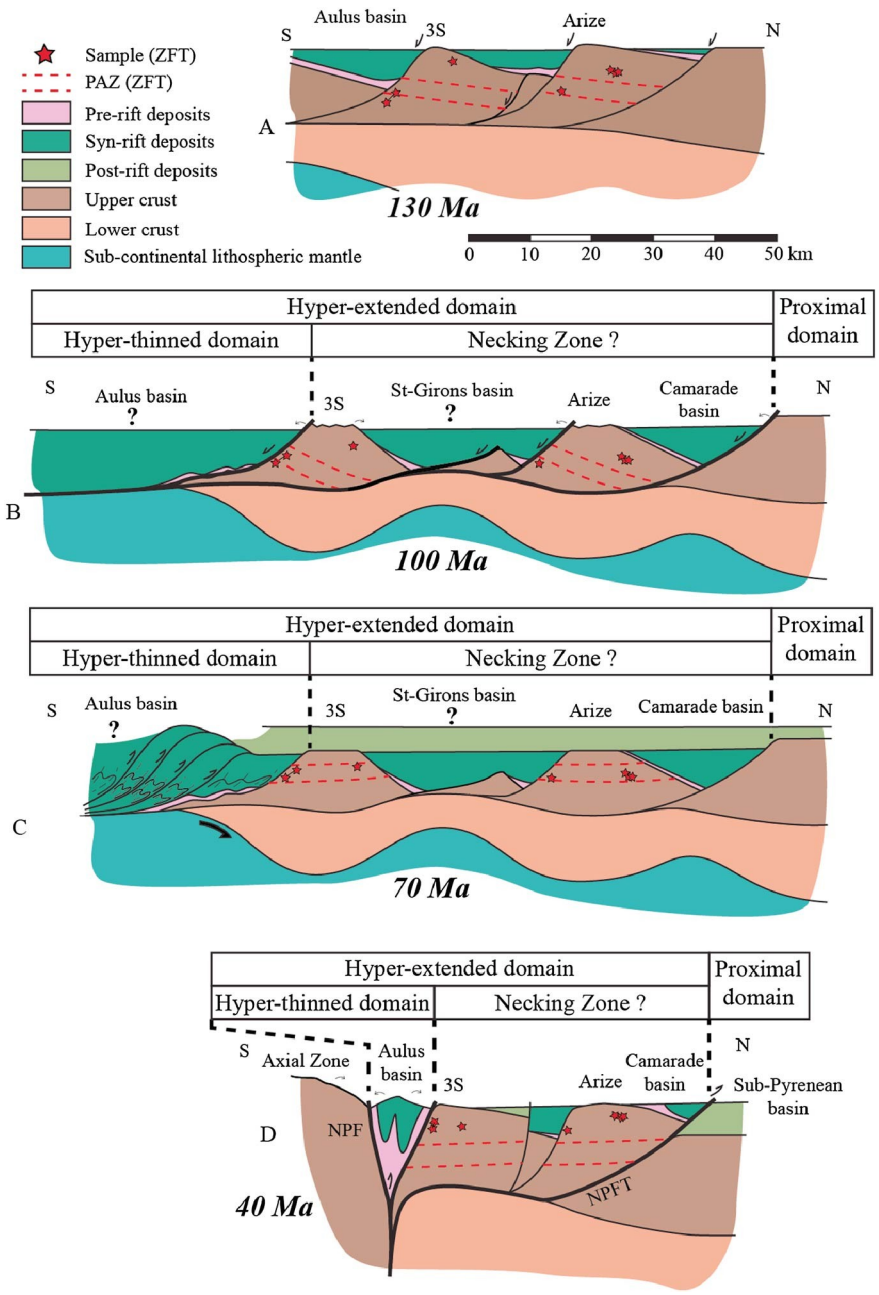


Figure 9: Reconstruction schématique de l'évolution de l'Ariège contrainte par la modélisation d'histoires thermiques durant la formation du rift nord pyrénéen, ainsi qu'après l'inversion Alpine (d'après Vacherat, 2014)

2.1.3 Orogenèse Alpine

Suite à la compression Varisque et à l'extension Mesozoïque, la future chaîne des Pyrénées est déjà marquée par un important héritage thermostructural. Ce dernier est caractérisé par des failles et plis, parallèles à l'allongement des Pyrénées, mais également par une lithologie partiellement métamorphisée (faciès schiste vert). Cet héritage produit un affaiblissement des roches (Bellahsen et al., 2019) et propose une large gamme de structures WNW-ESE pouvant faciliter les déformations ultérieures.

Selon les données du profil sismique ECORS couplées aux données géologiques de terrain, les Pyrénées sont formées d'un prisme collisionnel à double vergence. La zone nord Pyrénéenne (NPZ) est bordée par la faille nord Pyrénéenne (NPF) et le front de chevauchement nord Pyrénéen (NFPT ; Fig. 1). Sous ce chevauchement au nord, l'accrétion des dépôts Éocène est marquée par quelques chevauchements superficiels et plis dans les bassins d'avants-pays. Ces dépôts sont bordés au nord par le chevauchement sub-Pyrénéen (SPT). Le socle est marqué par l'activité du rifting Crétacé (forte thermicité et métamorphisme HTBP) et recouvert de (méta)sédiments Méso-Cénozoïques.

En revanche, la zone sud Pyrénéenne (SPZ) est composée de bassins syn-orogéniques successifs (remplis par des sédiments Méso-Cénozoïques) et séparés de chevauchements de couverture à vergence majoritairement sud.

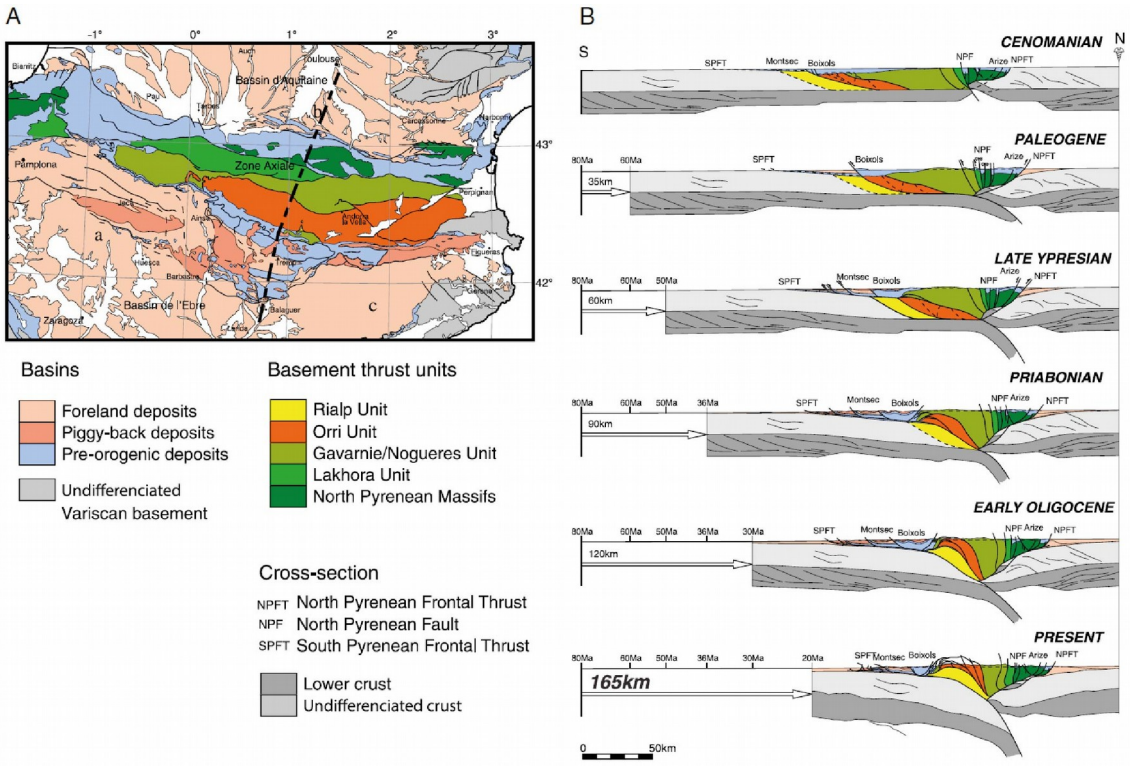


Figure 10: Localisation des unités tectoniques principales durant la collision Alpine des Pyrénées (d'après Mouthereau et al., 2014) : (a) Subdivision des unités majeures de la zone Axiale, et localisation des bassins syn-orogéniques; (b) Restauration séquentielle de la partie centrale des Pyrénéens d'après Beaumont et al., 2000 en considérant un raccorcissement total de 165 km

La Zone Axiale (AZ) est composée de (méta)sédiments Paléozoïques intrudés de massifs plutoniques tardi-Varisques. La croûte supérieure ne semble pas avoir subit de températures supérieures à 350°C après la compression Varisque (Cochelin et al., 2018). Cependant, le fort héritage porté par cette zone (compression Varisque et rifting Mésozoïque) est considéré comme un paramètre de premier ordre pouvant contrôler l'importance du raccourcissement alpin (Bellahsen et al., 2014; Masini et al., 2014; McIntosh et al., 2013; Mohn et al., 2012; Mouthereau et al., 2012;

Mouthereau and Lacombe, 2006; Wrobel-Daveau et al., 2010). Plusieurs chevauchements majeurs structurent la Zone Axiale en quatre unités tectoniques épaississant la croûte par un empilement tectonique (Lakhora, Gavarnie-Nogueres, Bielsa-Orri, et Rialp ; Fig. 10).

Ces unités tectoniques comportent un large set de données thermochronologiques de basse température (traces de fission et (U-Th)/He sur zircon et apatites) apportant des contraintes sur les dernières étapes liées à la phase d'exhumation Alpine estimée entre ~75 et 20 Ma (Fitzgerald et al., 1999; Gibson et al., 2007; Metcalf et al., 2009; Sinclair, 2005; Yelland, 1991). Ce set de données contraint majoritairement les dernières étapes du refroidissement syn-collisionnel, puisque surtout basé sur des thermochronomètres de très basse température sur apatite (FT et (U-Th)/He). Elles permettent de mettre en évidence plusieurs phases d'exhumation, dont une accélération centrée sur Maladeta durant l'Oligocène (Fig. 11a ; Fitzgerald et al., 1999). Par la suite, Par la suite, les thermochronomètres sur apatites permettent de mettre en évidence une séquence d'exhumation et la migration de la déformation vers le sud (Fig. 12 ; Sinclair, 2005). Cependant, des données thermochronologiques sur zircon permettent de contraindre les premiers stades de l'exhumation Alpine, notamment aux bordures E-W de la Zone Axiale, mais restent peu représentés dans la partie centrale. Au premier ordre, les données thermochronologiques mettent en évidence la migration bien connue de la déformation/exhumation du NE vers le SW (Sinclair, 2005; Whitchurch et al., 2011). En effet, le début du refroidissement fin Crétacé est majoritairement associé à l'enregistrement des traces de fission sur zircon retrouvés dans la partie est de la zone nord pyrénéenne. Tandis que, les dernières étapes d'exhumation sont établies durant la période Miocène par l'enregistrement (U-Th)/He sur apatite dans les plutons au SW de la Zone Axiale.

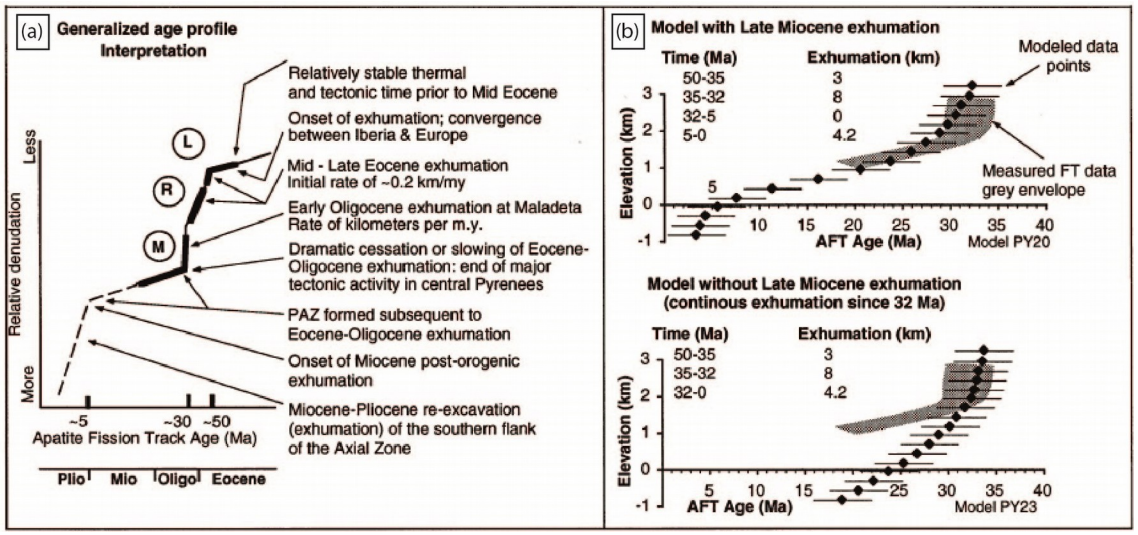


Figure 11: Reconstitution thermochronologique de l'évolution de la Zone Axiale (d'après Fitzgerald et al., 1999) : (a) Evolution thermale généralisée et interprétée pour les 3 profil disponibles; (b) Modèles «thermotrack» du profil de Maladeta avec et sans exhumation fin Miocene

Par ailleurs, ces données, associées au profil sismique ECORS-Pyrénées, suggèrent au premier ordre une structure en « antiformal stacking » de la Zone Axiale (Fig. 10 ; Roure et al., 1989; Fitzgerald et al., 1999; Muñoz, 1992), soit l'empilement des unités tectoniques via le jeu de structures localisant la déformation. Plusieurs phases d'exhumation sont mises en évidences par ces thermo(géo)chronomètres (Fitzgerald et al., 1999; Sinclair, 2005). En effet, le refroidissement associé aux premières phases de collision fin Crétacé supérieur (~80 Ma) est enregistré par les traces de fission sur zircon dans la partie orientale de la zone nord pyrénéenne. En revanche, les derniers stades de refroidissement sont mis en évidence durant le Miocène (~10 Ma) par les données (U-Th)/He sur apatites collectées dans la partie sud de la zone Axiale (Jolivet et al., 2007a). Pour cette étude, seule la partie centrale (à proximité du profil ECORS-Pyrénées) est échantillonnée et modélisée. Par ailleurs, les données disponibles dans les bassins externes au sud et au nord de la Zone Axiale (Filleaudeau, 2011; Whitchurch et al., 2011) attestent de trois pics d'érosion contemporains aux phases d'exhumation détaillées ci-dessous.

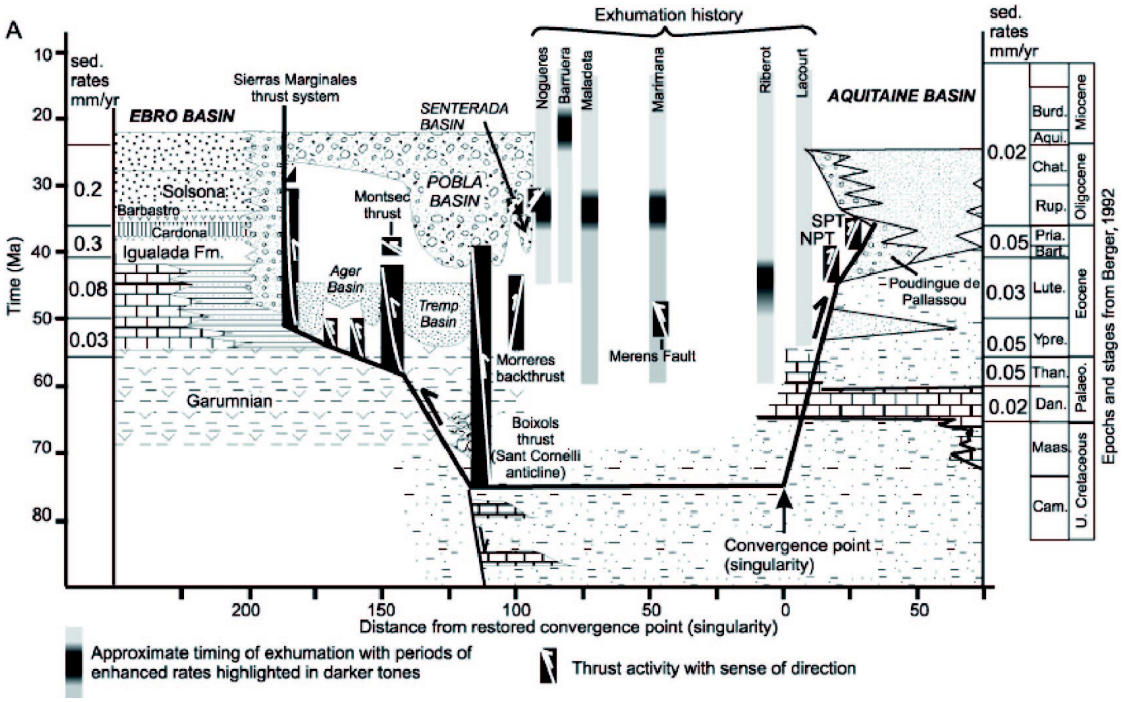


Figure 12: Représentation chronostratigraphique de la séquence de raccourcissement liée à l'activité des chevauchement, mais également de la séquence d'érosion et d'exhumation de la Zone Axiale en fonction de l'enregistrement stratigraphique préservé (Sinclair et al., 2005). L'axe-x représentant la distance à la singularité du prisme défini par Beaumont et al., 2000

A partir du Santonien (~83 Ma), soit sur la fin du Superchron Crétacé (Olivet, 1996), les plaques Ibérique et Européenne convergent suite à la remontée de la plaque Africaine (Tugend et al., 2015). Cependant, une transpression est enregistrée sur la faille nord pyrénéenne dès le Cénomanien (~ 100 Ma). La croûte hyper-amincie associée au fort gradient géothermique du rift affaiblissent les roches et facilitent l'inversion des structures. Cette dynamique conduit, dans un premier temps, à la réactivation de la faille nord pyrénéenne avec une cinématique senestre.

Le long du profil ECORS, vers 75 – 70 Ma, la convergence entre Ibérie et Europe se trouve ralentie par la fin de la suturation de la marge distale et le passage à la collision d'une marge proximale (Mouthereau et al., 2014). Le début de la collision avec une croûte plus épaisse est marqué par l'accélération du refroidissement syn-orogénique, mais également par la transformation des bassins d'avant-pays océaniques en bassins continentaux (Mouthereau et al., 2014). Par ailleurs, un premier pic d'érosion (~ 75Ma ; Whitchurch et al., 2011) est enregistré dans les bassins sud est peut-être associé aux premières phases d'exhumation dans l'est de la zone nord pyrénéenne. En effet, durant cette période la paléotopographie estimée suggère un flux sédimentaire N-S symétrique, ainsi qu'un flux de sédimentation parallèle aux Pyrénées vers le bassin de l'Ebre (Whitchurch et al., 2011). Dans la ZSP, le début de la collision est également suivit par le développement du prowedge et l'inversion du bassin d'Organya-Pobla via le chevauchement de Boixols dont l'activité est daté à ~72 Ma par K-Ar sur des illites (Puigdefàbregas and Souquet, 1986; Rahl et al., 2011).

L'initiation du refroidissement synorogénique de la zone Axiale, en particulier de la partie Nord (Metcalf et al., 2009; Rahl et al., 2011), est estimée à 70-60 Ma. En effet, les traces de fissions sur apatites et les modélisations du K-Ar sur les feldspaths potassiques de Maladeta suggèrent un enfouissement de l'unité d'Orri Meso-Cenozoïque (T < 300°C). Ce ré-enfouissement étant plus important à proximité du chevauchement de Gavarnie, il pourrait-être causé par l'exhumation de l'unité éponyme (Metcalf et al., 2009). En effet, les premiers enregistrement thermochronologiques disponibles dans la ZA (Fitzgerald et al., 1999; Sinclair, 2005) attestent d'une continuïté de l'exhumation durant la période Paléocène-Eocene dans l'unité de Gavarnie. De plus, un pic d'érosion est enregistré par les dépôts sud Pyrénéens (~50 Ma) et pourraient correspondre aux premières phases associées à l'exhumation de l'unité de Gavarnie. Par ailleurs, les âges AFT des conglomérats syntectoniques provenant des bassin sud-centraux (Beamud et al., 2011) suggèrent également une croissance de la topographie de la AZ de l'ordre de 200m/Ma jusqu'à une paléo-altitude estimée à 2 ± 0,5 km entre 49 et 41 Ma (Huyghe et al., 2012).

Durant la période Paléocène-Eocène, la déformation progresse graduellement vers le sud. En effet, les âges AFT Paléocène à Oligocene (massifs de Ribérot et Marimanya) soulignent une migration de la déformation vers le sud de l'unité de Gavarnie (Fitzgerald et al., 1999; Sinclair, 2005). Dans la SPZ, les bassins de Tremp et Ager s'inversent suite à l'activité des chevauchements de Montsec (MT) et Sierras Marginales (SMT), respectivement à 55-36 et 36-30 Ma (Meigs et al., 1996; Meigs and Burbank, 1997). Selon la synthèse thermochronologique de Sinclair (2005), à cette période, la croissance du prisme Pyrénéen est majoritairement associée à une accrétion frontale par

sous-placage (suggéré par la localisation du front de déformation centré sur les NPFT et SMT aux bordures des Pyrénées).

Après 50 Ma, durant l'Éocène, la déformation continue sa progression vers le sud (Fitzgerald et al., 1999; Sinclair, 2005) et associée à l'activité du retro-chevauchement de Morreres (Fig. 1a). Par ailleurs, durant la même période les dernières phases d'activité de la faille senestre-inverse de Merens, ainsi que potentiellement de son prolongement ouest sous la forme du cisaillement de Lladorre (Cochelin et al., 2018), témoignent également d'une accommodation distribuée de la déformation. Par ailleurs, le refroidissement généralisé des parties externes (SPZ et NPZ), ainsi que de l'unité de Gavarnie (comprenant également le massif de Marimanya (Fig. 1a) sur sa bordure sud), est étendue à l'unité d'Orri et enregistré par un age ZFT sur le massif de Maladeta (Sinclair, 2005).

Mi-Eocene, le refroidissement des massifs nord Pyrénéens enregistré par les âges AFT suggère une augmentation de l'activité des chevauchements nord pyrénéens et sub-Pyrénéens sur toute la fin Eocene (Beamud et al., 2011). L'activité du chevauchement de Gavarnie est substituée en partie par la localisation sur le chevauchement d'Orri et permet donc l'exhumation de l'unité éponyme (comprenant les massifs de Maladeta, Barruera et Bono ; Fig. 1a, 10), ainsi que Nogueres. L'exhumation contemporaine d'Orri et de Gavarnie (Beamud et al., 2011) conduit à une érosion, ainsi qu'à un dépôt symétrique N-S dans la chaîne. Durant cette même période, les données Ar-Ar enregistrent la fin de la potentielle activation de plusieurs zones de cisaillement distribuées réparties dans la Zone Axiale (McCaig and Miller, 1986; Monie et al., 1994; Wayne and McCaig, 1998).

Durant la période fin Eocene – début Oligocène, l'accrétion liée aux chevauchements nord frontaux (NPT et SPT) ralentie, et se localise principalement en bordure de la SPZ grâce aux chevauchements de Sierra Marginales (SMT) et de Montsec (MT) de 37 à 25 Ma. Son activité est suggérée par l'épaississement des strates d'Yprésien déposées et recoupées par ce dernier (Meigs et al., 1996; Mutti, 1985). Tandis qu'au centre de la Zone Axiale (Maladeta, Arties et Marimanya), le taux d'exhumation augmente fortement et perdure entre 35 et 30 – 32 Ma (Naylor and Sinclair, 2008; Sinclair, 2005) suite à l'activation conjointe des chevauchements d'Orri et de Rialp durant l'Oligocene. L'activation de ces derniers provoque l'empilement des nappes (« antiformal staking ») et induit un épaississement crustal qui atteint son paroxysme à environ 30 Ma. La vitesse de remontée des roches durant cette période atteint 2 à 4 km/Ma, contre 0,2 à 0,4 km/Ma durant les phases précédentes (Fig. 11a ; Filleaudeau, 2011; Fitzgerald et al., 1999).

Le flux sédimentaire est fortement influencé par la nouvelle topographie asymétrique. En effet, cette dernière induit une augmentation de l'érosion et du flux sédimentaire vers les bassins sud. Cette phase d'exhumation et d'érosion reste pérenne jusqu'à environ 30 Ma. A cette période,

les âges ZFT correspondant à ces bassins enregistrent un dernier pic d'exhumation (Whitchurch et al., 2011). Par ailleurs, le processus « d'antiformal stacking » est lié à la croissance du prowedge par sous-placage des sédiments accumulés dans la SPZ.

Au milieu de l'Oligocène (~30 Ma), les données thermochronologiques disponibles sur la Zone Axiale suggèrent un refroidissement et une diminution du taux d'exhumation (voir un arrêt pour les massifs nord-centraux comme Artiès ou Marimanya) (Fitzgerald et al., 1999; Sinclair, 2005). Cependant, l'activité du chevauchement de Rialp permet une faible remontée de l'unité d'Orri, ainsi que l'exhumation tardive plus rapide enregistrée par les ages AFT sur le pluton de Barruera vers 20 Ma (Gibson et al., 2007). Cette étape marque le début de la période post-orogénique (~20 Ma). Cependant, un cycle d'enfouissement/exhumation post-orogénique est révélé par les données AFT et AHe dans la SPZ (Fillon and van der Beek, 2012), ainsi que dans la ZA (Gibson et al., 2007; Jolivet et al., 2007b). Par ailleurs, une phase post-orogénique d'exhumation pourrait avoir eu lieu à partir du Miocène moyen et concerne une remontée de 2 à 3 km enregistrée uniquement sur l'unité d'Orri (Fitzgerald et al., 1999 ; Fig. 11b).

2.2 Massifs plutoniques et structures majeures

La zone Axiale est ponctuée de massifs plutoniques tardi-Varisques, ainsi que de dômes métamorphiques également associés au cycle Varisque (Fig. 13a). Les datations U-Pb sur zircon (Filleaudeau, 2011; Laumonier et al., 2014) enregistrent leur formation durant l'épisode volcanique fin Carbonifère – début Permien, soit pre/syn-déformation Varisque principale (Laumonier, 2010; Laumonier et al., 2014 ; Fig. 13b). Ce contexte permet d'expliquer leur déformation à l'état de sub-solidus (Aurejac et al., 2004; Bouchez and Gleizes, 1995; Cochelin, 2017; Denèle et al., 2008; Evans et al., 1997; Gleizes et al., 1998; Román-Berdiel et al., 2004). Ces massifs sont mis en place au toit de la croûte moyenne dans des (méta)sédiments à des températures d'environ 300-400°C (Evans et al., 1997). Le différentiel de température entre les pluton (~ 700 – 800 °C) et l'encaissant suppose un refroidissement rapide post-emplacement.

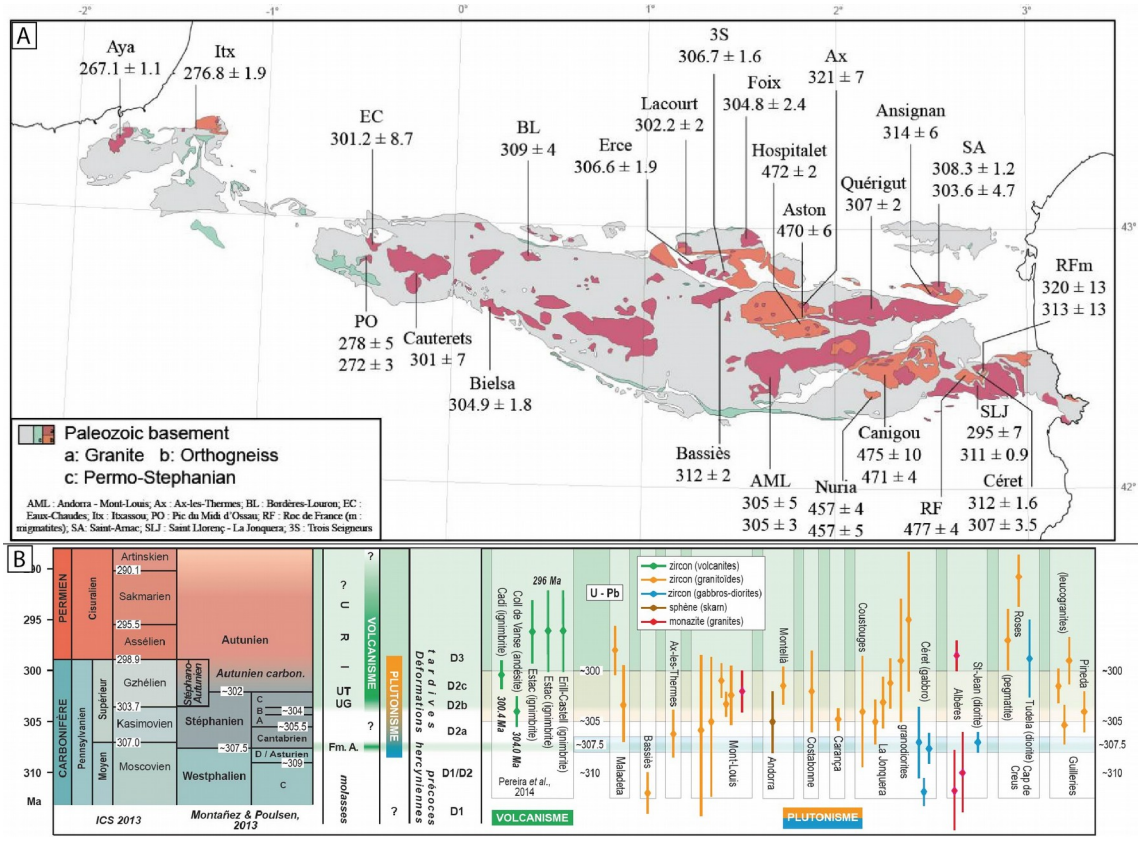


Figure 13: Compilation des âges U/Pb sur zircon obtenus sur les plutons des Pyrénées : (a) Localisation des massifs (Respaut et Lancelot, 1983 ; Delaperrière et al., 1994 ; Romer et Soler, 1995 ; Paquette et al., 1997 ; Guerrot, 1998 ; Roberts et al., 2000 ; Maurel et al., 2004 ; Ternet et al., 2004 ; Gleizes et al., 2006 ; Denèle, 2007 ; Olivier et al., 2008 ; Aguilar et al., 2013 ; Denèle et al., 2014 ; Pik et al., en préparation ; Vacherat et al., 2014); (b) Mise en relation avec les déformation et événements contemporain à la mise en place des plutons (Laumonier et al., 2014)

2.2.1 Structure de l'unité de Gavarnie

Au Nord de la Zone Axiale (et du profil ECORS-Pyrénées, constituant l'essentiel de la zone d'étude), l'actuel massif de Bethmale est situé dans des (méta)sédiments Dévoniens à Carbonifères (Fig. 14) et accolé au massif de Castillon, ainsi qu'à la faille nord Pyrénéenne (FNP). Cette faille est supposée anté-Varisque (Laumonier, 1998) et réactivée durant l'extension Mésozoïque, puis verticalisée lors de son inversion par la compression Alpine. La position structurale de Bethmale, ainsi que la présence de couverture Mésozoïque (roches Trias et Cénomaniennes) à proximité, suggère un faible enfouissement durant la phase de rifing Crétacé (tout-au-plus 3-4 km). En effet, la partie nord de la ZA représente l'épaule sud du rift Crétacé. Durant cette période de rifting, une forte thermicité est associée à la ZNP (Vacherat et al., 2016) et pourrait potentiellement être étendue au nord de la ZA (Bellahsen et al., 2019). La faible topographie (~500 à 1500 m) du massif de Bethmale, ainsi que l'absence d'affleurement granitiques à basse altitude, ne permet pas l'échantillonnage d'un profil vertical très étendu sur ce massif.

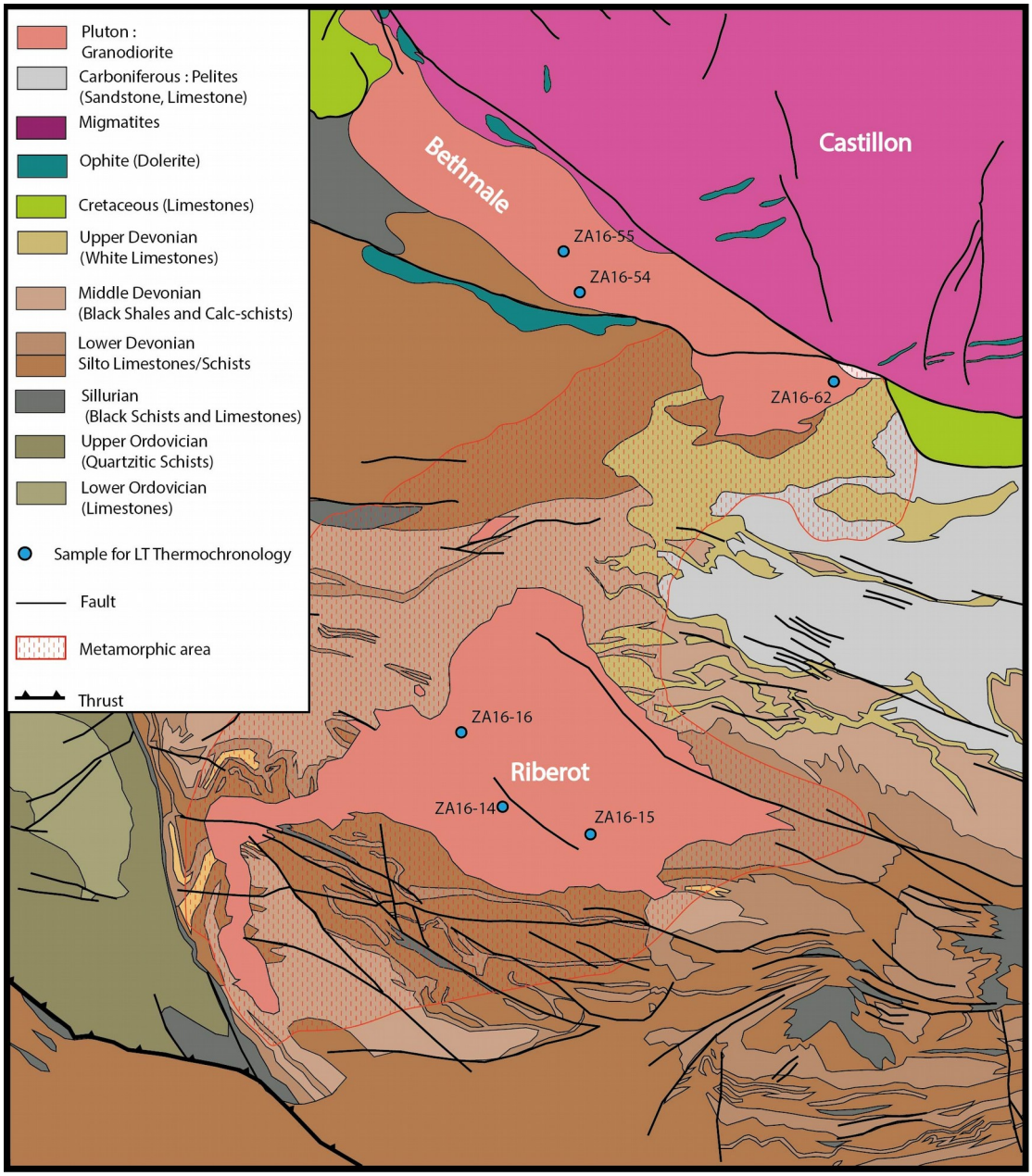


Figure 14: Carte structurale et localisation des échantillons destinés à l'analyse thermochronologique pour les massifs de Ribérot et Bethmale situés dans le nord du synforme de Couflens ou de l'unité de Gavarnie

Afin de disposer d'un plus grand nombre d'échantillons correspondant aux massifs du nord de la ZA, deux autres massifs sont échantillonnés à l'Est et à l'Ouest de Bethmale (massif de Bassiès et Bordère-Lourons). Le massif de Bassiès est situé une dizaine de kilomètres à l'Est de Bethmale et du profil ECORS-Pyrénées (Fig. 15). Il est bordé par la faille Nord Pyrénéenne et présente des roches Mésozoïques à proximité de sa bordure Nord. Ce dernier est situé dans l'antiforme de la Pallaresa et séparé du synforme de Couflens (comportant les massifs de Bethmale, Ribérot et Marimanya) par la faille plissée de Port Salau. Cette dernière présente un fort pendage nord et est majoritairement interprétée comme un chevauchement actif durant la déformation Varisque précoce avant d'être plissé durant la phase transpressive (Bodin and Ledru, 1986; Losantos

et al., 1986a). Ainsi, elle n'est pas supposée active durant la collision Alpine. Ce massif présente l'avantage de disposer d'une topographie plus étendue (entre ~1000 et 3000m), ainsi que d'une étude détaillée. Ce pluton granitique tardi-Varisque syntectonique pré/syn-D2 (Gleizes et al., 1997) est donc daté par la méthode U-Pb sur zircon à 312±3Ma (Paquette et al., 1997 ; Fig. 13a). Le massif de Bassiès est marqué par une linéation N60°E, ainsi que par une schistosité peu intense et sub-horizontale en son cœur, qui se verticalise aux bordures SE et NW du massif. Les structures avoisinantes sont parallèles à cette schistosité (Gleizes et al., 1997) et montrent des axes de plis E-W, ainsi qu'une linéation d'étirement vers l'Ouest. A kilomètres au Sud de Bassiès, la schistosité Varisque S_2 se développe fortement et est caratérisée par une orientation N90° à N120°. Cette dernière est donc souvent nommée $S_{0\text{-}1\text{-}2}$ puisque sub-parallèle aux schistosités S_0 et S_1 (Evans et al., 1997).

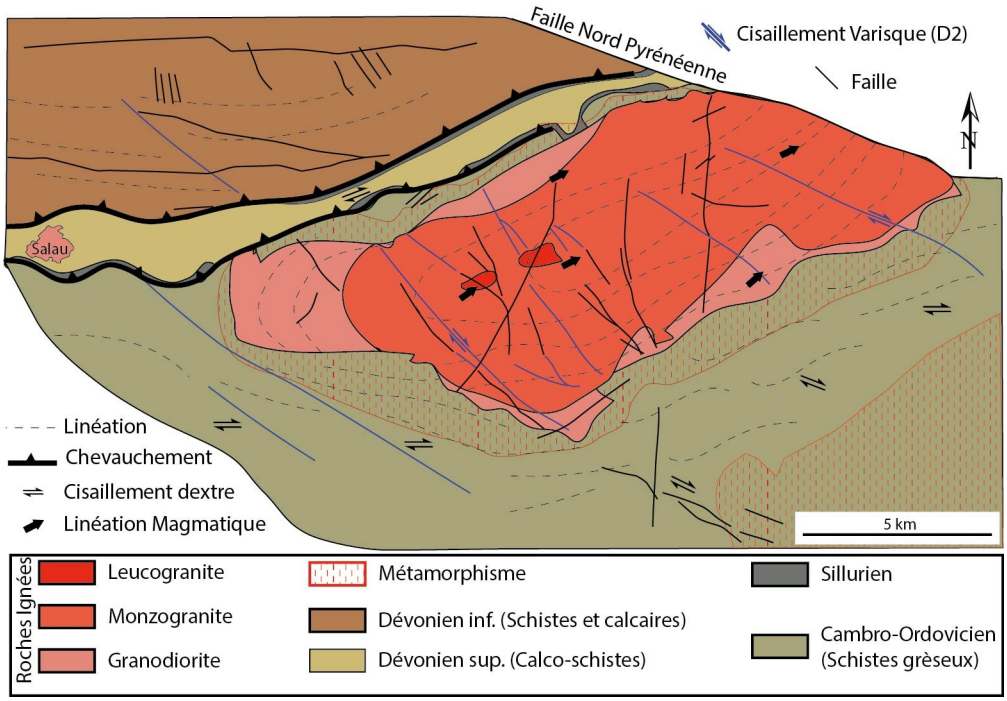


Figure 15: Carte structurale et localisation des échantillons destinés à l'analyse thermochronologique pour le massif de Bassiès situé dans l'antiforme de la Pallaresa de l'unité de Gavarnie à l'est du profil ECORS (réadapté de Gleizes et al., 1997; Denèle et al., 2008; Eeckhout et al., 2014)

Le métamorphisme de contact de Bassiès est caractéristique des plutons de la Zone Axiale. Il s'exprime par la formation d'une auréole divisée en trois grandes zones distribuées jusqu'à 2-3 km autour du massif. Ces dernières sont associées à l'apparition de : Sillimanite, andalousite, et enfin de micas noirs et blancs. Les méta-sédiments de faible degré sont principalement regroupés au sud, tandis celles de plus haut degré sont situées à l'Est. L'ouest de Bassiès comporte majoritairement des roches sédimentaires peu métamorphiques. Au Nord-Ouest du massif (au coeur

du Synforme de Couflens), toute la série sédimentaire Calco–schisteuse du Silurien au Carbonifère affleure (Evans et al., 1997).

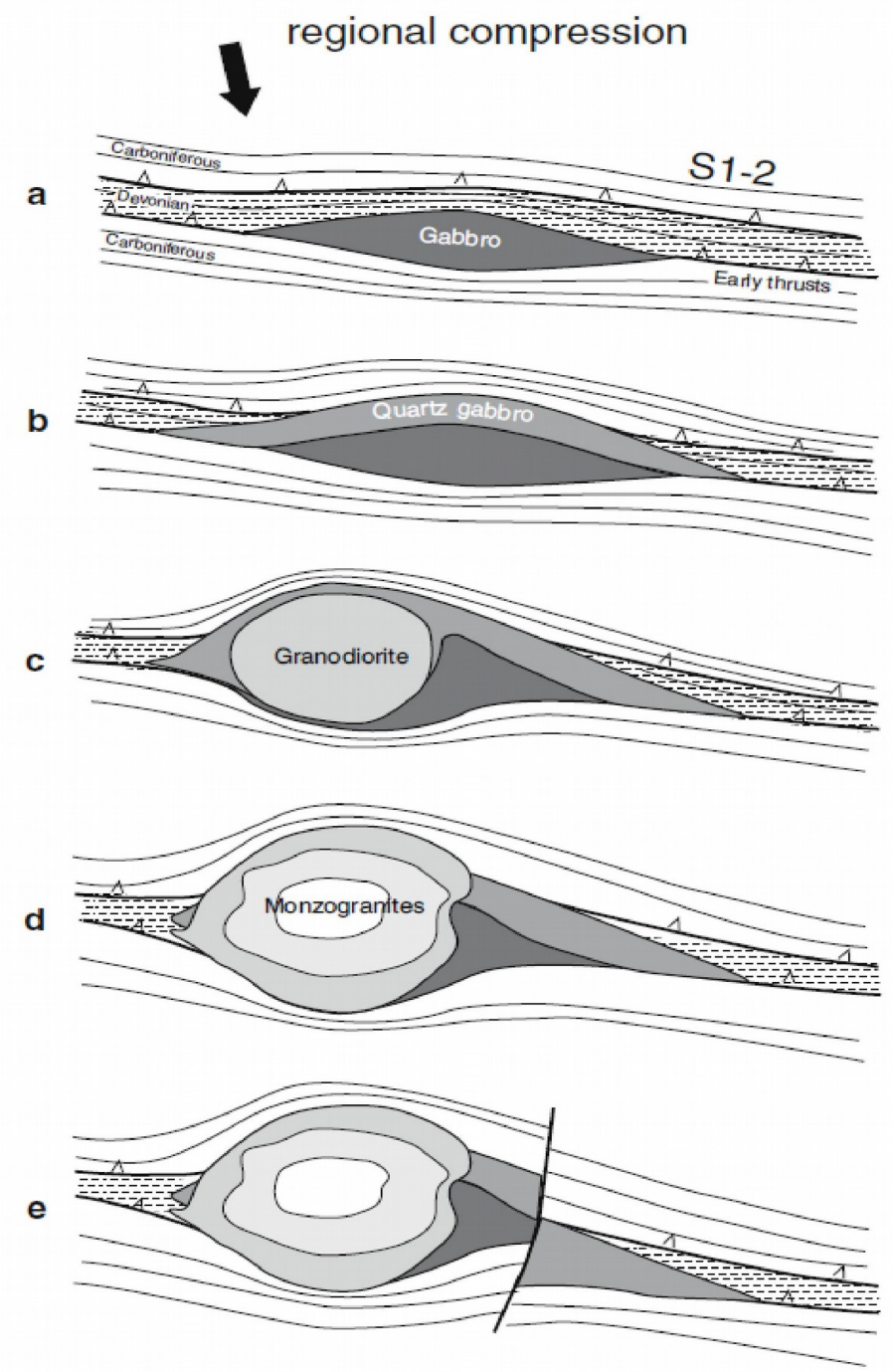


Figure 16: Représentation des étapes de construction du massif plutonique de Bordères-Louron actuel (Gleizes, Crevon & Asrat, 2006)

Le massif de Bordère-Lourons est un pluton monzogranitique. La mise en place de Bordère-Lourons se déroule par l'intrusion de magmas mafiques le long d'un Sill parallèle à la schistosité de l'encaissant (Fig. 16a). Cette phase est suivie de plusieurs intrusions magmatiques siliceuses écartant le matériel mafique précédemment intrudé (Fig 16b-c-d). Le pluton est daté à

309±4 Ma par la méthode U-Pb sur zircon (Gleizes et al., 2006), donc synchrone avec la déformation transpressive D_2. Le massif est marqué par une schistosité S_{1-2} formée par la déformation D_1, puis verticalisée par la transpression D_2 formant les structures E-W à grande échelle dans les (méta)sédiments de la ZA (Soula et al., 1986). Le massif est mis en place dans des (méta)sédiments Dévono-Carbonifères, et recouvert au nord par des grès Trias penté à 35°NNE discordants avec le pluton et son encaissant. Ces éléments supposent une phase érosive post-Varisque et confirme la faible épaisseur des dépôts Paléozoïques sur le toit des plutons au nord de la Zone Axiale. De plus, la discordance de la couverture Trias sur le granite, ainsi que la rotation Alpine de 30°, supposent une rotation totale de 60° vers le nord depuis la compression Varisque (Gleizes et al., 2006). Ce n'est que durant la compression et rotation Alpine que le pluton est finalement recoupé par la faille de St Christau (Fig. 16e). Actuellement, la topographie du massif ne laisse pas une large gamme d'altitude (750 – 1300 m) disponible pour la réalisation de profil thermochronologique age-altitude.

Sur le profil ECORS, la partie nord de Gavarnie est donc essentiellement composée de roches Dévono-Carbonifères à pendage subvertical et répartie dans le synforme de Couflens. Par ailleurs, cette organisation structurale suppose une faible épaisseur de sédiments Paléozoïques sur le toit des plutons en bordure de la Zone Axiale (~ 4 km).

2.2.2 Massifs nord-centraux

Quelques kilomètres à l'est du profil ECORS-Pyrénées, le synforme de Couflens comprend les massifs plutoniques nord-centraux de Ribérot et Marimanya. Le massif de Ribérot est un batholithe tardi-Varisque intrusif discordant avec l'encaissant Dévonien de l'unité de Gavarnie (Fig. 14). Il est situé une dizaine de kilomètres au sud de la NPF et de Bethmale, et est séparé de ce dernier par un synclinal au cœur Carbonifère. Autour du massif, nous retrouvons une alternance Dévonienne entre des schistes noirs (majoritairement au Nord-Ouest) et des calcaires (au Sud-Est). Les dépôts « anté-Varisque » les plus proches sont constitués de calcaires et schistes Ordovicien situés à l'Ouest du massif. La couche de Silurien affleure également au milieu des plis SE dans les sédiments Dévoniens. L'encaissant (méta)sédimentaire est déformé par une succession de plis légèrement déversés vers le N60° dans les sédiments Ordoviciens à Dévoniens. Par ailleurs, le massif de Riberot se situe juste au nord de la singularité (Sinclair, 2005), soit le point de convergence de deux plaques sous une chaîne en convergence à double vergence (Beaumont et al., 2000). Ce qui signifie que l'initiation de l'exhumation de la ZA a probablement eu lieu à proximité de ce massif. Ce dernier présente une topographie permettant l'acquisition d'un profil age-altitude

d'environ 1000 à 2300 m. A l'instar de Bethmale, la couverture Trias à proximité permet d'estimer une épaisseur Paléozoïque faible au dessus du toit de Ribérot (~ 5 ± 1 km).

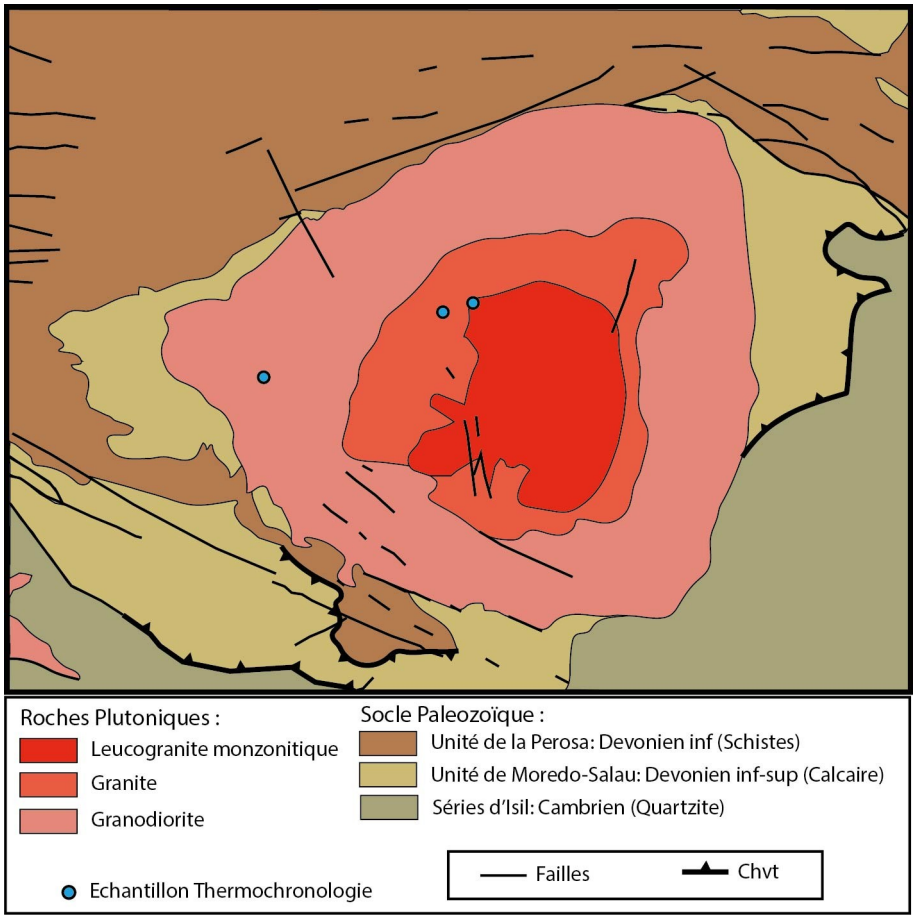


Figure 17: Carte structurale et localisation des échantillons destinés à l'analyse thermochronologique pour le massif de Marimanya situé dans le synforme de Couflens de l'unité de Gavarnie (réadapté de Losantos, Palau & Sanz, 1986)

L'intrusion monzogranitique à granodioritique que représente Marimanya fait toujours partie de l'unité de Gavarnie et recoupe majoritairement les roches calcaires Dévoniennes du synforme de Couflens (Fig. 17). Ce pluton est bordé par les séries schisteuses du Dévonien inférieur sur la partie Ouest, tandis que sur la partie Est ce sont les calcaires du Dévonien inférieur et supérieur les plus représentés. Le massif de Marimanya est également bordé à l'Est par le prolongement de la faille de Port Salau. Cette dernière sépare l'unité dévonienne de Moredo-Salau (Calcaires) des séries Cambro-Ordoviciennes marno-gréseuses à l'Est (Losantos et al., 1986a). Les déformations associées à ces unités sont accompagnées d'un métamorphisme de contact de bas degré recoupant la faille de Port de Salau. La déformation principale de l'encaissant consiste en des plis Varisques comprenant des plans axiaux verticaux E-W recoupés par l'intrusion magmatique. Cependant, de nombreuses failles majoritairement orientées E-W ou NW-SE sont observables dans le pluton et dans les sédiments encaissants.

Au sud du massif, deux autres chevauchements montrent une orientation NW-SE. Le chevauchement le plus au nord montre une vergence sud et sépare les unités de Moredo-Salau et de La Perosa (Schistes du Dévonien inférieur). Celui plus au sud pourrait-être le prolongement de la zone de cisaillement de Lladorre (de la Pallaresa) et par extension de la faille de Mérens plus à l'ouest (Fig. 18a ; Cochelin, 2017). Par ailleurs, ces zones de cisaillement dextre-inverses (d'une largeur kilométrique ; Denèle et al., 2008) pourraient avoir été réactivées après la déformation Varisque majeure sous la forme de faille (Cochelin et al., 2018), voire durant la collision alpine (Denèle et al., 2008; McCaig, 1986; Mezger et al., 2012). Cette cinématique dextre-inverse des zones de cisaillement est associée à un métasomatisme de rééquilibrage à la limite Crétacé – Tertiaire. La datation K-Ar de leur mylonitisation détermine un age entre 63 et 69 Ma (McCaig, 1986). Cependant, la structure thermique supposée par les données RSCM (Raman Spectrometry on Carbonaceous Material) disponibles dans l'antiforme de la Pallaresa (Cochelin et al., 2018) limite le raccourcissement sur ces structures. Le massif de Marimanya présente des altitudes plus élevées allant de 2200 à 2700m.

A la même longitude que Marimanya, le pluton d'Artiès possède une composition similaire à ce dernier et affleure avec des altitudes plus basses entre 1400 et 2000m. Ce massif permet donc d'étendre le profil age-altitude réalisé sur Marimanya et de disposer d'un comparatif thermochronologique correspondant à l'extrême sud de l'unité de Gavarnie. Le pluton d'Artiès est encaissé à l'ouest par des roches Dévoniennes et à l'ouest par des quartzites Cambro-Ordoviciennes (Fig. 18a). Ce pluton est bordé au NE par le prolongement du cisaillement de Lladorre, et au sud par le chevauchement de Gavarnie définissant la bordure sud de l'unité éponyme. Ce chevauchement sépare les massifs Artiès et de Maladeta en recoupant les sédiments Dévoniens à Cambro-Ordoviciens (Fig 18b,c,d). Dans cette zone, le tracé du chevauchement n'est pas clairement défini, mais les autres structures de déformations à proximité supposent un fort pendage nord. .

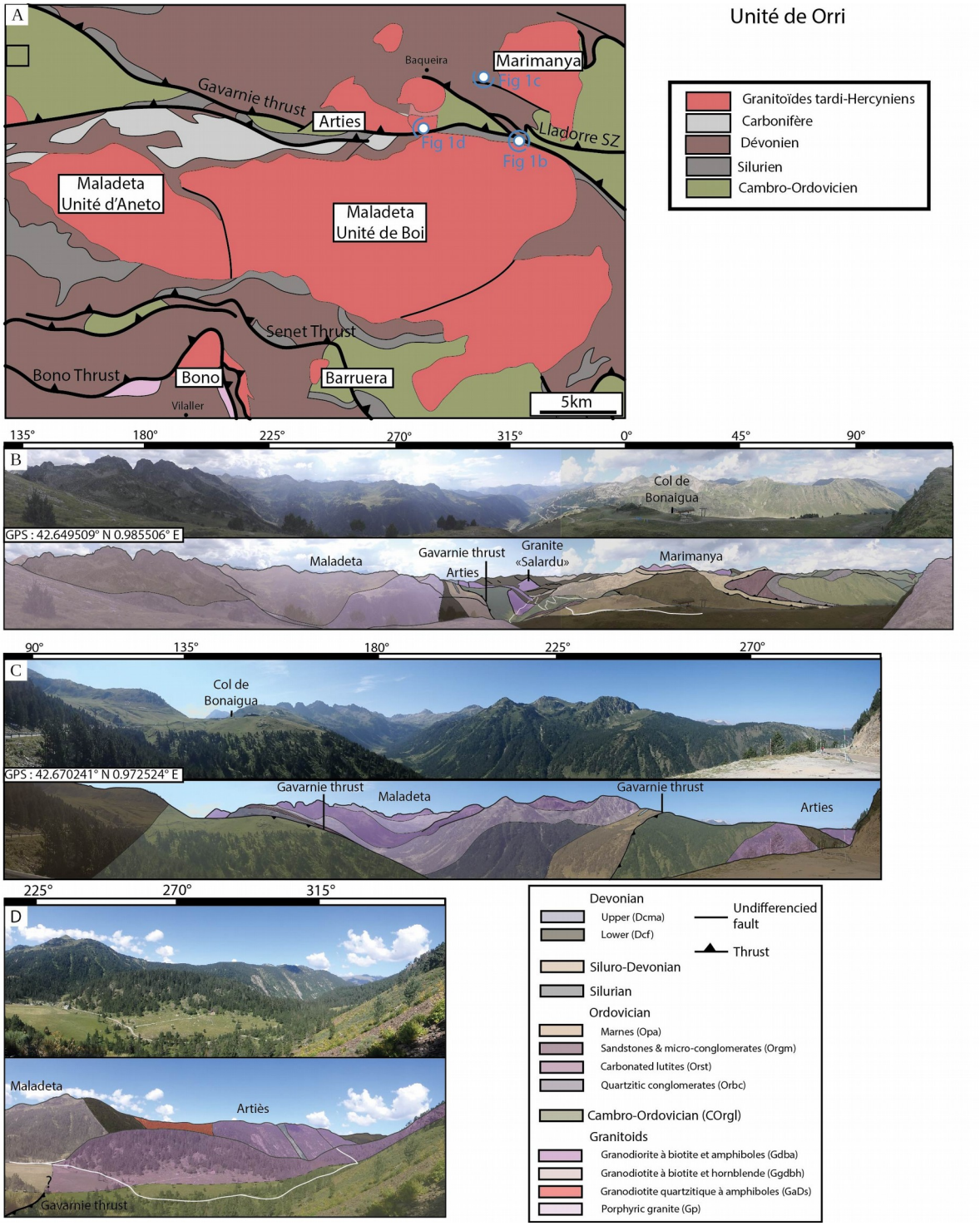


Figure 18: Localisation des plutons et structures majeures associées à l'unité de Orri: (a) Carte structurale associée aux massifs de Marimanya, Artiès, Maladeta, Barruera et Bono (réadaptée de Metcalf et al., 2009; Cochelin et al., 2018); (b) Panorama du haut des pistes du col de la Bonaigua; (c) Panorama route col de la Bonaigua - Baqueira; (d) Panorama Banhs de Tredos, limite Orri-Gavarnie

2.2.3 Unité d'Orri

Au nord de l'unité d'Orri, le massif de Maladeta, daté à 298±2Ma par U-Pb sur zircon (Laumonier et al., 2014), s'élève de ~ 1000 à 3000m, et est divisé en deux parties (Fig. 18a ; Unité

d'Aneto à l'Ouest et de Boi à l'Est) par un cisaillement Varisque réactivé sous la forme d'une faille orientée N-S durant l'orogenèse Alpine (Poblet, 1991). Afin de préserver la cohérence de nos données thermochronologiques, seule la partie Est de Maladeta (Unité de Boi) sera étudiée. Quelques zones de cisaillement à dominante dextre inverse sont observables et notamment localisées dans la partie sud-centrale du massif. Le pluton présente une zonation compositionelle (Ubide et al., 2014) avec un cœur et des bordures grano-dioritiques. Il est mis en place dans les sédiment Dévono-Silurien correspondant au synforme de Llavorsi. La présence de dépôts Carbonifères sur la partie nord de l'unité d'Aneto, la modélisation de données K-Ar sur feldspath-K, laisse à supposer l'intrusion du granite en subsurface et un enfouissement intervenant durant la collision Alpine. Le massif est structuralement situé entre des structures communément associées à la compression Alpine, soit sous le chevauchement de Gavarnie et au toit du prolongement du chevauchement de Llavorsi (potentiellement sous la forme du chevauchement de Senet). Ce dernier est considéré comme un chevauchement Varisque (Casas et al., 1989; Clariana, 2001), mais également un chevauchement Alpin de l'unité de Orri (Vergès et al., 2002; Vergés et al., 1995). Cependant, le pendage du chevauchement associé à l'empilement de roches Dévoniennes sur des séries Cambro-Ordoviciennes conduit quelques auteurs à considérer cette structure comme une faille normale active durant le Crétacé inférieur (Capellà and Bou, 1997), ainsi qu'aux périodes fin Carbonifère et Crétacé (Casas et al., 2007). Le chevauchement de Gavarnie met en évidence un pendage variable d'Est en Ouest. En effet, le faible pendage nord (< 45°) qu'il présente dans la vallée de la Pallaresa (à l'est) augmente vers l'ouest (~ 70°) entre les massifs de Marimanya et Maladeta. L'activité de ce chevauchement est principalement contraint par l'exhumation précoce de l'unité de Gavarnie contraint par les données thermochronologiques de basse température sur les massifs nord-centraux (Fitzgerald et al., 1999; Sinclair, 2005). De plus, les datations K-Ar sur feldspath-K de Maladeta et leur modélisation indique un enfouissement du massif (en sub-surface durant le Mésozoïque) contemporain à l'exhumation de Gavarnie (Metcalf et al., 2009; Muñoz, 1992b). Ainsi, ces données sont interprétées comme la période d'activité majeure associée au chevauchement de Gavarnie. Cependant, ce modèle suppose un décalage conséquent qui ne correspond pas à l'état de la structure thermique définie par RSCM dans la vallée de la Pallaresa (Fig. 19). En effet, les températures maximales recoupent le synforme de Llavorsi et aucun « saut » majeur de température n'est observable si l'on considère la structure thermique suggérée uniquement comme un héritage Varisque (Cochelin et al., 2018) et de fait limitent le jeu du chevauchement de Gavarnie a quelques kilomètres tout au plus. Cependant, le faible nombre de données RSCM au nord du chevauchement dans la vallée de la Pallaresa et la température de l'ordre de 350°C suggérée par les sédiments Dévoniens de l'unité de Orri, ne permettent pas de définir ces

températures comme associées à la déformation Varisque. Si ce n'est pas le cas alors l'interprétation alpine des données RSCM de l'unité d'Orri pourraient correspondre à un décalage plus important sur le chevauchement de Gavarnie, et in extenso, à une influence plus importante de la compression Alpine sur la formation du synforme.

Au sud de Maladeta dans l'unité de Orri, les massifs de Barruera et de Bono mis en place respectivement sous les chevauchement à faible pendage (~ 30°) de Senet-Llavorsi et de Bono. L'essentiel de l'encaissant est constitué de schistes et carbonates Dévoniens à faible pendage nord (~ 30°). La présence de roches Trias sous les chevauchements de Senet-Llavorsi et Bono supposent une faible épaisseur de dépôts Paléozoïques sur le toit de ces massifs.

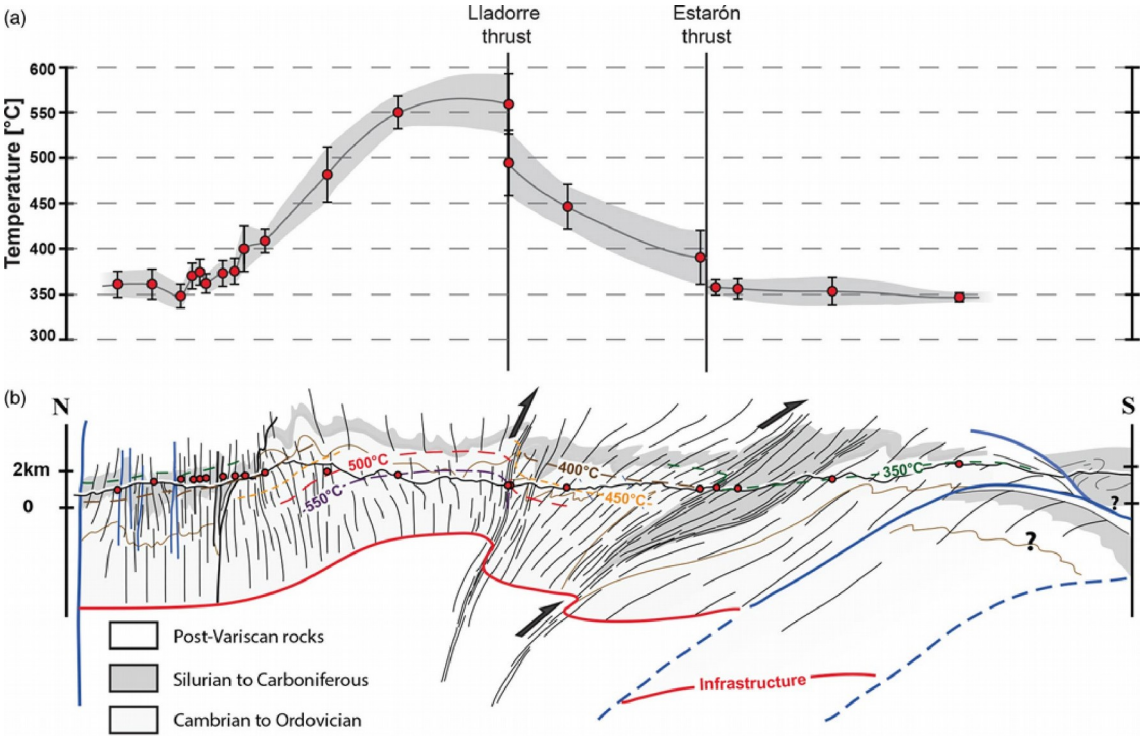


Figure 19: Structure thermique de la Zone Axiale des Pyrénées (Cochelin et al., 2018): (a) Palaeotemperatures obtenues par spectroscopie Raman (les barres d'erreur représentent l'écart type, tandis que l'axe-x correspond à la latitude); (b) Localisation des isothermes dans la coupe générale (les interprétations sont déduites des données Raman et pétrologiques)

Les reconstructions structurales des Pyrénées durant la collision Alpine suggèrent une activité du chevauchement de Senet-Llavorsi postérieure à la mise en place de l'unité de Nogueres (au Sud). L'estimation de l'activité de Bono est datée par la méthode K/Ar sur de fines illites à 24±1,3Ma (Rahl et al., 2011).

2.2.4 Unité de Nogueres

L'unité de Nogueres, aussi appelées « têtes plongeantes » (Choukroune et al., 1973; Seguret, 1972) est constitué d'un synforme retourné comprenant des roches Dévoniennes à Permo-Trias (Choukroune et al., 1973; Seguret, 1972; Vergely, 1970). Cette structure complexe constitue le

sommet de l'antiformal stack (Fig. 20 ; Beamud et al., 2011). L'unité de Nogueres est communément considérée comme la continuité de celle de Gavarnie, elle même chevauchante sur celle de Orri (Beaumont et al., 2000; Mouthereau et al., 2014; Muñoz, 1992b).

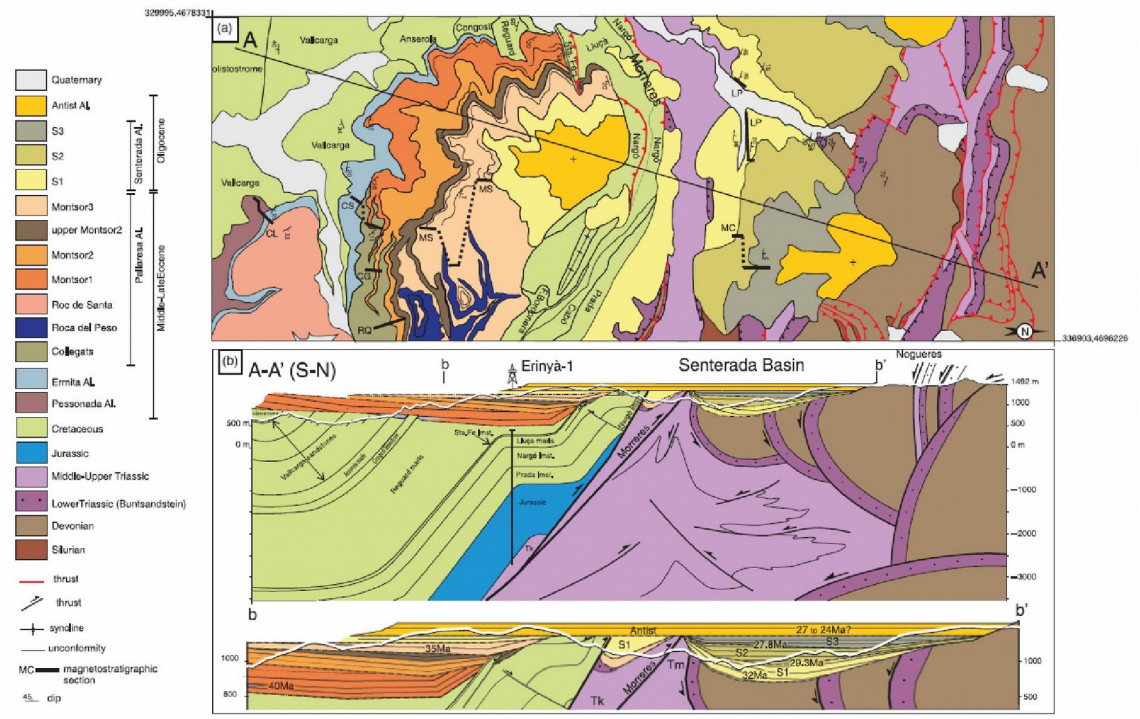


Figure 20: (a) Carte géologique de la Pobla de Segur et du bassin de Sentrada; (b) Coupe A-A' dans les bassins de La Pobla et de Sentrada montrant la caractéristique principale des conglomérats syntectoniques. b-b' correspond à un élargissement de la zone centrale de la coupe A-A'

Cependant, aujourd'hui la mise en place de cette unité reste discutée et pourrait faire appel à une dynamique salifère causée par la remontée de sels Trias dans des sédiments Paléozoïques.

2.2.5 Unité de Bielsa-Millarès – Massif de Bielsa

Le massif plutonique de Bielsa est situé dans la partie sud-ouest de la ZA. Du fait de sa distance au profil ECORS, ce massif ne sera pas utilisé pour la reconstruction thermochronologique de la séquence de déformation Alpine. Cependant, un large panel de données (géo-)thermochronologiques reste disponible (AFT, ZFT, (U-Th)/He sur zircon et apatite, ainsi que 40Ar/39Ar sur biotite et feldspath-K ; Bellahsen et al., 2019; Jolivet et al., 2007 ; Pik et al., in prep) et permet de reconstituer l'histoire thermostructurale de Bielsa. Par ailleurs, les données RSCM sur les roches de la couverture de Bielsa, ainsi que les thermomètres sur chlorite et quartz, suggèrent une température n'excédant pas 300°C après l'emplacement du massif (Fig. 21a ; Bellahsen et al., 2019). Ces éléments ajoutés aux événements hydrothermaux (Abd Elmola et al., 2018a; A.M McCaig et al., 2000a) successifs permettent le développement de zones de cisaillement phyllonitiques inverses de bas degré. Ces dernières sont (ré-)activées durant les phases de collision

Alpine (Abd Elmola et al., 2018a; A.M McCaig et al., 2000a; McCaig and Miller, 1986; Wayne and McCaig, 1998), et datées à environ 48±2 Ma dans le massif de Néouvielle (Wayne and McCaig, 1998). Ces cisaillements ont subit une mylonitisation durant la collision Alpine (Román-Berdiel et al., 2004). Par ailleurs, le toit de Bielsa conserve des plis de Permo-Trias à sa surface (Casas et al. 2003 : Bellahsen et al., 2019 ; Bellahsen et al., 2019; Casas, 2003; Fig. 21b). Ces derniers partagent une cinématique et orientation commune avec les zones de cisaillement, et suggèrent une compression post-Varisque. Par conséquent, ce massif constitue un emplacement idéal pour initier le développement de la méthode de datation K-Ar in situ sur micas blancs. Le développement des zones de cisaillement de Bielsa sera ensuite comparé à l'éventuel développement de cisaillement dans les plutons à proximité du profil ECORS, notamment internes au Massif de Maladeta.

Le massif de Bielsa (Fig. 21b) est mis en place vers 305±5 Ma (Pik et al., in prep) en subsurface dans la petite unité sud-ouest nommée Bielsa-Millarès. Cette dernière est située sous le chevauchement de Gavarnie et est majoritairement composée du pluton entouré de roches Paléozoïques. Le socle est recouvert de couches Trias plissées et de calcaires Crétacés. L'absence de couche Jurassique témoigne de conditions de subsurface jusqu'à la période associée au rifting Crétacé (Jolivet et al., 2007a). L'unité est découpée en deux sous-unités nommées Bielsa et Millarès. Par ailleurs, un chevauchement est probablement présent sous l'unité de Bielsa, mais n'affleure pas (Casas, 2003). Ces sous-unités ont fait partie de l'ancienne unité de Guarga (Labaume et al., 1985) avant l'activation du chevauchement de Bielsa début Miocène (Jolivet et al., 2007a).

Comme plus haut, l'évolution thermochronologique de Bielsa, particulièrement les dernières étapes liées à la compression Alpines, est enregistrée par un large panel de données thermo(géo)chronologiques de basse températures. Le refroidissement rapide du pluton après sa mise en place est enregistrée par un reset partiel d'ages Ar-Ar sur feldspath-K et biotites entre 202 et 284 Ma (Jolivet et al., 2007a), ainsi que potentiellement par des ages ZFT entre 143 et 161 Ma (Bellahsen et al., 2019). Après la période de subsurface indiquée par l'absence de Jurassique, la période de transgression fin Crétacé permet de l'enfouissement de Bielsa jusqu'à une profondeur de 3 – 4 km à la fin de l'Eocene (AFT ; Jolivet et al., 2007). Les données RSCM disponibles montrent des températures maximales probablement Cenozoïques de l'ordre de 250 °C (Bellahsen et al., 2019). Après un enfouissement sous environ 4km de sédiments durant le Mésozoïque et le début de Cénozoïque, les dernières étapes de refroidissement sont mises en lumière par les données AFT réparties de 20 à 11 Ma. La couverture Trias et le socle ont pu être plissés durant une phase de

déformation interne de l'unité pendant le passage sur la rampe de Bielsa (Casas, 2003) ou plus probablement avant l'activation de la rampe de Guarga (Bellahsen et al., 2019).

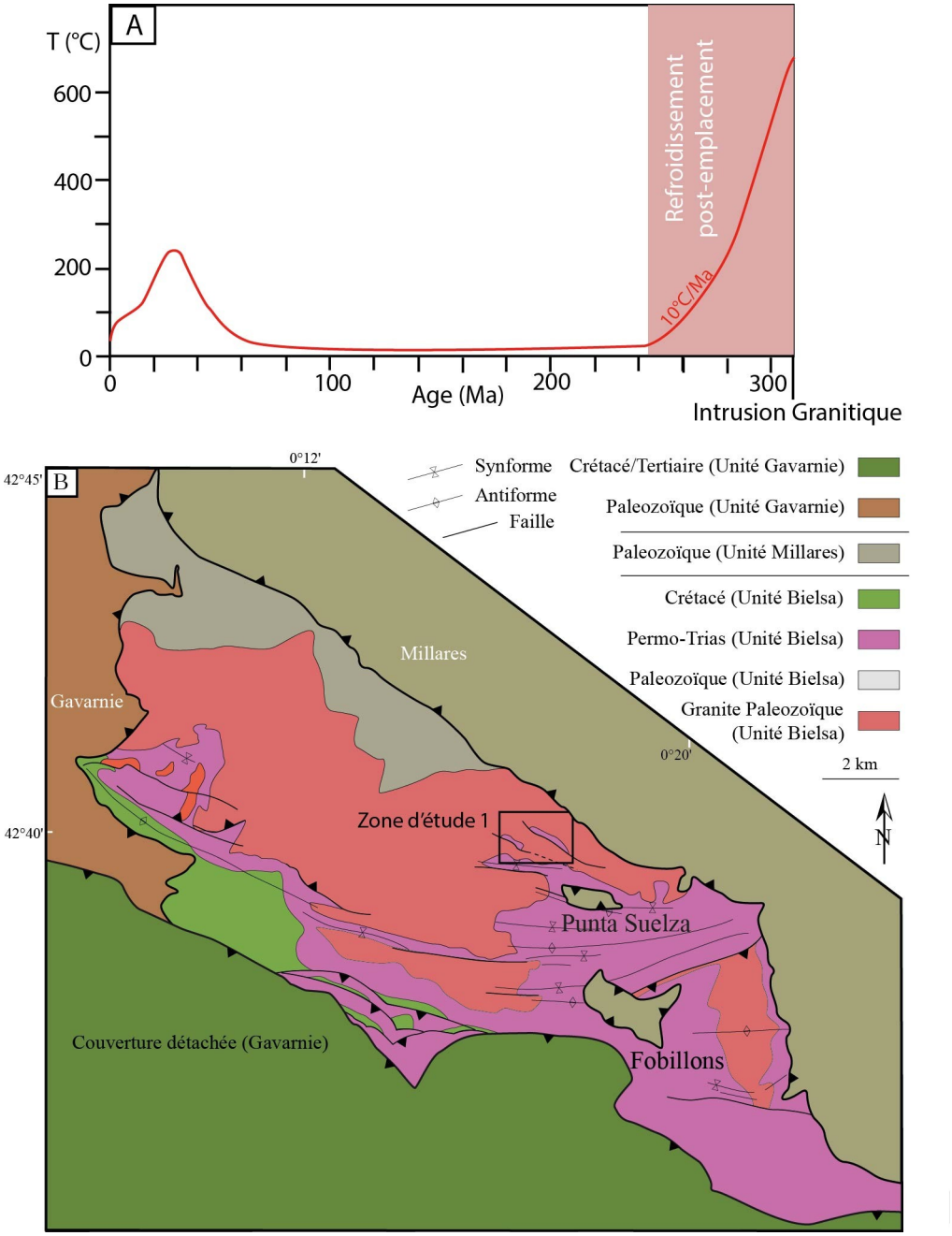


Figure 21: Massif de Bielsa : (a) Evolution thermochronologique du massif de Bielsa (d'après Jolivet et al., 2007 et re-adapté par Bellahsen et al., 2019); (b) Carte structurale associée au massif de Bielsa (réadaptée de Bellahsen et al., 2019)

2.3 Historique de l'hydrothermicité

La circulation de fluides a été largement étudiée dans la partie ouest de la Zone Axiale des Pyrénées (Lacroix et al., 2014; A.M McCaig et al., 2000a; Wayne and McCaig, 1998). Ces études mettent en évidence des veines associées à plusieurs zones de cisaillement mylonitiques Alpines

contenant une importante fraction de minéraux hydratés (e.g. micas blancs). Par ailleurs, les assemblages contenus dans les veines du massif de Néouvielle (Fig. 1a) sont datés à 47±8 et 48±2 Ma par le couple Rb-Sr (Wayne and McCaig, 1998). Les analyses pétrographiques y suggèrent la présence d'inclusions fluides (dans les quartz) à des températures maximales de l'ordre de 300-350 °C (Henderson and McCaig, 1996). Le fort ratio Br/Cl témoigne d'une origine des fluides liée à la cristallisation de halite marine (Banks et al., 1994; A. M. McCaig et al., 2000; Wayne and McCaig, 1998). Les saumures ont été déplacées par un effet de pompage sismique (Sibson et al., 1975), ainsi que par la pression différentielle liée à la nouvelle porosité connectée (A. M. McCaig et al., 2000). Les dépôts de Pb-Zn et les inclusions fluides de Bielsa témoignent d'un éventuel stockage et d'une circulation interne dans les couches du Trias inférieur et du Crétacé (A. M. McCaig et al., 2000; A.M McCaig et al., 2000a). Durant l'extension Mésozoïque, et plus particulièrement la transgression Crétacé, les saumures de surface sont pompées dans les fractures du socle par un processus de dilatance. Les fluides sont ensuite stockés, puis libérés durant les premières phases liées à la collision Alpine. Cependant, la densité des fluides suppose que seule une partie de la saumure a pu être expulsée. Une partie a donc stagné dans le réseau de faille, permettant ainsi d'exacerber le métasomatisme durant toute la déformation (A.M McCaig et al., 2000a).

Dans le massif de Bielsa, le processus de phyllonitisation suppose une intense circulation de fluide. En effet, les roches y sont riches en phases hydratées (e.g. phyllosilicates, Bellahsen et al., 2019). Par ailleurs, les quartz les plus imposants montrent des inclusions fluide. Le processus de déstabilisation des feldspaths, considéré comme le principal moteur conduisant à l'apparition de phyllosilicates, nécessite un apport de fluide d'une température entre 250 et 400 °C (Maurel, 2003). Ce processus de « sericitisation » est facilité par une déformation préalable permettant aux fluides de pénétrer le cœur des minéraux avant déstabilisation, et la taille des minéraux néoformés sera liée à la température/composition/quantité de fluide (Passchier and Trouw, 2005). Microscopiquement, le mouvement des fluides vers le cœur des grains de feldspath en cours de déstabilisation s'explique par un processus de diffusion creep. Macroscopiquement, la circulation des fluides s'explique par une percolation de fluides météoritiques acides de surface, mais cette hypothèse ne correspond pas aux températures liées au métasomatisme à moins d'avoir été réchauffées en profondeur. En effet, les mesures RSCM et thermometriques donnent des températures entre 250 et 300°C (Bellahsen et al., 2019). Des températures aussi élevées correspondent difficilement à l'enfouissement entre 4 et 6 – 8 km supposées (Jolivet et al., 2007a) avec un gradient conventionnel. Malgré la distance séparant le massif de Bielsa de la zone nord pyrénéenne et de son fort gradient géothermique hérité, il est plausible d'avoir une trace de cet héritage thermique (Bellahsen et al., 2019). Dans le cas contraire, ces températures sont dues à la circulation des fluides de profondeur.

3 Méthodologie

Une première observation structurale à l'échelle de l'affleurement est réalisée, afin de détailler les différents modes d'accommodation du raccourcissement (chevauchements majeurs, réseaux de failles ou de mylonites de plus petite taille tant dans les metasédiments Paléozoïques que dans les massifs plutoniques). Cette analyse structurale passe par la réalisation de coupes (Fig. 22) ainsi que par la compilation de données structurales relatives à la Zone Axiale (Cochelin et al., 2018; Mouthereau et al., 2014).

Dans un second temps, une analyse microscopique comprend la définition des assemblages minéralogiques et des textures principales, mais également l'identification des processus d'affaiblissement de la roche les plus fréquents. L'analyse par « electron backscatter diffraction » (EBSD) de plusieurs zones de cisaillement devrait par ailleurs nous éclairer sur le type de déformations à petite échelle. Cette analyse structurale préalable, nous donne les clés pour interpréter les données thermo(géo)chronologiques afin d'obtenir un modèle de déformation détaillé de la Zone Axiale des Pyrénées, et des prismes orogéniques en général.

L'acquisition et la mise en relation de données P-T-t-s sur le prisme orogénique pyrénéen, nécessite le déploiement d'un large panel méthodologique thermo(geo)chronologique (K-Ar in situ, (U-Th)/He conventionnel et in situ, traces de fissions), ainsi que thermobarométrique (Couple Chlorite-Phengite) associé aux données structurales recueillies. La combinaison de plusieurs méthodes vise à couvrir la transition entre les régimes cassants et ductile-visqueux, qui caractérisent les déformations attribuées à l'alpin dans les Pyrénées. Dès lors, il convient de faire appel à des méthodes ciblant des températures entre 150 et 350°C.

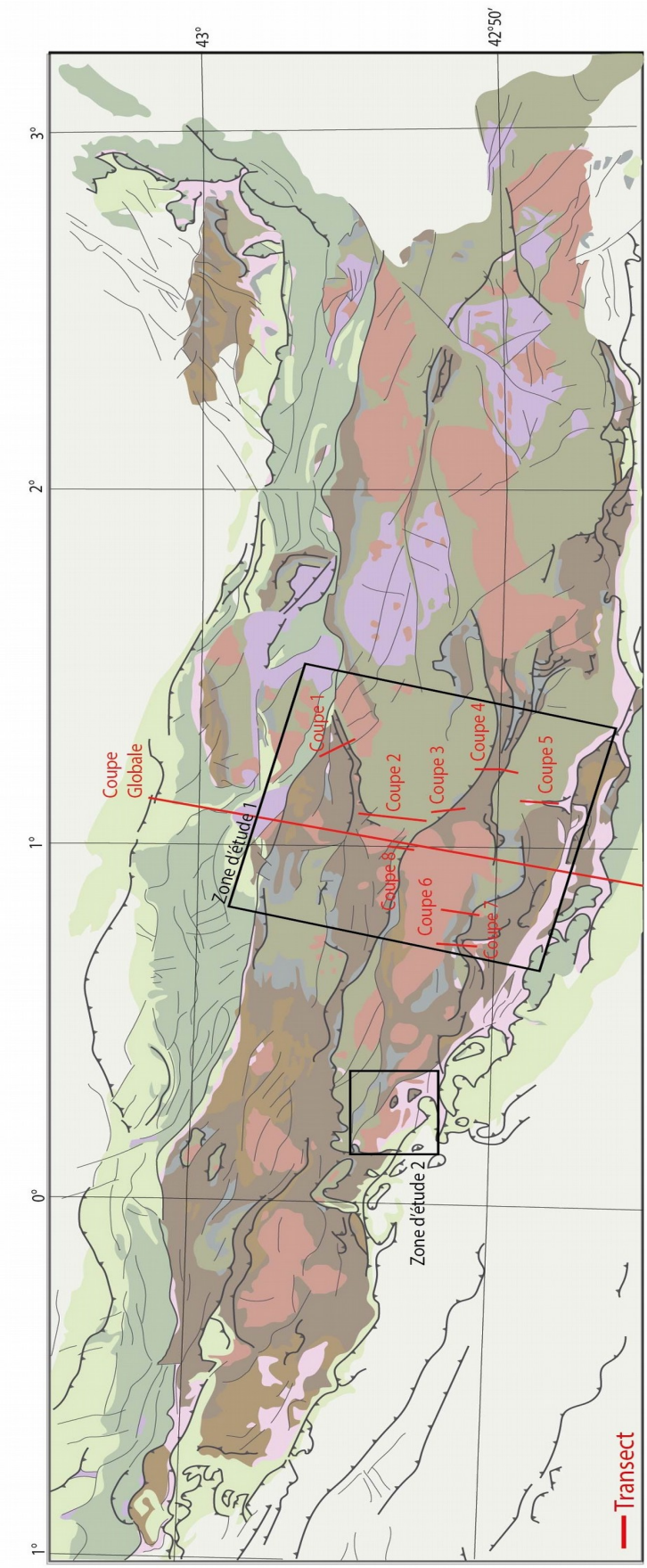


Figure 22: Carte structurale des Pyrénées : localisation des coupes structurales et zones d'études

3.1 Approche analytique

3.1.1 Stratégie d'échantillonnage

Pour cette étude pluridisciplinaire (thermochronologique, géochronologique et structurale), 279 échantillons de la Zone Axiale ont été prélevés pour 148 lames réalisées. Les zones d'intérêt associées à chaque méthode sont: (i) le profil ECORS-Pyrénées pour une reconstruction thermostructurale ; (ii) le massif de Bielsa pour le développement du K/Ar in situ et l'analyse EBSD des zones de cisaillement ; (iii) le massif de Maladeta pour une analyse EBSD comparative.

Afin de compléter le large panel de données thermochronologiques disponibles sur le profil ECORS-Pyrénées (Fitzgerald et al., 1999; Gibson et al., 2007; Maurel et al., 2003; Metcalf et al., 2009; Sinclair, 2005) et de contraindre le début de l'exhumation Alpine, plusieurs méthodes thermochronologiques sont utilisées (Traces de fission sur zircon et apatites, U-Th/He sur zircon conventionnel et in situ) sur 19 échantillons. Un profil vertical avec un pas de 250 à 500 mètres d'altitude comprenant deux à trois échantillons a été réalisé dans chaque massif du nord au sud de la Zone Axiale (Bethmale, Ribérot, Marimanya, Artiès, Maladeta, Erill & Barruera). Le massif de Bordère-Lourons est également échantillonné afin d'évaluer l'impact d'un éventuel fort gradient géothermique associé au rifting Crétacé sur le nord de la Zone Axiale. La haute résolution d'échantillonnage nous permet de mettre en relation les données thermochronologique et structurales afin de mieux comprendre la déformation alpine de la Zone Axiale et plus largement du prisme pyrénéen.

Quelques transects décamétriques (de 5 à 10 échantillons chacun) sont réalisés dans plusieurs zones déformées des plutons Bielsa (Lac Urdiceto) et Maladeta (à proximité du réservoir de Baserca et du bassin de Cavallers). Ces transects visent à documenter la déformation interne des massifs et à mettre en évidence d'éventuelles variations de processus d'accommodation de la déformation dans les plutons de la zone Axiale. Ces données sont complétées par des transects dans les métasédiments Paléozoïques à proximité des grandes structures le long du profil ECORS-Pyrénées. Par ce biais, la déformation peut être détaillée dans un maximum de contextes minéralogiques et texturaux. La recherche d'éventuels minéraux néoformés post ou tardi-Varisque peut également nous permettre une future étude thermobarométrique des phyllosilicates ou datation géochronologique des zones les plus déformées.

Le dernier aspect de l'échantillonnage concerne le développement de la géochronologie K-Ar in situ sur phyllonites. Le massif de Bielsa comporte un réseau de zones de cisaillement probablement alpine après un épisode métasomatique ayant conduit à l'apparition de nombreux phyllosilicates (Airaghi et al., in review; Bellahsen et al., 2019; Jolivet et al., 2007b). Plusieurs états

de déformation et/ou d'altération sont représentés parmi les textures des 5 échantillons collectés (Granodiorite altérée, différentes textures phyllonitiques). Les échantillons contenant chlorite et micas blancs sont privilégiés en vue de l'étude thermobarométrique couplée au développement géochronologique. Par ailleurs, ce dernier nécessite également des agrégats de micas blancs suffisamment développés pour permettre de multiples ablations in situ (spot d'ablation Ø = 100 µm).

3.1.2 Broyage et séparation des grains (ZFT et ZHe)

Les échantillons provenant des massifs plutoniques destinés à la thermochronologie ont été broyés, puis zircons et apatites ont été séparés au CRPG (Nancy). Après un concassage grossier manuel ou via l'utilisation d'une scie circulaire, le broyage est réalisé par un broyeur à mâchoires. Puis, la fraction obtenue est graduellement réduite à 400µm par une broyeuse à rouleaux. Un nettoyage des machines à l'air comprimé à lieu entre chaque échantillon.

Les échantillons sont tamisés pour obtenir un calibre régulier entre les grains. Plusieurs maillages de tamis sont utilisés afin de ne conserver que la fraction entre 400 et 75 µm : (i) 1 mm : permet d'augmenter le volume à tamiser initial pour chaque session ; (ii) 400 µm ; (iii) 75 µm. Un fin ru d'eau constant durant le tamisage permet un passage plus rapide des échantillons et leur nettoyage, mais nous fait perdre la fraction la plus fine non désirée (< 75 µm).

La table à secousses permet d'effectuer un premier tri de densité (ainsi que de forme dans une moindre mesure) et donc de fractionner l'échantillon en trois densités différentes. Cette étape, fortement recommandée, permet de réduire l'échantillon à une quantité plus rapide à traiter. La fraction la plus dense (contenant zircons et apatites) subit ensuite une séparation magnétique au Frantz. L'échantillon passe sur un plateau incliné vibrant et les minéraux magnétiques seront attirés et retirés à la fraction d'intérêt. Les liqueurs de densité 3,3 (iodure de méthylène) nous permettent d'affiner le tri sur la fraction non magnétique entre 75 et 400 µm, et séparer nos fractions riches en zircon et de celles riches en apatite.

Les grains d'une taille supérieure à 300 - 350 µm ne peuvent être conservés. Le dernier tri permettant d'obtenir des minéraux entre 75 et 250 µm est effectué via une sélection manuelle permettant d'affiner la pureté de la fraction en appliquant des critères de sélection (en évitant la présence d'inclusions, de fractures, d'altération ou de zonation, particulièrement pour le comptage des traces de fission). Des zircons avec une forme caractéristique sont également privilégiés, soit avec deux pyramides bien définies.

3.1.3 Notions de température de fermeture et diffusion

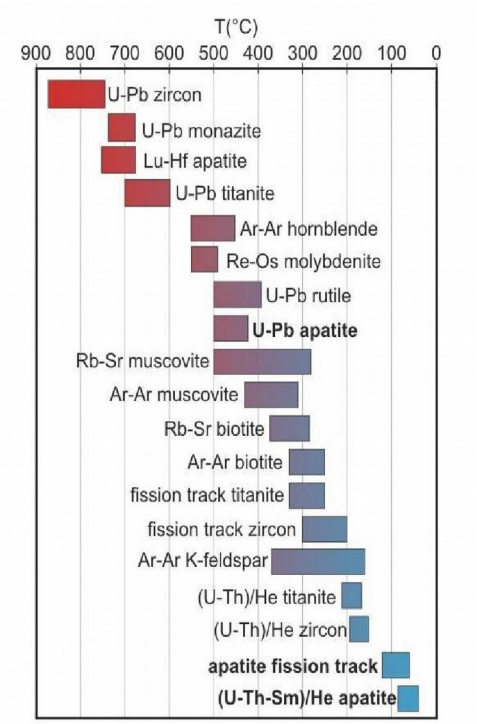


Figure 23: Températures de fermeture associées aux différents thermo(géo)chronomètres

L'âge obtenu par traitement des données thermochronologiques varie en fonction d'une température de fermeture associée à la méthode utilisée (Fig. 23). Les thermo(géo)chronomètres communément utilisés sont basés sur la désintégration d'un élément père en un élément fils. La probabilité d'une désintégration de chaque élément au cours du temps étant connue, l'âge est estimé par la mesure du ratio père/ fils. Cependant, ceci sous-tend l'hypothèse que l'élément fils soit retenu par le système (représenté par le minéral daté et son réseau cristallin). A l'état solide, la diffusion, c'est-à-dire le mouvement correspondant à des sauts effectués par les atomes dans les défauts du cristal, est régie notamment par l'agitation thermique. Celle-ci peut induire la perte d'éléments fils au-dessus d'une température (de fermeture) donnée. La diffusion est un processus lent et correspond à des échelles de température et de temps caractéristiques des milieux géologiques étudiés.

La notion de diffusion est exprimée comme un flux d'atomes migrant dans une direction donnée (Crank, 1956). Le mouvement est généré par une différence de concentration et suggère le déplacement de l'élément vers le milieu le moins concentré. Le flux en question est modulé par un coefficient de diffusion D (cm²/s) valable pour un élément donné, dans un milieu et des conditions fixes. Ce processus est défini par une loi de type Arrhenius (Fechtig and Kalbitzer, 1966; Gentner et al., 1954) pour des conditions de température et de taille de grain données (Gentner and Kley, 1957; Gentner and Trendelenburg, 1954), soit :

$$\frac{D}{a^2} = \frac{Do}{a^2} \exp\left(\frac{-Ea}{RT}\right) \quad (3)$$

avec ***D*** le coefficient de diffusion pour une température ***T*** (°C) et pour un domaine de diffusion de rayon ***a*** (µm). Les paramètres ***R***, ***Ea*** et ***Do*** sont respectivement la constante des gaz parfaits (J/(K.mol)), l'énergie d'activation associée au processus de diffusion et le coefficient de diffusion (associé à un refroidissement à partir d'une température infinie). Les deux derniers paramètres étant déterminés expérimentalement.

Dodson (1973) introduit pour la première fois la notion de température de fermeture comme étant la température à partir de laquelle le minéral étudié commence à retenir un élément fils. Cette température associée à l'âge calculé est alors définie par la taille du minéral et son histoire thermique:

$$Tc = \frac{\frac{Ea}{R}}{\ln\left(A*\tau*\frac{Do}{a^2}\right)} \quad (4) \text{ avec } \tau = \frac{R*Tc^2}{Ea*\frac{dT}{dt}} \quad (5)$$

La température de fermeture dépend donc de la vitesse de refroidissement ***dT/dt*** (en partant d'une température infinie), mais également de la géométrie du minéral donnée par le coefficient ***A*** (respectivement égal a 55, 27 ou 8,7 si l'on estime une sphère, un cylindre ou un feuillet).

Le passage d'un système « fermé » (retenant la totalité de l'élément fils) à « ouvert » implique une gamme de température transitoire dans laquelle le système ne retient qu'une partie de l'élément fils. Cette dernière est associée à un « reset partiel » des âges, puisqu'ils ne sont calculés que sur la fraction de l'élément fils produit retenue par le système.

3.2 Electron Back-Scatter Diffraction

Les données concernant les microstructures recueillies durant l'analyse structurale sont complétées par une session d'analyse EBSD (Electron Back-Scatter Diffraction). Ceci permet donc d'interpréter la cristallographie des minéraux analysés. Ces données supplémentaires permettent de confronter l'orientation préférentielle de la forme des minéraux (SPO) à celle correspondant aux axes cristallographiques (CPO). Cette méthode permet également d'aller plus loin que l'identification au microscope optique de macles de déformation ne permettant d'accommoder qu'une faible déformation à l'inverse des processus de recristallisation dynamique plus diffus. Ces derniers apparaissent à de plus hautes conditions de température dans l'ordre suivant : le bulging (BLG), la rotation de sous-grains (SGR) puis la migration de joints de grains (GBM). En plus de ces marqueurs de P-T-σ, l'analyse EBSD permet de différencier certains processus (e.g., extinction ondulante et microkink bands qui peuvent être confondus si la coupe est parallèle à l'axe du kink) et de mieux contraindre les processus en œuvre dans la déformation des roches de la ZA. Ces processus sont particulièrement bien renseignés sur le quartz et le feldspath, mais beaucoup moins sur d'autres minéraux très présents dans la ZA : les micas blancs. Ainsi, l'analyse de la déformation des quartz et feldspaths permettrait d'aider a comprendre l'influence du processus de sericitisation, soit la déstabilisation de feldspaths en fin cristaux de micas blancs ayant diverses composition chimiques et qualifiés de « séricite ». Par extension, ceci permettrait également de mieux

contraindre l'influence de la mise en place de zones de cisaillement contenant des phyllonites (voir parties 4 et 5). Le terme phyllonite désigne communément la contraction de phyllade et mylonite, mais représentera des mylonites riches en phyllosilicates dans ce manuscrit, afin de les distinguer des mylonites quartzitiques. Le protocole d'échantillonnage associé à notre étude EBSD est détaillé plus haut, ainsi que dans la Partie 4.

Le détecteur, composé d'un écran fluorescent, est placé sur un MEB (Microscope électronique à balayage) et permet la projection des diagrammes de diffraction. Durant l'analyse MEB, le faisceau d'électron percute l'échantillon généralement incliné à 70° afin de maximiser le nombre d'électron retro-diffusés tout en évitant les artefacts (dus entre autres à un polissage inégal). Lors de la collision des électrons avec le matériau, une partie d'entre eux est diffractée sur les plans cristallins rencontrés selon un angle θ suivant la loi de Bragg :

$$n \lambda = 2 d \sin(\theta)$$

Soit n l'ordre de diffraction, λ la longueur d'onde des électrons, d la distance inter-réticulaire et θ l'angle d'incidence des électrons sur les plans diffractants.

La diffraction sur la plan cristallin forme deux cônes ouverts. Ces derniers apparaissent sous la forme de deux bandes sur l'écran fluorescent au phosphore. La ligne centrale correspondant aux bandes, dîtes « bandes de kikuchi » est alors la projection du plan diffractant. Ainsi, chacun des plans rencontrés produit une bande, l'ensemble constituant un diagramme de diffraction. Les diagrammes sont ensuite traités numériquement (la transformée de Hough, indexation via les indice de Miller correspondant au plan cristallographique diffractant) afin de déterminer la position d'une série de bandes et de connaître l'orientation du point analysé.

L'analyse d'image des diagrammes de réfraction étant à la base des mesures EBSD, une attention toute particulière doit être apportée à la préparation des échantillons. Les lames minces de nos échantillons sont donc orientées, puis polies graduellement. En effet, cette phase de polissage est primordiale puisque la profondeur d'échappement des électrons contribuant à la formation du diagramme est faible (10 – 20 µm). La structure cristalline en surface de l'échantillon doit donc être préservée par l'élimination de la couche oxydée et/ou contaminée. Ainsi après le polissage conventionnel (au quart de micron), la surface des lames est polie à l'aide d'une polisseuse à vibration et d'une solution de silice colloïdale à 50nm. Par la suite, une métallisation de quelques nanomètres est également réalisée afin de faciliter la circulation d'électrons dans le matériau analysé.

3.3 (U-Th)/He sur zircon

3.3.1 Principe général

Cette méthode (initialement proposée par Rutherford (1905) et développée par Zeitler et al., (1987)) est basée sur la production en ^{4}He (aussi appelée particule α) par la chaîne de désintégration entre U et Th, puis Sm. La production est définie par 4 équations de désintégration :

- $^{238}U = {}^{206}Pb + 8\alpha + 4\beta$ avec ($\lambda_1 = 0{,}15512.10^{-9}$; $\tau_{1/2} = 4{,}47$ Ga)
- $^{235}U = {}^{207}Pb + 7\alpha + 4\beta$ ($\lambda_2 = 0{,}98485.10^{-9}$; $\tau_{1/2} = 4{,}47$ Ga)
- $^{232}Th = {}^{208}Pb + 6\alpha + 4\beta$ ($\lambda_3 = 0{,}049475.10^{-9}$; $\tau_{1/2} = 4{,}47$ Ga)
- $^{147}Sm = {}^{143}Nd + \alpha$ ($\lambda_4 = 6{,}539.10^{-9}$; $\tau_{1/2} = 4{,}47$ Ga)

Une production totale de ^{4}He est obtenue en fonction des quantités actuelles mesurées pour chacun des éléments père. La mesure de l'accumulation des projections α piégées dans le réseau cristallin permet de déterminer un âge :

$$^{4}He = 8*^{238}U(e^{\lambda_1 t} - 1) + 7*^{235}U(e^{\lambda_2 t} - 1) + 6*^{232}Th(e^{\lambda_3 t} - 1) + {}^{147}Sm(e^{\lambda_4 t} - 1)$$

soit $\lambda_{1,2,3,et\,4}$ les constantes de désintégration respectivement associées à ^{238}U, ^{235}U, ^{232}Th et ^{147}Sm.

Cependant, cette équation suppose un contenu en ^{4}He initial nul dans réseau cristallin, ainsi qu'une quantité en U et Th ni trop faible (^{4}He négligeable), ni trop forte (destruction du réseau cristallin). La propension du réseau à retenir l'hélium dépendra également de la taille des grains mesurés et de l'endommagement de leur réseau cristallin (corrélé au contenu en eU = U + 0,24Th + 0,08 Sm) principalement pour les zircons.

3.3.2 Montage

Les critères de sélection des zircons (forme, taille, sans inclusion et fracture..) nous permettent la préparation de 10 échantillons comportant chacun 12 grains. Les grains sont calibrés entre 60 et 250 µm de long, mais largeurs et profondeurs sont également mesurées afin d'obtenir un volume associé à chaque zircon. L'état de chaque zircon est ensuite décrit et photographié pour faciliter l'interprétation future des âges (Fig. 24).

Le montage associé à la méthode conventionnelle comprend cinq zircons par échantillon qui sont ensuite placés dans des capsules cylindriques en platine d'un millimètre de diamètre fermés hermétiquement. Une lame recouverte de polyfilm permet de fixer la capsule pour déposer le zircon après fermeture d'un côté. La méthode in situ nécessite un montage analogue à celui utilisé pour les ZFT (voir plus bas), soit le montage des grains dans une plaque de téflon. Notre étude comprend 4 échantillons in situ incluant 20 à 30 grains chacun, préalablement datés via la méthode des traces de fission.

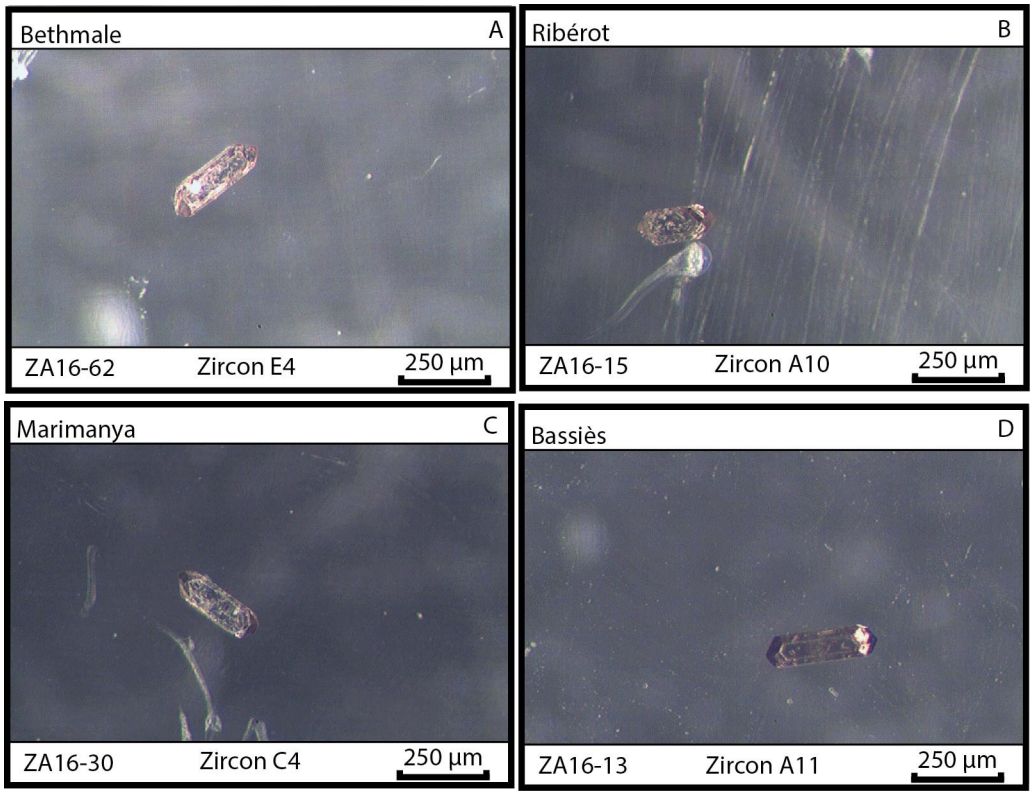


Figure 24: Photographies de zircon destinés à la datation (U-Th)/He conventionnelle :(a) Bethmale; (b) Ribérot; (c) Marimanya; (d) Bassiès

3.3.3 Méthode

L'âge (U-Th)/He est obtenu par extraction et quantification de l'Hélium, du Thorium, du Samarium et de l'Uranium contenu dans chaque grain. Au CRPG (Nancy), deux méthodes ont pu être utilisées : (i) Conventionnelle ; (ii) In situ.

La méthode conventionnelle suppose une extraction de l'hélium par chauffage des grains. A cet effet, les capsules de zircons sont placées dans des creusets. Deux d'entre eux restent vides et nous servent de témoins pour l'analyse. Ces creusets sont ensuite placés dans une chambre laser avec un hublot en saphir synthétique, qui a pour but de retenir l'Hélium en conservant l'efficacité du laser. Les capsules sont chauffées à l'aide d'un laser à iode produisant des infrarouges à 980 nm et chauffant à 1500 °C. Cette température est située juste en dessous de celle correspondant à la fusion des capsules de platine (de l'ordre de 1770 °C). La chauffe des zircons n'affecte pas les capsules et permet la libération de tous les gaz sans corrompre les mesures.

Après leur libération ces gaz sont purifiés à deux reprises via l'utilisation de pièges. Le premier est un piège physique réversible qui utilise du charbon actif plongé dans l'azote liquide. Ceci a pour effet de retenir les gaz comme l'argon, les oxydes, les éléments carbonés et l'H2O. Le second est chimique et irréversible. Ce piège appelé « getter » et utilise de la mousse de titane

provoquant la formation de liaisons fortes avec les hydrogènes et les hydrocarbures. Le gaz purifié rejoint ensuite le spectromètre de masse pour l'analyse.

L'analyse en elle-même a donc lieu dans un spectromètre de masse dont le capteur est constitué d'une cage de Faraday mesurant la tension. La pression partielle initiale de l'hélium doit être déduite puisque cet élément va être consommé durant l'analyse. Pour avoir la quantité totale d'hélium en mole/g, il nous faut connaître : le signal donné par la cage de faraday, le volume parcouru par le gaz, son coefficient de dissolution, ainsi que la sensibilité. Ce dernier paramètre correspond au signal donné par le spectromètre en fonction de la pression partielle des gaz. Enfin, si l'on intègre ces paramètres sur les caractéristiques des zircons (longueur, largeur, et correction du blanc de l'analyse), alors on obtient une masse et une concentration en hélium en mole/g. Après chaque analyse, il convient d'effectuer un étuvage, soit chauffer et pomper toute la ligne afin de maximiser la qualité du vide entre les analyses.

Une fois la concentration en hélium estimée par chauffage des zircons, il nous faut estimer le contenu en uranium, thorium et samarium. Les capsules sont donc découpées et leur contenu est replacé dans des creusets neufs. Du fondant ($B(OH)_3$) est également ajouté aux zircons afin d'abaisser leur point de fusion, puisqu'ils vont être chauffés à 990°C durant une heure. Quelques creusets contiennent des standards aux valeurs connues de thorium et d'uranium respectivement inférieur à 5 et 10ppb, et un creuset ne contenant que le fondant joue le rôle de témoin. Après la chauffe, le fondant et les zircons forment une perle, qui est ensuite dissoute à l'acide, puis envoyée au SARM pour analyse. Celle-ci consiste en un passage à l'ICP-MS, ce qui permet l'obtention des concentrations brutes à l'aide de standards. Quelques corrections restent nécessaires notamment le retrait des blancs d'analyse et la mise en relation avec la masse de chaque zircon. Cela nous permet d'obtenir une concentration en Uranium, Thorium et Samarium pour chaque grain.

Il nous reste à calculer un âge en fonction de ces concentrations. Pour cela, nous nous servons de la loi de production radioactive de l'hélium (Braun et al., 2006), mais quelques corrections finales peuvent encore être appliquées comme le facteur de correction géométrique (FT). Celle-ci nécessite la dimension des grains, ainsi que les concentrations en Uranium et Thorium.

La méthode in situ (Ternois et al., 2019) suppose une extraction de l'helium par ablation laser (d'un diamètre d'environ 20 µm) dans le cœur des grains montés sur des plaques en téflon (préparation analogue à celle des échantillons pour ZFT). Les concentrations en éléments pères sont ensuite mesurés à l'IC-PMS par ablation laser. Cette dernière entourant le premier spot avec un diamètre de 60µm (Fig. 25). Enfin, la quantité en élément père est évaluée grâce à la mesure des volumes ablatés estimés au microscope confocal.

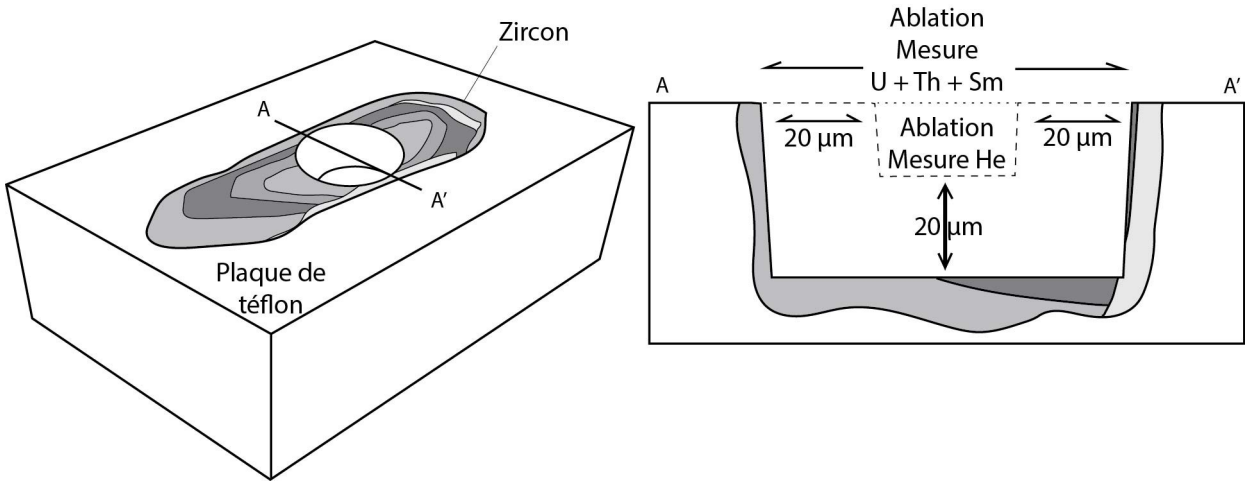


Figure 25: Ablation pour mesure du ratio (U-Th)/He sur zircon monté sur plaque de Téflon (réadapté de Horne et al., 2016) : (gauche) cristal monté après ablation; (droite) coupe détaillant les tailles d'ablation des spots (le He, puis les éléments pères)

3.3.4 Fermeture du système hélium

Si l'on considère un système clos, l'âge apparent correspond au moment auquel aucun hélium ne s'était encore formé par désintégration. Le système de diffusion de l'hélium est dépendant de l'état thermique et d'une température de résidence. En effet, ce n'est qu'à une température inférieure à 140°C que le système cristallin du zircon sera capable de retenir une partie de l'hélium, et ce n'est qu'au-dessus de 220 °C que la totalité sera conservée (Guenthner et al., 2013). Entre ces deux états est définie une zone de rétention partielle (ZRP) définie comme la gamme de température où la concentration en hélium diminue de 10 à 90 % par rapport à la quantité initiale.

L'âge (U-Th)/He au sein de la ZRP dépend de l'état thermique et est calculé en fonction de l'équation suivante (Wolf et al., 1998) :

$$t' = \frac{a^2}{D}\left[\frac{1}{15} - \sum_{n=1}^{\infty}\frac{6}{\pi^4 n^4}\exp\left(-n^2\pi^2\frac{D}{a^2}t\right)\right] + t_{ini}\sum_{n=1}^{\infty}\frac{6}{\pi^2 n^2}\exp\left(-n^2\pi^2\frac{D}{a^2}t\right) \quad (6)$$

Soit ***t'*** l'âge du grain, ***t*** la durée de diffusion à une même température, ***a*** le radius du grain et t_{ini} l'âge initial du grain.

Une partie de l'énergie libérée à chaque désintégration en particule α est convertie en énergie cinétique (très élevée compte tenu de la petite taille de la particule α). La distance parcourue pour chaque particule α étant estimée à 20 µm (Ketcham et al., 2011), ce processus peut provoquer une perte de ^{4}He en bordure des zircons. La correction de cet effet est d'autant plus forte que les grains sont de taille réduite.

La température de fermeture de l'hélium sur apatites et zircons varient également en fonction de l'endommagement des minéraux lié au contenu en Uranium, noté eU pour effective Uranium (Flowers et al., 2009; Gautheron et al., 2009; Guenthner et al., 2013). La concentration en eU est particulièrement importante sur les zircons, puisque la forte quantité en eU peut permettre la

formation d'un réseau interconnecté de dommages α facilitant la diffusion du ^{4}He. Un contenu trop faible en eU donne une quantité He difficilement mesurable, il en résulte une erreur relative plus grande. Cependant, une valeur de eU trop importante contribue à un affaiblissement du réseau et affecte rétention de He (Flowers et al., 2009; Gautheron et al., 2009). Ainsi, pour de faibles concentrations en eU dans les zircon, la température de fermeture augmente jusqu'à atteindre un « seuil de percolation » au cours duquel les dommages α se connectent. Pour les plus fortes concentrations en eU (Guenthner et al., 2013), la diffusion est facilitée par le réseau de défauts et la ZRP réduite à de plus basses températures. Cette courbe en cloche nous permet potentiellement d'utiliser cette méthode comme un multi-thermo-chronomètre pouvant disposer de plusieurs températures de fermetures en fonction de l'échantillon. Cela étant l'endommagement peut également influer sur le domaine de diffusion, même si domaine de diffusion efficace en général de taille très réduite. Un petit domaine de diffusion allant de pair avec une température de fermeture plus haute.

3.4 Traces de fissions

3.4.1 Principe général

La méthode de datation par comptage des traces de fission initialement proposée par Price and Walker (1963) est basée sur la fission spontanée du ^{238}U. En effet, une fission spontanée libère des particules chargées et ionisent les atomes présents sur leur trajet. Les ions ainsi formés se repoussent par effet de la force Coulombienne et le réseau cristallin accommode cette déformation en formant des traces nanométriques dites de fission (Fig. 26).

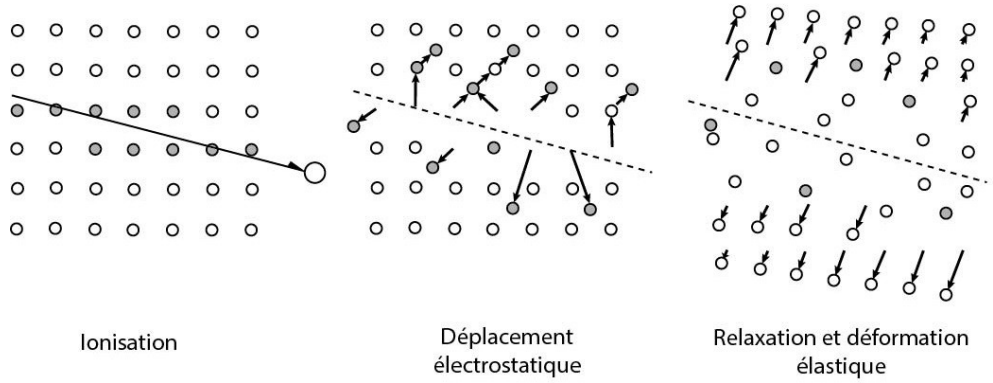


Figure 26: Formation des traces de fission (réadapté de Fleisher et al., 1975)

L'âge obtenu dépend par conséquent de la concentration en ^{238}U et de l'accumulation de ces traces dans les apatites et zircons (minéraux ubiquistes suffisamment riches en ^{238}U). Cependant, au-dessus d'une température liée au minéral, le réseau cristallin peut cicatriser (Wagner and Reimer, 1972).

Par conséquent, l'âge apparent témoigne du passage d'un isotherme par refroidissement du minéral. Cette température de recuit ou de fermeture est de l'ordre de 110 ± 20°C pour l'apatite et de 240 ± 40°C pour le zircon (Wagner and Van Den Haute, 1992).

Afin de convertir la densité de traces spontanées en une période de temps, il est nécessaire d'estimer la teneur en uranium via un proxy. Pour cela, les échantillons sont irradiés ce qui provoque l'apparition de traces induites provenant de la désintégration de ^{235}U. La concentration en ^{235}U est directement corrélée à la densité de traces comptées et à la fluence neutronique utilisée (nombre de neutrons par unité de surface dans le flux du réacteur). Le rapport $^{235}U/^{238}U$ étant supposé constant (Hiess et al., 2012), nous en déduisons la concentration en ^{238}U.

Ainsi, l'équation liant ces estimations à l'âge (Fleischer et al., 1975, 1965; Naeser, 1967; Price and Walker, 1963) est décrite par cette équation :

$$t = \frac{1}{\lambda_D} \ln\left(1 + g\left(\frac{\lambda_D}{\lambda_F}\right)\phi\sigma I\left(\frac{\rho_s}{\rho_i}\right)\right)$$

Soit $\boldsymbol{\lambda_D}$ la constante de désintégration de $^{238}\boldsymbol{U}$, $\boldsymbol{\lambda_F}$ la constante de désintégration par fission spontanée, $\boldsymbol{\phi}$ la fluence neutronique, $\boldsymbol{I}$ le rapport isotopique $^{235}U/^{238}U$, $\boldsymbol{\sigma}$ la section efficace de capture d'un neutron par ^{235}U lors de l'irradiation, $\boldsymbol{\rho s/\rho i}$ le rapport des densités de traces spontanées en fonction des traces induites (traces/cm²) et $\boldsymbol{g}$ le facteur géométrique lié à la technique de datation utilisée.

Cependant, la fluence neutronique induite par l'irradiation n'est pas directement mesurable et s'exprime par l'équation suivante :

$$\phi = B\rho_d$$

Soit $\boldsymbol{\rho_D}$ la densité de traces de fission induite et $\boldsymbol{B}$ un facteur de proportionnalité à calculer.

Le paramètre ζ (zêta) est utilisé comme proxy pour éviter toute erreur systématique de comptage de trace et est propre à chaque utilisateur. Il est calibré pour chaque intervenant à l'aide d'une méthode empirique consistant à utiliser des standard sous la forme de dosimètres de concentration en uranium connue. Ces derniers sont irradiés avec les échantillons à dater.

3.4.2 Montage

Les zircons sont placés sur une lame de verre préalablement enduite d'une fine couche de produit gras. Celle-ci a pour objectif d'empêcher les minéraux de bouger et qu'ils puissent garder leur alignement qui va faciliter le comptage durant les étapes suivantes.

Plusieurs lames de verre sont mises en chauffe à 300°C. Lorsque la lame portant les zircons est assez chaude, un carré de téflon de 1 x 1 cm est placé sur les minéraux. Les autres lames

chauffées sont placées sur la plaque de téflon, et une légère pression permet de faire pénétrer les zircons dans le téflon afin de ne laisser que 10 % de leur volume à l'air libre.

Les grains sont ensuite polis quelques heures jusqu'à laisser affleurer le cœur de chaque grain. Afin de rendre les traces visibles à la binoculaire une attaque chimique de la surface des grains est réalisée. Les produits utilisés, respectivement NaOH-KOH à 225-230°C durant plusieurs heures pour les zircons et HNO_3 à 21°C pendant 20s pour les apatites, permettent l'attaque préférentielle des traces de fission et donc leur agrandissement (Fleischer and Price, 1964; Price and Fleischer, 1971). La durée de l'attaque dépend de l'âge recherché, puisque les zircons dont le refroidissement est plus jeune supposent une faible densité de traces et nécessitent donc une plus longue attaque pour révéler celles-ci (Bernet and Garver, 2005).

Les grains d'apatite sont quant-à-eux montés dans de l'époxy, puis polis afin exposer la surface cristalline. Ils subissent ensuite une attaque chimique à l'aide d'une solution acide (5,5M de HNO_3) durant 20s à 21°C.

Le plot contenant les grains est ensuite recouvert d'un feuillet de mica jouant le rôle de détecteur externe. L'échantillon est envoyé au réacteur pour irradiation et la fission du 235U forme des traces de fission induites dans le grain et le détecteur externe (Fig. 27). Le feuillet de mica subit ensuite une attaque acide (au HF à 48 % durant 20mn à 20°C).

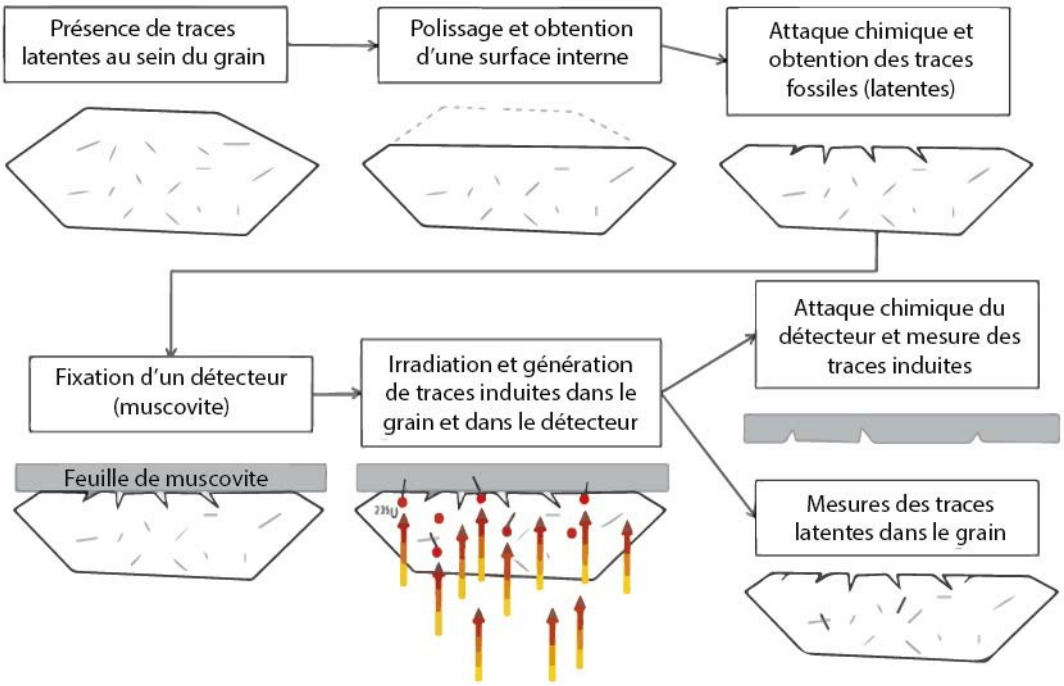


Figure 27: Etapes de préparation des grains pour la méthode des traces de fission (Gleadow et al., 1986)

3.4.3 Méthode

L'obtention d'une valeur nommée zeta (ζ) est nécessaire avant de débuter le processus de comptage des traces de fission. Cette valeur statistique empirique a pour objectif la correction d'erreurs systématiques de comptage liées à l'analyste. Celle-ci est donc propre à chaque personne et doit être régulièrement confirmé. Les âges apparents obtenus sont calculés avec un ζ (zêta) de 131,44±4,05 ou 124,08±2,9 selon la session d'analyse.

Les traces induites et fossiles sont comptées respectivement sur le feuillet de mica et les zircons à l'aide d'un microscope optique (Olympus BH2). Le système FTStage permet de mettre en lien les zones comptées sur les grains avec la zone correspondante sur les feuillets de mica (Fig. 28). L'objectif est ici de compter des traces des grains bien attaquées, en évitant les autres contenant une trop petite zone de comptage, avec une forte zonation, des fractures ou inclusions.

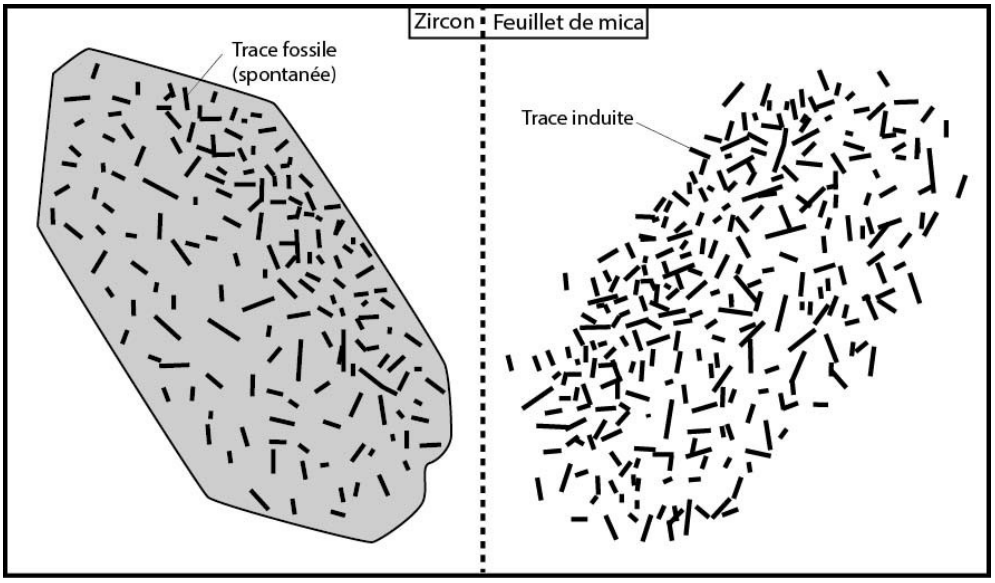


Figure 28: Etapes de préparation des grains pour la méthode des traces de fission (réadapté de Gleadow et al., 1986)

3.4.4 Température de recuit

En général les ZFT permettent de contraindre un refroidissement à des températures de l'ordre de 200 – 300 °C (Bernet et al., 2002; Brandon et al., 1998). Cependant, cette valeur est souvent débattue puisque dépendante de la capacité des grains à cicatriser les traces au-dessus d'une température donnée (Barbarand et al., 2003; Crowley et al., 1991; Green, 1985; Green et al., 1986; Ketcham et al., 2007; Wagner, 1972, 1988, 1981). Ce phénomène étant non-linéaire et lié à de multiples paramètres (température, durée de chauffe, eU), il est difficile d'établir une température précise. Tout comme pour la température de fermeture du système hélium, à basse température les traces de fission s'accumulent plus vite qu'elles ne cicatrisent et inversement à haute température.

La zone intermédiaire peut en revanche produire des âges fortement dispersés associés à un recuit partiel des traces. Cet intervalle de température était initialement appelée « partial stability zone » (Wagner, 1988, 1981; Wagner and Reimer, 1972) et renommée en « zone de cicatrisation partielle » (Partial Annealing Zone ou PAZ, Wagner, 1988, 1981; Wagner and Reimer, 1972). Pour ces conditions thermiques, les longueurs des traces de fissions passent de 90 à 10 % de leur longueur initiale.

La distribution et la diminution des longueurs de traces dans les apatites permettent d'estimer la durée d'un passage dans une gamme de température suggérant un reset partiel des âges (Gallagher et al., 1998; Ketcham et al., 2007, 1999; Laslett et al., 1987; Tagami et al., 1998; Yamada et al., 2007). Cependant, les zonations très fréquentes du zircon ne permettent pas l'utilisation de ce type de marqueur pour les modélisations thermo-structurales. Il est donc pour le moment difficile d'estimer la durée de passage dans la PAZ avec des âges provenant de traces de fissions sur zircons.

Il est établi que la chimie des minéraux, voir des substitutions possibles au sein du système cristallin (Barbarand et al., 2003b), ont un impact sur leur capacité de cicatrisation. Dans les apatites, la quantité relative de Cl est corrélée à leur résistance au recuit des traces. Cette concentration est, par ailleurs, corrélée à la géométrie des traces de fission et notamment à la longueur du « etch pit », soit la longueur de l'intersection entre le plan observé et la trace. Ce paramètre nommé Dpar peux cependant fluctuer selon l'axe cristallographique de référence (Donelick et al., 1999), du protocole d'attaque chimique (Sobel and Seward, 2010), voir de l'analyste. Ces facteurs viennent dès lors compliquer l'interprétation du Dpar (Barbarand et al., 2003; Donelick et al., 1999). Le paramètre rmr0 a pour vocation de normaliser ces mesures et correspond à la longueur de trace recuite de l'apatite la plus résistante au moment où l'apatite la moins résistante est totalement recuite sur un même échantillon (Ketcham et al., 2007a,b, 1999). Malgré le développement de ce paramètre, l'utilisation du Dpar et de la concentration en Cl est encore très répandue pour l'interprétation des AFT. En revanche, la concentration en eU sera le paramètre le plus influent sur la température de cicatrisation des zircons. En effet, les zircons les plus anciens ou les plus riches en uranium contiennent une très forte densité de traces. Au-delà d'une certaine densité estimée à 3 10^7 traces/cm² (Bernet and Garver, 2005), estimer la quantité de traces et par conséquent l'âge d'un grain devient impossible. En revanche, l'obtention d'un âge peut aussi être compliquée par une attaque chimique trop courte ne révélant pas suffisamment de traces. Contrairement à la méthode AFT, la longueur des traces n'apporte aucun bénéfice pour les zircons et dépend de nombreux processus incluant l'attaque acide elle-même.

3.5 Thermobarometrie Chlorite-Phengite

3.5.1 Principe général

La thermométrie ou la barométrie consiste en l'étude de réactions minéralogiques, qui sont en fait des transferts d'énergie. Chimiquement, il s'agit d'une variation de la somme des potentiels chimiques des pôles purs des minéraux utilisés, soit les chlorites et phengites dans notre cas. Nous considérons que l'équilibre est atteint lorsque $\sum\mu_{reactifs} = \sum\mu_{produits}$, avec μ le potentiel chimique. Or, le potentiel chimique varie selon différents critères dont la pression, la température et la chimie du minéral étudié.

Dès lors, si l'on part des lois de la thermodynamique, nous pouvons établir la formule de la variation de l'énergie libre de Gibbs en fonction de l'activité ai. Nous considérons G comme la quantité d'énergie disponible pour effectuer un travail.

$$\Delta G_{réaction} = \Delta G^0_{réaction} + R.T.\ln \prod_i^{composés} a_i^{\nu i}$$

Pour utiliser correctement les méthodes de thermométrie, il nous faut choisir les minéraux en conséquence. Nous allons nous intéresser ici au couple chlorite et phengite (micas blancs).

3.5.2 Description des Micas blancs

Les micas blancs sont des phyllosilicates de composition $XY^{3+}{}_2[AlSi_3O_{10}(OH,F)_2]^{7-}$, avec X=K, Y=Al, Mg ou Fe, qui cristallisent à des températures comprises entre 150 et 300°C. La méthode est utilisable sur les phengites ou les illites, soit des micas blancs comprenant peu de lacunes. Ces deux types de micas se distinguent par leur charge interfoliaire, ainsi que par les taux de Si, Mg et H2O qui sont plus élevés dans les illites (Meunier, 2003).

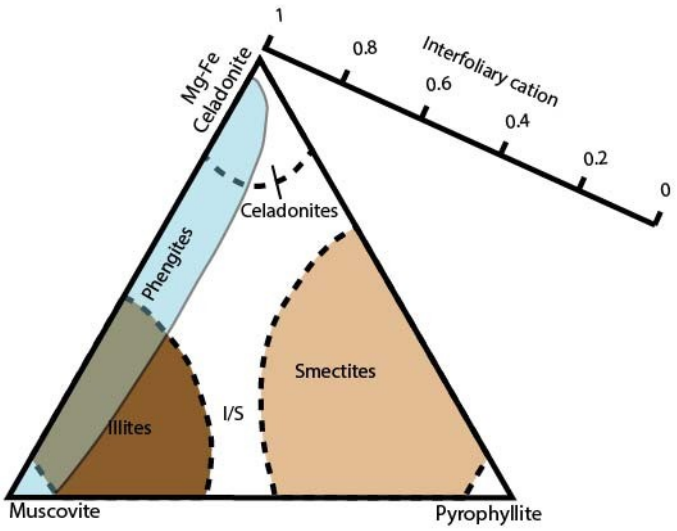


Figure 29: Terminologie de composition des micas blancs

Deux substitutions jouent un rôle important pour les micas blancs. D'un côté la substitution de Tschermak fait varier la phengite entre les pôles de muscovite et céladonite via un échange entre aluminium et silice. De l'autre côté, la substitution pyrophyllique, soit K + Al3+ <=> [] + Si4+ fait varier les illites entre les pôles pyrophyllite et muscovite (Fig. 29). Nous noterons qu'ici les illites ne définissent pas des argiles, mais une composition type de mica blanc. Enfin, d'après Meunier (2003), les micas blancs qui se développent lors du processus de déstabilisation des feldspaths apparaissent en deux temps, d'abord des illites, des phengites.

3.5.3 Description des chlorites

Les chlorites sont également des phyllosilicates de composition $(R^{2+}_{u};R^{3+}_{y+}[]_{z})^{VI}(Si_{4-x}Al_{x})^{IV}O_{10+w}(OH)_{8-w}$ avec R = cation, u+y+z=6 et $\sum^{VI}$=u+y (de Caritat et al., 1993). Ces minéraux sont composés de feuillets TOT avec O en position interfoliaire (Meunier, 2003) et leur composition est gérée par deux types de substitution. En effet, nous avons à nouveau la substitution de Tschermak, mais également la substitution di-trioctaédrique, soit $Si^{IV}Al^{VI}$ <=> $Al^{IV}R^{3+}VI$ (Inoue et al., 2009; Meunier, 2003). Contrairement aux micas blancs, la cristallisation des chlorites ne dépend pas que de la température mais également de la pression et de leur composition. En effet, les chlorites ferreuses se forment à plus basse température que les chlorites magnésiennes (Strens et al., 1987). Nous noterons aussi que le couple chlorite et quartz reste stable jusqu'à des températures de 627°C ±10, mais suppose une pression assurément inférieure à quelques kbar (Deer et al., 2009; Nédélec and Bouchez, 2011).

3.5.4 Thermometrie chlorite

3.5.4.1 Protocole d'après Vidal et al. (2006)

Dans un premier temps, il existe la thermométrie chlorite (Vidal et al., 2006a). Cette dernière marche pour les chlorites entre les compositions des pôles purs Clinoschlore, Daphnite, Amesite et Sudoïte. La méthode est définie par la réaction suivante : 7 Qtz + 4 Mg-Am + 4 H2O = 2 Clin + 3 Sud, qui se déplace avec la composition des chlorites et notamment avec le Fe^{3+}, qui n'est pas quantifiable à la microsonde. Afin de l'estimer, nous utilisons la réaction Mg-Am + Daph = Clin + Fe-Am, et nous ajoutons virtuellement du Fe^{3+} jusqu'à ce que l'équilibre soit atteint. Ce dernier est représenté par le croisement des deux réactions. Plusieurs températures peuvent convenir lorsque pour les mêmes minéraux (Fig. 30). C'est pour cela qu'il faut avoir une idée du contexte de pression, afin de choisir l'intersection, par conséquent la température, qui convient à la pression définie.

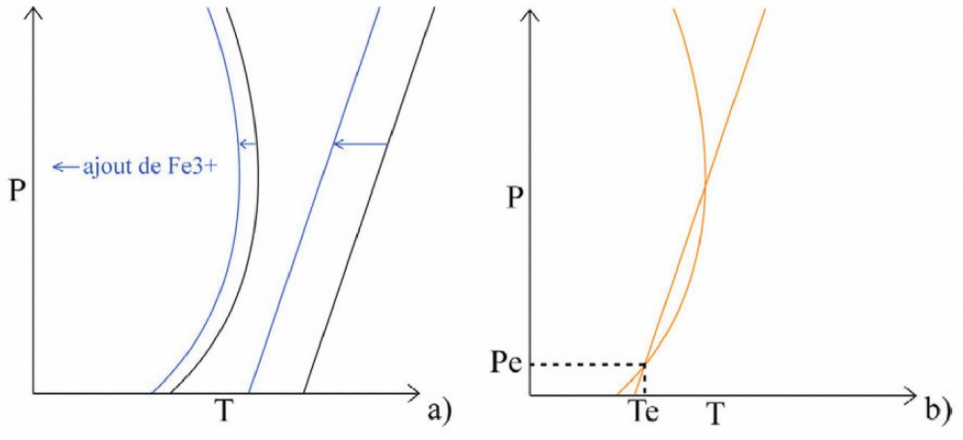


Figure 30: Principe du géothermomètre de la chlorite ; (a) Ajout de Fe3+ par pas (a) jusqu'à atteindre l'équilibre ; (b) où l'on peut calculer les pression et température d'équilibre (Pe et Te)

3.5.4.2 Protocole d'après Bourdelle (2013)

L'autre méthode de thermométrie à l'aide de chlorite est proposée Bourdelle et al. (2013). Elle est semi-empirique, soit basée sur un modèle ainsi que sur 161 analyses qui permettent d'obtenir une température à partir d'une composition. Ce moyen très simple d'utilisation est calibré pour des conditions de pressions et températures respectivement inférieures à 4 kbar et 350°C. En effet, pour une température trop élevée, les chlorites contiennent trop de silice. L'utilisation de cet outil est uniquement graphique ne nécessite que de placer les compositions de chlorite sur un diagramme Si – R^{2+} entre les pôles Sudoïte, Corundophilite et Al-free chlorite (Bourdelle and Cathelineau, 2015). Outre sa simplicité, cette méthode a également l'avantage de ne pas nécessiter une quantité connue de Fe^{3+} et de n'avoir qu'une erreur de ± 20°C.

3.5.5 La thermométrie Phengite (Dubaqc et al., 2010)

Mis à part l'utilisation de chlorites, les micas blancs sont d'autres phyllosilicates utilisables. Dubacq et al. (2010) nous proposent un modèle qui permet d'écrire l'équation suivante :

3 Cel + 2 Prl = 2 Ms + Bt + 11 Qtz + 2 H2O

Cette méthode est, elle aussi, peu sensible au Fe ; en revanche elle dépend de l'hydratation des micas, soit Prl.H2O = Prl + H2O, puisque l'eau vient remplacer les lacunes dans le réseau cristallin. L'équilibre peut être déterminé graphiquement via l'intersection de ces deux courbes sur une droite qui dépend des paramètres de pression et température. Cela nous permet de définir les conditions d'équilibre de l'assemblage phengite-quartz-eau. Nous noterons qu'à basse pression la variation de celle-ci, et donc l'eau, n'a pratiquement aucune incidence sur l'estimation de la température (Fig. 31).

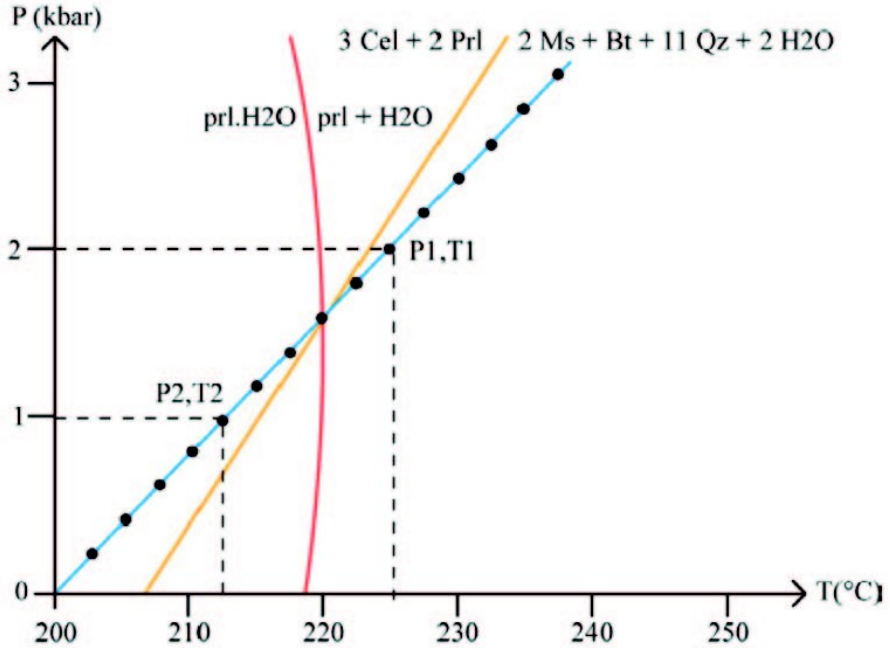


Figure 31: Les courbes de réactions se croisent en un point P, T se déplaçant le long de la courbe bleue correspond à d'hydratation du mica

3.5.6 Thermobarométrie multiéquilibre en l'occurrence chlorite-phengite

3.5.6.1 Description

Cette méthode s'appuie sur les thermomètres chlorite et phengite, ainsi que leurs équilibres respectivement définis par Vidal et al. (2006) et (Dubacq et al. (2010). Elle a pour but d'estimer les conditions pression et température de cristallisation d'un assemblage supposé à l'équilibre thermodynamique. Cela suppose que ces minéraux soient à l'équilibre. Celui-ci est principalement déterminé avec la relation texturale entre les minéraux, soit une estimation locale. Les minéraux à l'équilibre sont ceux mis en contact directement ou alors par l'intervention de fluides. Cette méthode n'est pas uniquement une relation linéaire comme pour la thermométrie empirique. Elle dépend de la pression, de la température, ainsi que de la chimie des minéraux.

3.5.6.2 Principe

Le fonctionnement de cet outil consiste en l'utilisation de 64 équations de réaction entre le quartz, l'eau et les pôles de chlorites et micas, dont 5 indépendantes. Dans notre cas, nous utiliserons 124 équations dont 6 indépendantes, puisque les illites que nous avons sont plus hydratées. En effet, l'absence potentielle de place dans les sites interfoliaires nous permet d'ajouter le pôle hydraté.

Une extension Matlab trace les droites dans un diagramme P-T, et les minéraux à l'équilibre vont pouvoir être identifiables. En effet, ces dernières vont se croiser en un point où G = 0.

Cependant, une erreur est tolérée et dépend de l'aspect analytique ou des propriétés thermodynamiques, ce qui correspond à un croisement imparfait avec G non nul. La valeur est correcte uniquement si le G de 22 équilibres est supérieur à un seuil que l'on détermine graphiquement. Il s'agit des courbes les plus proches les unes des autres soit le $\sum = \Delta G_{Réaction}$ le plus faible. Cette erreur est estimée à ±55°C et 2,4 kbar (De Andrade et al., 2006).

3.6 Généralités relative à la datation argon et K-Ar in situ

3.6.1 Principe de datation utilisant le système argon

Le principe de cette datation est basé sur la désintégration naturelle du potassium radiogénique 40K*, qui se transforme naturellement au cours du temps en 40Ca (89,5%) et 40Ar (11,5%; Fig. 32). Le taux de 40Ar/40K retenu par le réseau cristallin nous permet d'estimer un âge (Équations 8 et 9). Le potassium étant un élément largement représenté dans les minéraux, cette datation est couramment utilisée et permet une précision de l'ordre de 1 %. Le calcul d'un âge nécessite plusieurs postulats de base : (i) la concentration initiale en 40Ar est supposée nulle ; (ii) Le rapport 40Ar/ 36Ar atmosphérique est supposé constant (295,55) dans le temps et permet de déterminer l'argon radiogénique ; (iii) L'abondance de l'isotope 40K est constant (0,012 %).

$$^{40}Ar^* + \frac{\lambda_\beta}{\lambda_\varepsilon}\,^{40}Ar^* = {}^{40}K(e^{\lambda t} - 1) \Rightarrow {}^{40}Ar^* = \frac{\lambda_\varepsilon}{\lambda_\varepsilon + \lambda_\beta}\,^{40}K(e^{\lambda t} - 1)$$

La méthode $^{39}Ar/^{40}Ar$ développée par Merrihue and Turner, (1966) consiste en l'activation neutronique du ^{39}K par irradiation afin de permettre sa désintégration en ^{39}Ar. Le rapport $^{40}K/^{39}K$ étant constant (Humayun and Clayton, 1995), cela permet alors d'obtenir un rapport 40Ar/39Ar correspondant à l'âge. Cette technique évite la mesure séparée du K et de l'Ar, ce qui est problématique pour des échantillons à la répartition de K hétérogène. Cependant, elle induit un recul, donc une perte de 39Ar durant l'irradiation, particulièrement sur les petits grains. La seule méthode permettant d'éviter le recul de l'argon consiste en l'encapsulation de l'échantillon durant l'irradiation. Ce dernier est alors libéré durant l'analyse afin d'être mesuré avec le reste de l'argon (Clauer, 2013; Foland et al., 1992).

La méthode au K-Ar reste la plus utilisée pour l'étude de l'hydrothermalisme de basse température ou la datation des très fines illites inférieures à 40 µm (Onstott et al., 1997, 1995). En effet, la perte d'argon par recul est de 8% pour une illite de 40 µm et de 18% pour une taille 2 µm (Clauer et al., 2012). Cependant, elle ne comprend pas de mesure in situ, puisque l'estimation du potassium est effectuée sur les grains préalablement séparés. Afin, d'obtenir une mesure du

potassium la méthode K-Ar in situ se propose d'estimer une concentration moyenne de potassium dans les micas par acquisition à la microsonde.

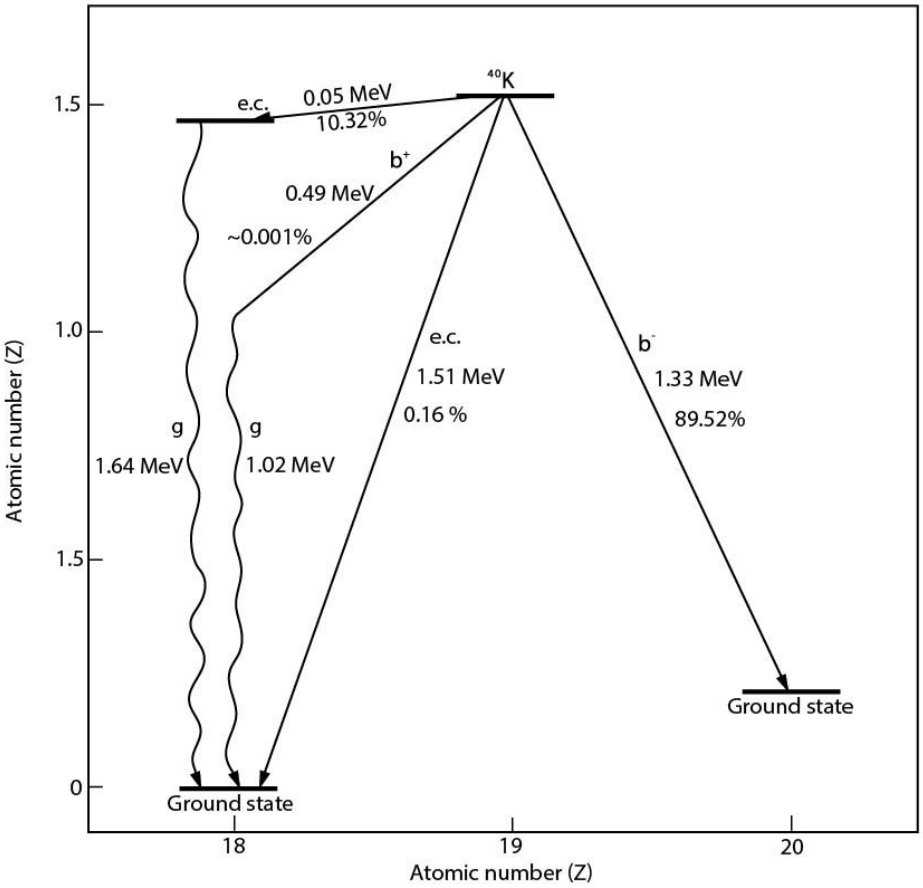


Figure 32: Désintégration du 40K (McDougall and Harrison, 1999)

3.6.2 Montage

Une fois la zone d'étude délimitée, les échantillons sont formatés en disque d'un diamètre d'un centimètre et d'une épaisseur inférieure à 3 mm. Pour cela, un carottage du sucre associé à la lame analysée au microscope optique est effectué en fonction du repérage préliminaire.

La carotte est ensuite affinée par polissage manuel graduellement jusqu'au poli-sonde. L'usage d'une mini-scie est cela étant préconisé pour affiner les échantillons les plus cohérents. Le grammage des tapis de polissage décroît graduellement afin de gommer les imperfections à toutes les échelles. Afin de préparer le poli pour les analyses élémentaires futures à la microsonde, la pastille est polie mécaniquement 10 minutes à l'aide de pâtes diamantées de 9 à 0,25 µm.

3.6.3 Méthode K-Ar in situ

La méthode K-Ar in situ (développée dans le chapitre 5) suit trois étapes d'acquisition (Fig. 33 : (i) L'estimation du potassium ; (ii) L'acquisition de l'argon par ablation au laser UV ; (iii) L'estimation des volumes ablatés. La cartographie élémentaire au MEB permet de vérifier l'homogénéité du potassium nécessaire dans les agrégats. Ces cartes permettent également une localisation fine des zones d'intérêt en mettant en évidence les structures de déformation et agrégats de micas blancs. La mesure de la masse volumique en potassium est ensuite estimée par compilation de 20 à 30 spots ponctuels d'analyse à la microsonde.

Les échantillons sont ensuite placés sous vide et l'argon est libéré sur 50 à 100 spot par ablation au laser UV. Le gaz est ensuite purifié par le passage dans un piège froid (rempli d'un mélange éthanol et azote liquide). Enfin, le signal en argon est mesuré par le spectromètre de masse. Par ailleurs, la sensibilité du spectromètre est calibrée à l'aide de standards FC_S et AC_R permettant de convertir le signal d'argon en concentration. Le microscope numérique nous permet l'estimation des volumes ablatés, et par conséquent la conversion de la concentration moyenne de potassium en quantités relatives à chaque spot.

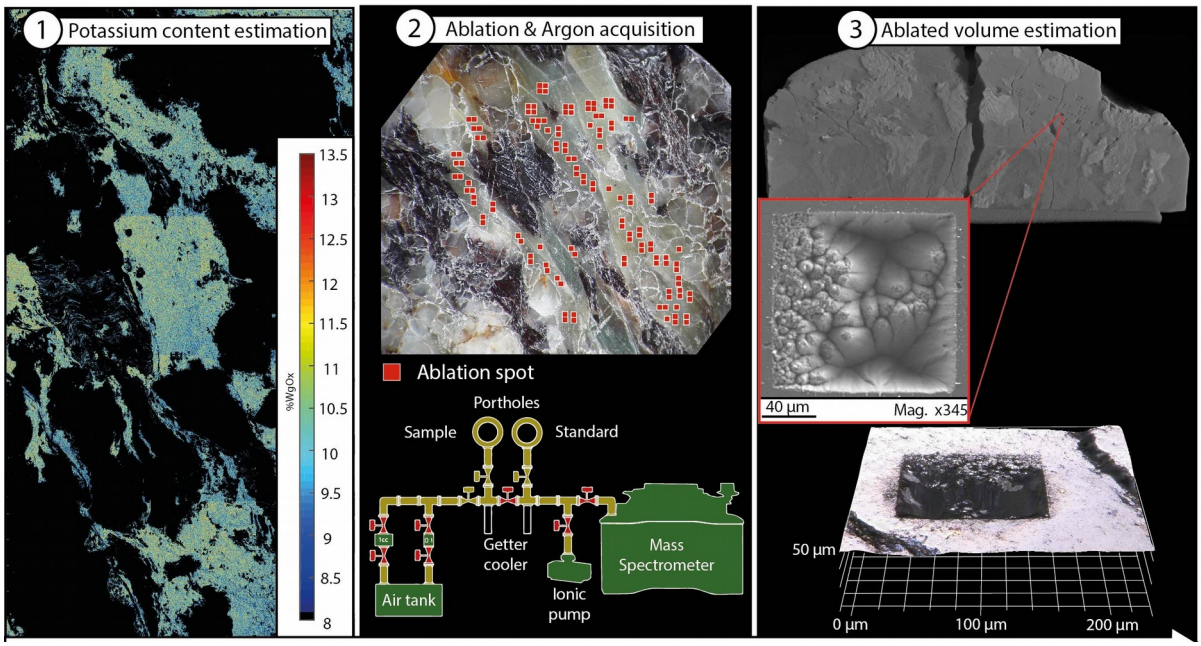


Figure 33: K-Ar Etapes d'acquisition du K-Ar in situ: (1) Estimation du potassium ; (2) Ablation & mesure de l'argon ; (3) Estimation des volumes ablatés

Les valeurs des blancs intercalées entre chaque analyse est retranchée du signal de l'échantillon. Le pourcentage en argon radiogénique est ensuite estimé en retranchant la part atmosphérique (calculée à partir du ratio $^{40}Ar/^{36}Ar$ supposé constant à 295,5). La quantité d'argon en mole est alors déduite du signal et de la sensibilité du spectromètre de masse. D'un autre côté, la quantité molaire en ^{40}K

est obtenue à l'aide de la masse molaire moyenne en potassium contenu dans les micas, du volume ablaté, ainsi que de l'abondance naturelle en isotope ^{40}K. Grâce au ratio $^{40}Ar/^{40}K$ obtenu, le calcul de l'âge est ensuite réalisé de la même façon qu'avec la méthode K-Ar conventionnelle.

3.6.4 Fermeture du système argon & interprétation des âges

Si le système argon reste fermé et qu'il est initialement vide, l'âge calculé correspond théoriquement au début de l'accumulation d'argon radiogénique dans le réseau. Cette méthode est utilisable sur différents minéraux sous réserve qu'ils remplissent certains critères : (i) une concentration en argon initial nulle dans le système (minéral) ; (ii) une concentration en argon nulle en périphérie du cristal pour permettre l'évacuation par diffusion ; (iii) l'absence d'influence de l'histoire P-T avant le passage sous la température de fermeture. Cette température associée aux micas blancs est communément de l'ordre de 300 – 400 °C (Fig. 23). En effet, elle a été historiquement calculée en fonction d'un degré métamorphique à environ 350 °C (Purdy and Jager, 1976). Elle varie néanmoins en fonction de plusieurs facteurs pouvant affecter la diffusion de l'argon dans les micas : la taille des grains, la vitesse de refroidissement, mais également la pression, voir la déformation. La diffusion dans les micas est parfois supposée sphérique (Harrison et al., 2009), mais est souvent considérée comme cylindrique pour les micas (Crank and Gupta, 1975; Hames and Bowring, 1994; Harrison et al., 1985).

Si l'on suppose une diffusion sphérique, un dégazage similaire durant l'ablation (sous vide) ou dans la nature, et un refroidissement en partant d'une température infinie, alors la taille des grains et la vitesse de refroidissement sont corrélée à la température de fermeture du système argon (Fig. 34). Ces paramètres primaires sont décrits par les loi de diffusion de Dodson, (1973).

$$D_A(T,P) = D_A^0 \exp\left(-\frac{E_A + PV_A}{RT}\right),$$

La vitesse de refroidissement prend partiellement en compte une décompression des roches durant la remontée. Cependant, la pression a également un impact sur la diffusion de l'argon (Fig. 34B) et par conséquent la température de fermeture (Harrison et al., 2009; Liang, 2017). Cet effet est particulièrement visible entre un échantillon ayant subi un refroidissement en profondeur (sans changement de pression) comme après la mise en place d'un pluton, et un échantillon refroidissant au court de sa remontée. Une baisse de pression provoque la diminution de la température de fermeture des muscovites.

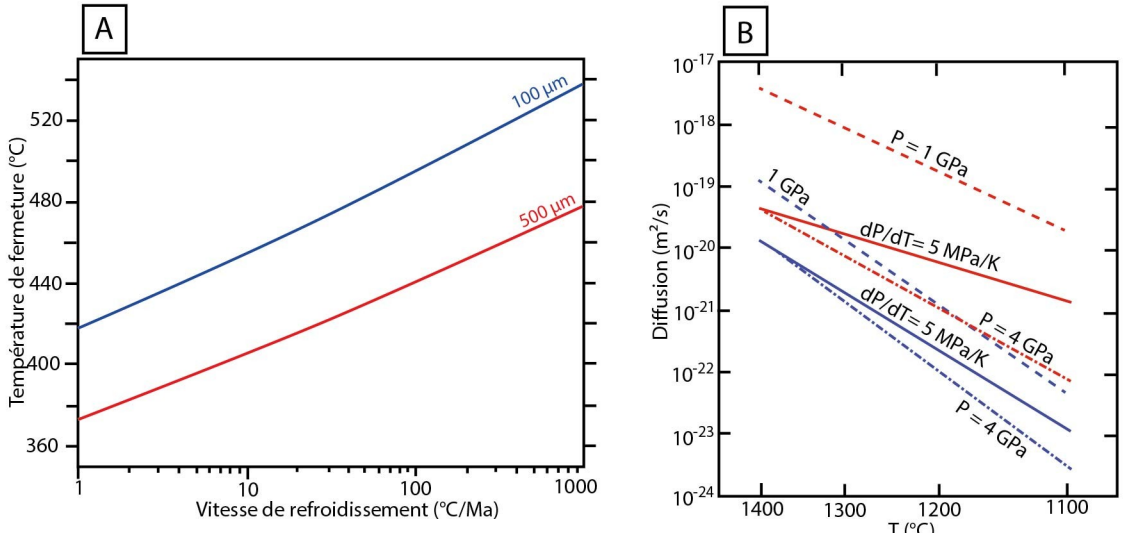


Figure 34: Paramètres influant sur la Température de fermeture: (gauche) Influence de la taille de grain et de la vitesse de refroidissement (Harrisson et al., 2009); (droite) Influence des conditions P-T sur la diffusion (Liang et al., 2017)

Les micas se formant sur de larges gammes de conditions P-T, il est important de comprendre le contexte de formation et d'évolution des muscovites afin d'interpréter correctement les âges (Fig. 35). En effet, au premier ordre si le minéral se forme sous la température de fermeture, alors l'âge est interprété comme un âge de cristallisation (Villa, 2016). Dans le cas contraire, il s'agira d'un âge interprété comme l'âge du passage des grains sous la température de fermeture, soit un refroidissement (Goodenough et al., 2011).

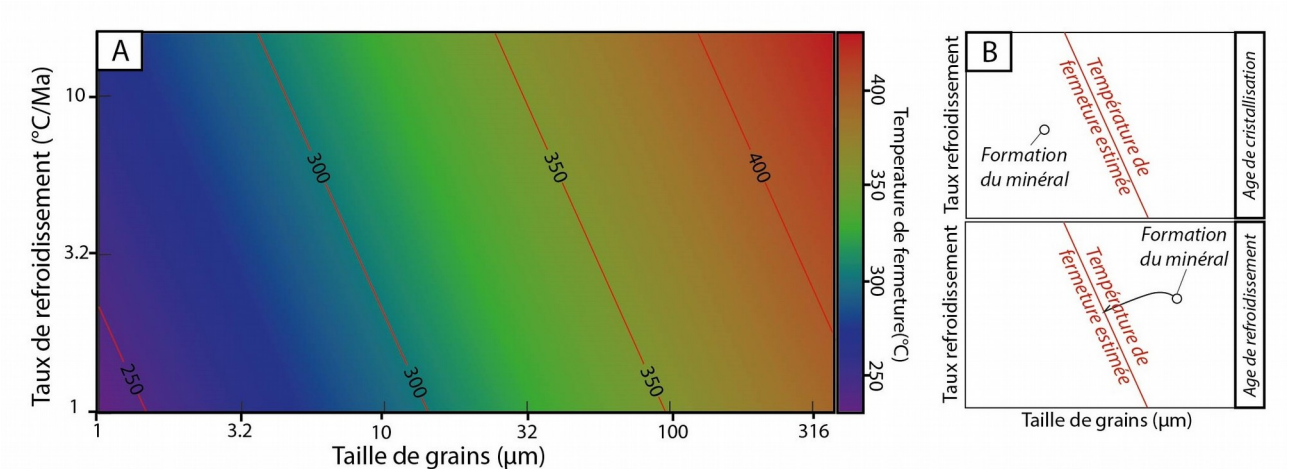


Figure 35: Interprétation des ages: refroidissement/cristallisation: (a) Estimation de la Temperature de fermeture (readapté de Dodson, 1973); (b) Utilisation du diagramme (haut: Si le minéral se forme sous les conditions de température de fermeture, un age de cristallisation est enregistré; bas: Si le minéral se forme au-dessus de la température de fermeture, alors l'age enregistré sera associé au refroidissement post-cristallisation)

L'implication de la déformation dans la fermeture du système argon est encore débattue (Cosca et al., 2011; Dunlap and Kronenberg, 2001; Itaya et al., 2011; Mulch et al., 2002), mais pourrait avoir un impact indirect sur la température de fermeture. En effet, l'augmentation de la déformation permet la réduction de la taille des grains, mais fait aussi localement varier la diffusion de l'argon. L'intensité de cette déformation peut par conséquent également avoir un impact sur la variation de

température de fermeture (Vance et al., 2003). Cependant, la déformation produit le plus souvent des spectres très dispersés, puisqu'elle influence également des facteurs provoquant la perte d'argon. L'intensité de la déformation influence et renforce la perte d'argon en formant un réseau de défauts cristallins (Cosca et al., 2011). Ce facteur peut aussi provoquer une perte d'argon en provoquant la modification les coefficients de diffusion de l'argon (Dunlap and Kronenberg, 2001). D'autres facteurs impliquant l'excès ou la perte d'argon peuvent affecter les âges enregistrés selon le contexte régional. Ils doivent aussi être pris en compte lors de l'interprétation des données.

L'excès d'argon consiste en une réincorporation d'argon extérieur dans les grains datés. En effet, un des postulats sous-tendues par la datation argon suppose une quantité d'argon radiogénique initiale nulle. Or, cet isotope est présent dans la majorité des minéraux communs. Cela suppose une contamination ou héritage systématique d'argon dans les minéraux néo-formés par ceux déstabilisés, et produit donc des âges artificiellement plus anciens. La contamination peut provenir d'un élément extérieur comme une circulation de fluides chargés en argon. Par ailleurs, si le ratio de correction de l'argon atmosphérique $^{40}Ar/^{36}Ar$ (Steiger and Jäger, 1977) est le même dans le fluide incriminé, alors la correction de cet excès est possible. Cet argon hérité est souvent libéré en premier et produit par conséquent des spectres particuliers (âges plus vieux pour les premiers steps ou encore en forme de « U » associés à la libération d'inclusion fluide à basse température et d'inclusion vitreuse ou solide à haute température (Boven et al., 2001; Mark Harrison et al., 1994). Cependant, la méthode in situ ne permet pas de détecter un éventuel excès d'argon, puisqu'elle ne produit pas d'analyse répétée en un même point et donc de spectre.

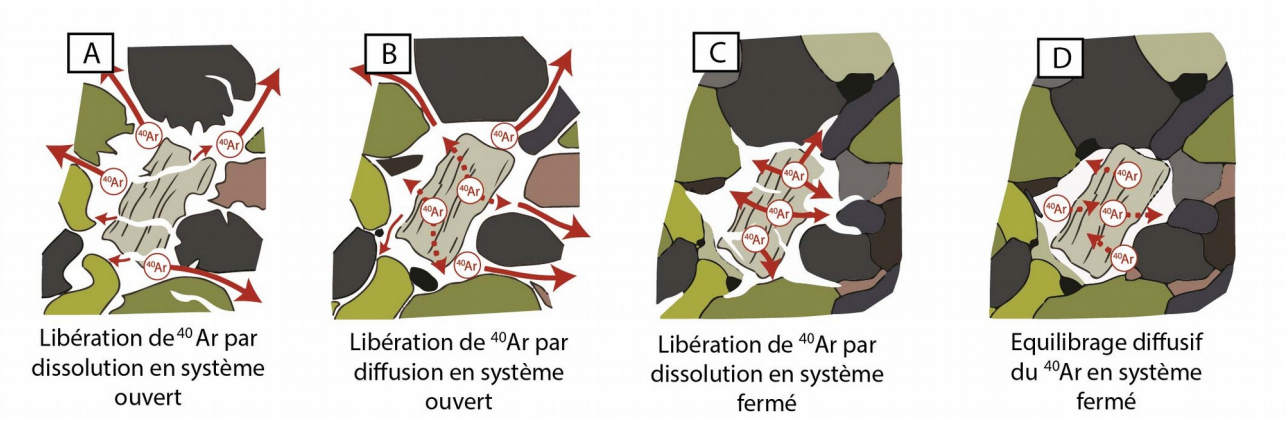


Figure 36: Modèle d'accumulation et de perte de 40Ar (réadapté de Smye et al., 2013): (a) Contrôle de l'argon par dissolution du minéral et évacuation via la porosité connectée (sytème externe ouvert); (b) Lorsque la température dépasse celle de fermeture la diffusion permet la perte d'argon et son évacuation via la porosité connectée (sytème externe ouvert); (c) Libération de 40Ar par dissolution et accummulation dans un système externe fermé; (d) Lorsque les condition de température le permettent, libération de 40Ar par diffusion et ré-équilibration des grain avec leur environnement (système externe fermé)

Un excès en argon provoqué par une circulation de fluide peut avoir aussi lieu avec un système fermé avec des échanges très limités (Di Vincenzo et al., 2006; Schneider et al., 2015). Ce qui signifie qu'aucun fluide ne circule librement dans la roche ou en tout cas sans pouvoir

s'échapper d'une zone du système externe (représenté par la roche). Cela peut aboutir à une remobilisation de l'argon des phases potassiques, puisque qu'il ne peut pas être évacué (par manque de porosité connectée, ou fractures). Il est finalement redistribué parmi les phases déjà présentes (Smye et al., 2013 ; Fig. 36). Les connexions et la circulation persistante permettent l'évacuation de l'argon hérité (Itaya et al., 2011; Scaillet, 1998).

La perte d'argon suppose une ouverture du système et peut-être provoquée par de nombreux facteurs affectant le réseau cristallin ou les conditions de P-T. La déformation ou le cisaillement des grains peut produire des défauts permettant à l'argon de sortir du système (Dunlap and Kronenberg, 2001). Une circulation de fluide peut également provoquer la perte d'une partie de l'argon accumulée dans les muscovite (Cumbest et al., 1994; Kelley, 2002; Mulch and Cosca, 2004), et de ce fait, produire des âges apparents plus jeunes. Contrairement à la diffusion de l'argon dans les biotites, il semblerait que le rapport XMg n'influence pas la température de fermeture des muscovites. La valeur est souvent corrélée aux âges, mais principalement due au rééquilibrage de la céladonite de haute pression avec des substitutions causant une baisse en Mg et hausse en Si. En revanche, une baisse du XMg influe sur la rétention de l'argon en induisant une perte d'argon et donc un rajeunissement des âges K-Ar (Scaillet et al., 1992).

4 Etude Structurale multi-échelle de la zone Axiale

L'étude des structures et processus de déformation à l'œuvre à différentes échelles dans les roches de la Zone Axiale permettra, à fortiori, de mieux contraindre l'activité des processus de localisation/délocalisation de la déformation durant la formation d'un prisme orogénique. Comme évoqué précédemment, les Pyrénées portent les traces d'anciennes déformations (compression

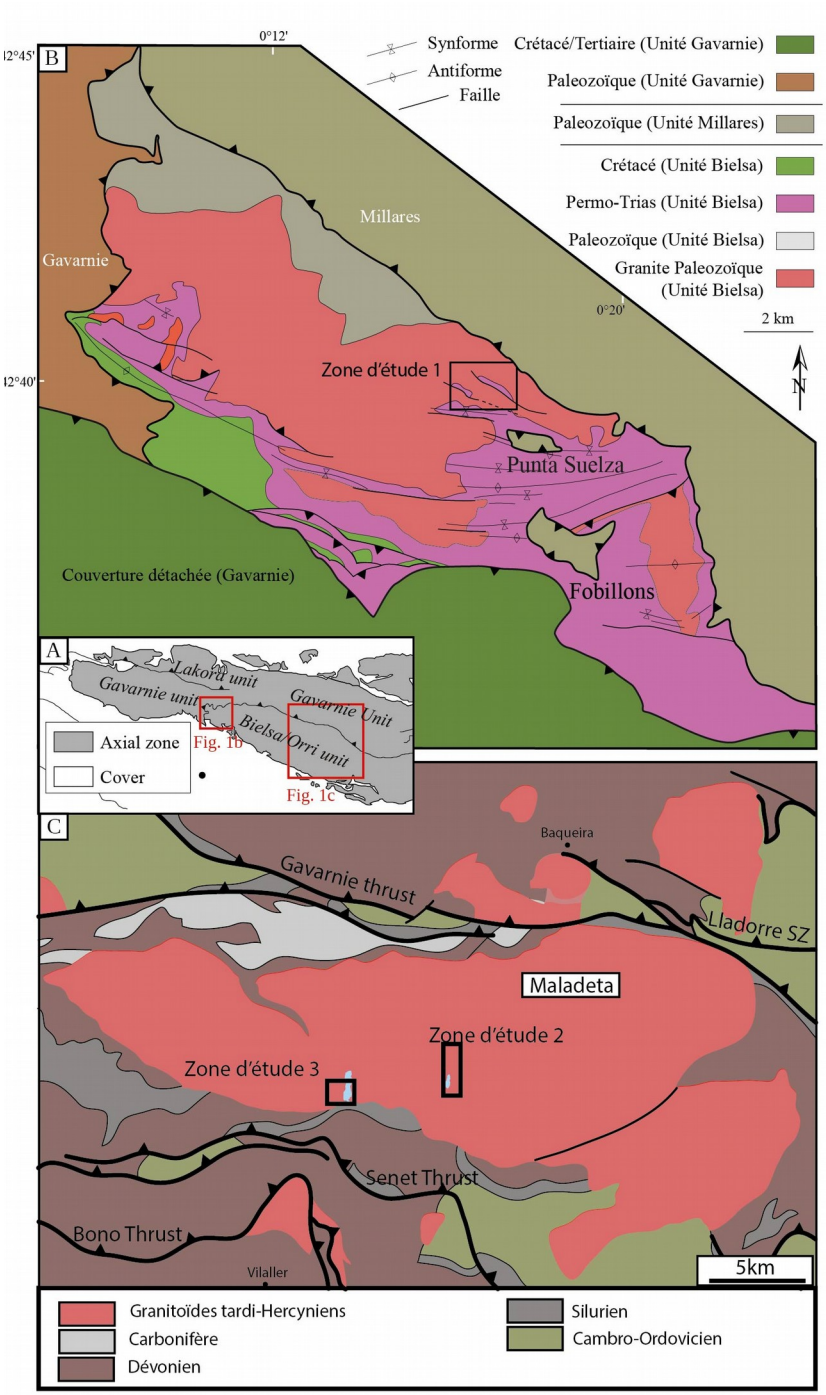


Figure 37: Carte structurales associées aux zones d'études étendues : (a) La Zone Axiale des Pyrénées et ses unités tectoniques; (b) Carte structurale du massif de Bielsa (réadaptée de Bellahsen et al., 2019); (c) Carte structurale du massif de Maladeta (réadapté de Metcalf et al., 2009 et Cochelin et al., 2018)

Varisque et extension Crétacé) et plus récemment de la collision Alpine entre les plaques Européenne et Ibérique à partir de la fin Crétacé. Cette compression permet l'accrétion de plusieurs unités tectoniques (Gavarnie-Nogueres, Lakhora, Bielsa-Millarès, Rialp et Orri) dans la Zone Axiale. Afin de couvrir le maximum de processus associés aux conditions de la transition cassant-ductile (Handy et al., 2007), une analyse structurale multi-échelle est menée dans les plutons et (méta)sédiments Paléozoïques de la Zone Axiale (Fig. 37).

4.1 Analyse structurale des zones d'étude

4.1.1 Partie ouest de la Zone Axiale : Bielsa

Dans l'ouest de la Zone Axiale le chevauchement de Larra (lié au chevauchement de Lakhora séparant l'unité du même nom de celle de Gavarnie) a affecté la couverture Mésozoïque de l'unité de Gavarnie avant que le chevauchement de Garvarnie ne provoque la migration du bassin d'arrière pays vers le sud à l'Oligocène. A cette période, l'unité de Guarga (actuellement située sous l'unité de Bielsa ; Fig. 37) est mise en place sous un ancien bassin Lutétien et contrôle sa migration vers le sud. Le chevauchement de Lakhora est moins facilement identifiable et est remplacé par une zone de déformation distribuée dans le massif de Néouvielle (Henderson and McCaig, 1996). Dans ce massif, des zones de cisaillement sont datées à environ 47±8 Ma (Wayne and McCaig, 1998), soit des valeurs similaires à celles observable sur la faille de Mérens (~50 Ma ; McCaig and Miller, 1986) dans la partie centrale de la Zone Axiale. Ces zones de cisaillement sont fréquentes dans l'ouest de la Zone Axiale et ont probablement influencé l'évolution et la mise en place des plutons (Denèle et al., 2008). Cependant, ces zones de cisaillement internes aux plutons sont réactivés durant la collision Alpine des Pyrénées, notamment dans la zone de la faille de Mérens (Denèle et al., 2008) et dans le pluton de Néouvielle (Gleizes et al., 2001).

Plus au sud l'unité de Bielsa-Millarès (Fig. 37b) prend place dans le toit du chevauchement de Gavarnie et comprend le massif granitique de Bielsa ainsi que son encaissant de roches Paléozoïques. Cette unités peut être divisées en deux : (i) Unité de Millarès ; (ii) Unité de Bielsa. Un chevauchement basal est probablement placé sous l'unité de Bielsa (Casas, 2003), mais n'apparaît pas en surface. Cependant, avant la période Miocène et son activation, l'unité de Bielsa-Millarès faisait partie de celle de Guarga. Le chevauchement de Bielsa montre également une activité à environ 15 Ma (Jolivet et al., 2007c), soit après l'activité du chevauchement de Guarga. A proximité du lac d'Urdiceto, le massif granitique/granodioritique de Bielsa est entouré par des cornéennes à andalousite liées au processus de métamorphisme de contact. Par ailleurs, cet encaissant comporte de nombreuses failles normales dont les stries montrent une extension NNE-SSW (Fig. 38a).

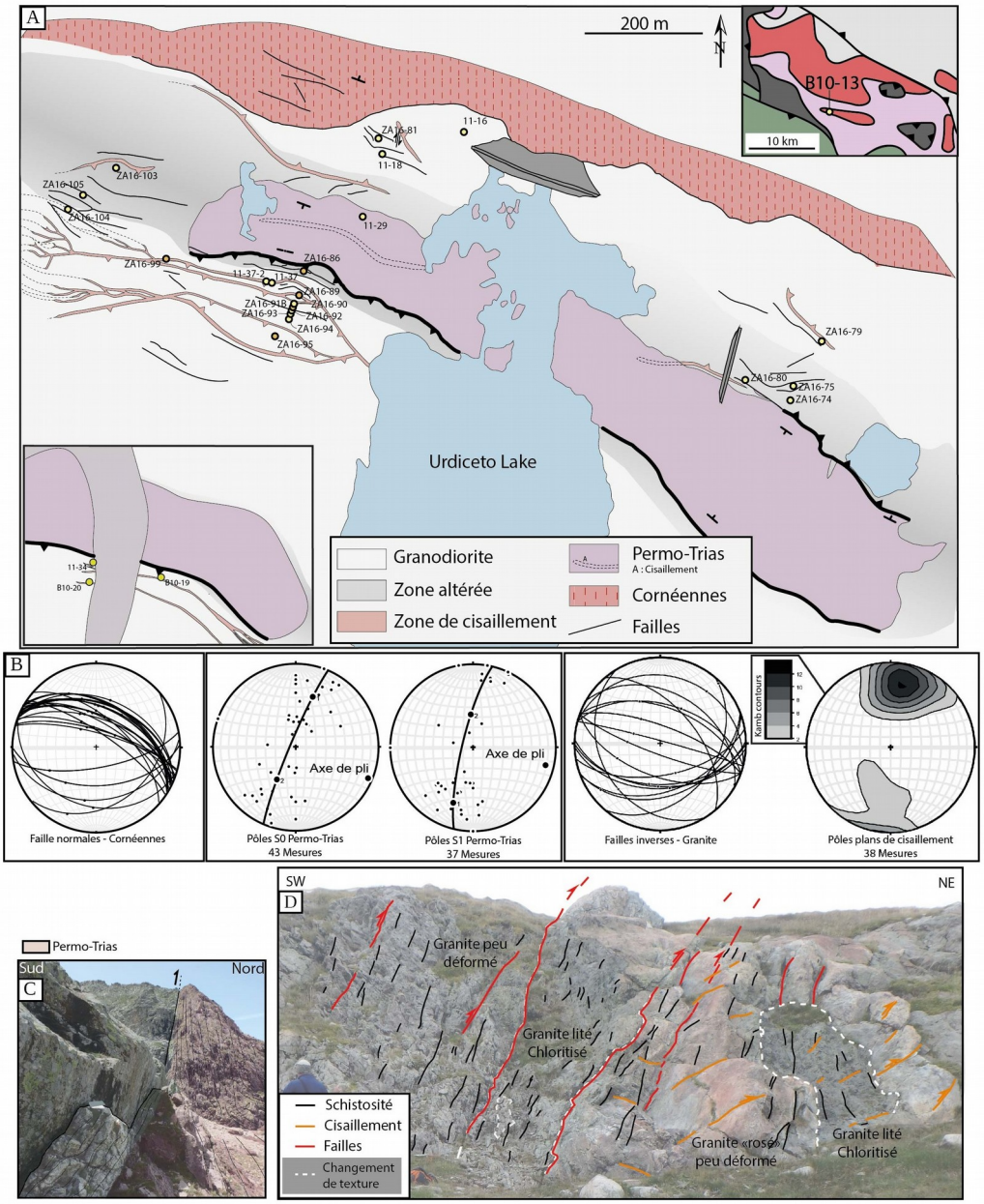


Figure 38: Analyse structurale du massif de Bielsa: (a) Carte structurale du lac Urdiceto; (b) Stéréogrammes comportant les mesures des failles normales de l'encaissant, de la schistosité du pli de Permo-Trias, ainsi que des failles inverses de du socle granodioritique; (c) Photographie du chevauchement couplé au Permo-Trias; (d) Photographie des structures granitiques schisteuses à l'ouest du lac Urdiceto

Les plis affectant les couches de Trias sont tous orientés sur un axe WNW-ESE dont les bordures sont délimitées par des chevauchements à vergence opposée (Fig. 38a-c). Les projections stéréographiques des failles inverses (Fig. 38b) montrent une orientation globalement NE-SW, ainsi que des stries suggérant un raccourcissement NW-SE. Un réseau de zones de cisaillement mylonitiques inverse d'épaisseur métrique à centimétrique associé à de multiples failles inverses à vergence NE souligne également la même cinématique de compression (Fig. 2). La formation de ces plis est liée à celle de failles normales héritées (extension Crétacé ? ; Bellahsen et al., 2019),

puis inversés durant la compression alpine. Ainsi, les structures héritées pourrait donc avoir subit une réactivation alpine. Par ailleurs, l'orientation de la schistosité du Permo-Trias plissé reste orthogonale au contact avec la granodiorite altérée.

Une zone particulièrement altérée dans le socle s'étend jusqu'à une cinquantaine de mètres autour du contact socle-Trias (Fig. 39). La déstabilisation des feldpaths et la forte porosité de ces roches supposent une circulation intense de fluide. Par ailleurs, les échantillons les plus proches du contact prend la coloration du Permo-Trias associée au fort contenu en Fe. Le déformation ductile y est plus prononcée du fait de la présence d'une schistosité pénétrative. Cette zone d'altération comprend également quelques lentilles de granodiorite plus saine à quelques mètres du contact. Ces éléments laissent à supposer une circulation de fluides post-Trias ayant altéré le pluton de Bielsa en sub-surface et facilité sa déformation par un adoucissement lithologique.

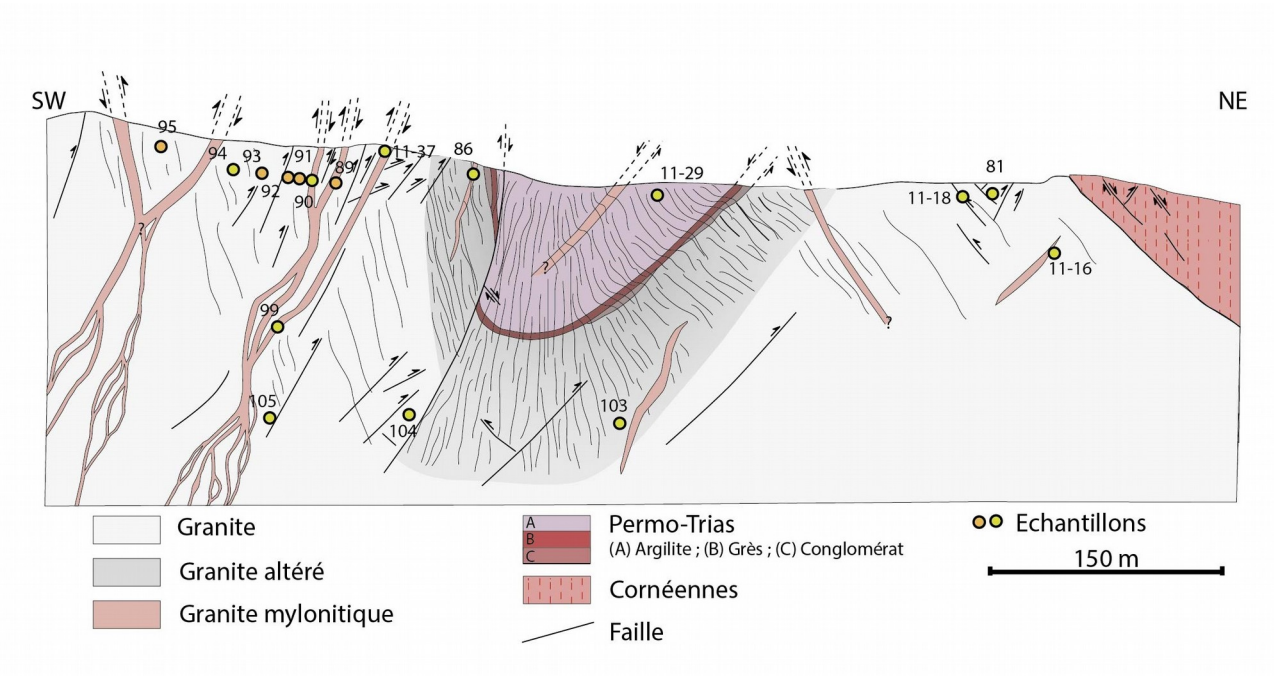


Figure 39: Coupe structurale N-S autour du lac d'Urdiceto (localisation des échantillons)

Les zones de cisaillement mylonitiques riches en phyllosilicates (phyllonitiques) varient généralement d'une gamme centimétrique à pluri-centimétrique, mais certaines d'entre elles ont une épaisseur d'un à deux mètres (Fig. 38d). Ces affleurements montrent macroscopiquement une famille de cisaillement moins raides que la schistosité (principalement au SW du lac). A l'affleurement ces zones de cisaillement métriques sont distinguables par une forte schistosité, une très faible taille de grain, voir un coloris vert sombre (liée au contenu en chlorite). A l'œil nu, un gradient de déformation est observable, mais ces variations de textures sont majoritairement séparées par des failles inverses. Le gradient de déformation observable au SW du pli Trias traversant le lac a été échantillonné (Fig. 39).

4.1.2 Partie centrale de la Zone Axiale :

4.1.2.1 Maladeta

Les massifs plutoniques ont été mis en place durant l'épisode de transpression tardi-Varisque, du moins au nord de la Zone Axiale (Bouchez et al., 1990; Soula, 1982), et a contribué à l'accommodation d'une partie de la déformation Varisque. Dans la partie centrale de la Zone Axiale, le massif granitique de Maladeta (Fig. 37c) prend place dans le toit du chevauchement de Gavarnie, soit dans l'unité d'Orri. Les données thermochronologiques de basse température montrent des populations d'ages AHe allant de 17 à 37 Ma (Gibson et al., 2007), en passant par des ages AFT à 26 à 45 Ma (Fitzgerald et al., 1999; Sinclair, 2005), et jusqu'à 50 Ma pour les ZFT (Sinclair, 2005). Ces éléments suggèrent par ailleurs un enfouissement conséquent précédent la collision alpine (Metcalf et al., 2009), puis une exhumation rapide entre fin Eocene et début Oligocene (Fitzgerald et al., 1999).

Les zones d'études montrant des zones de cisaillement internes à ce massif plutonique sont localisées à proximité du bassin de Cavallers (Fig. 37a) et du réservoir de Baserca (Fig. 37b). Contrairement au pluton de Bielsa composé de granodiorites, les roches de ces zones comprennent également des granites porphyriques à deux micas.

A proximité du bassin de Cavallers, le contact entre les lithologies (granite porphyrique à deux micas et granodiorite) est régulièrement associé à la formation de chevauchements à fort pendage (>65° ; Fig. 37a). Au nord du chevauchement à pendage sud scindant la zone (vers le centre du massif), les granites sont principalement affectés par des failles. Cependant, quelques cisaillements d'épaisseurs centimétriques impliquant de fins minéraux de quartz et de feldspath sont observables à quelques mètres du chevauchement. Dans cette zone, la schistosité observée est d'environ 75-100/80S et cisaillée sur un plan 70/45S impliquant une cinématique majoritairement senestre-inverse. L'augmentation de la taille des minéraux dans le mur à proximité du chevauchement met en évidence un gradient de déformation (Fig. 40a). Tandis qu'au sud du chevauchement, les granodiorites sont généralement peu affectées par la déformation.

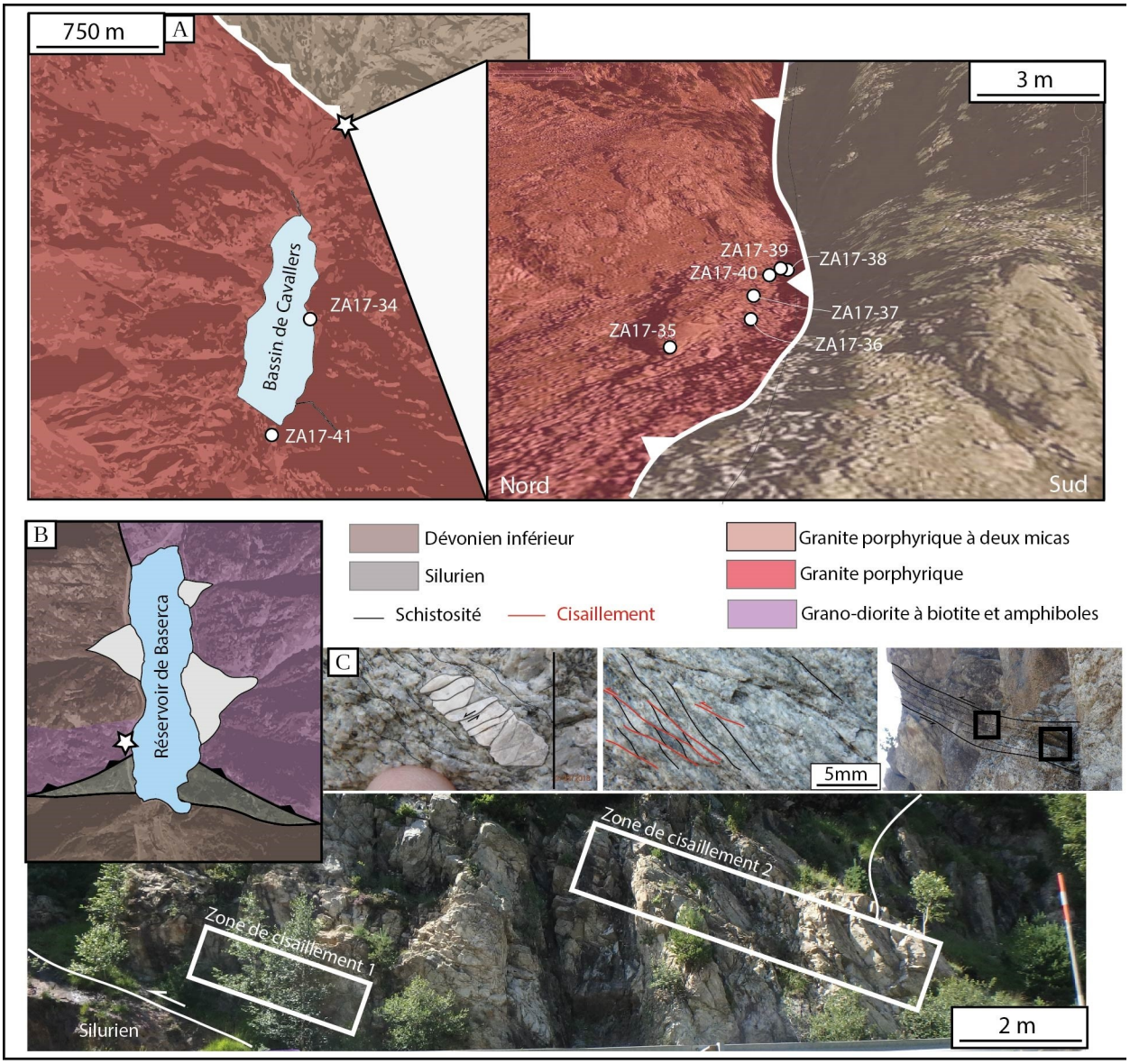


Figure 40: Analyse structurale des zones d'études du massif de Maladeta et localisation des échantillons: (a) Localisation de la zone du bassin de Cavallers; (b) Localisation de la zone du réservoir de Baserca; (c) photographies de la déformation induite par les zones de cisaillement

La seconde zone d'étude à l'ouest du réservoir de Baserca (Fig. 40b) est située à l'extrême sud du massif à quelques mètres du contact chevauchant avec les roches Paléozoïques. Un réseau de zones de cisaillement mylonitiques pluri-centimétrique est observable sur une vingtaine de mètres dans les roches granodioritiques au nord du chevauchement. Ces zones de cisaillement mylonitiques à dominante senestre ont un pendage plus faible d'environ ~40/50-30N (Fig. 40b). Certaines micro-structures identifiables à l'œil nu (Fig. 40c) montrent une cinématique inverse (formation de sigmoïdes), voire normales (cataclase des quarts).

Par ailleurs, les zones de cisaillement du massif granitique Maladeta montrent des caractéristiques similaires à celles observées dans le massif de Bassiès (Fig. 15) accolé à la faille

nord pyrénéenne. En effet, le massif de Bassiès comporte des zones de cisaillement mylonitiques d'orientation NW-SE. Ces quelques zones de largeur millimétrique à centimétrique montre une cinématique majoritairement dextre et une plus forte altération (témoignée par la prépondérance de phyllosilicates).

4.1.2.2 Analyse structurale des (Méta)sédiments Paléozoïques

Le métamorphisme à des faciès de schiste vert à amphibolitique dans les roches Paléozoïques composant la ZA peut conduire à la modification des processus accommodant la déformation. En fonction du protolithe certaines roches développent une schistosité pénétrative marquée par des phyllosilicates facilitant alors leur déformation. L'étude des (méta)sédiments Paléozoïques est découpée en l'analyse de 4 transects situés à proximité de grandes structures tectoniques.

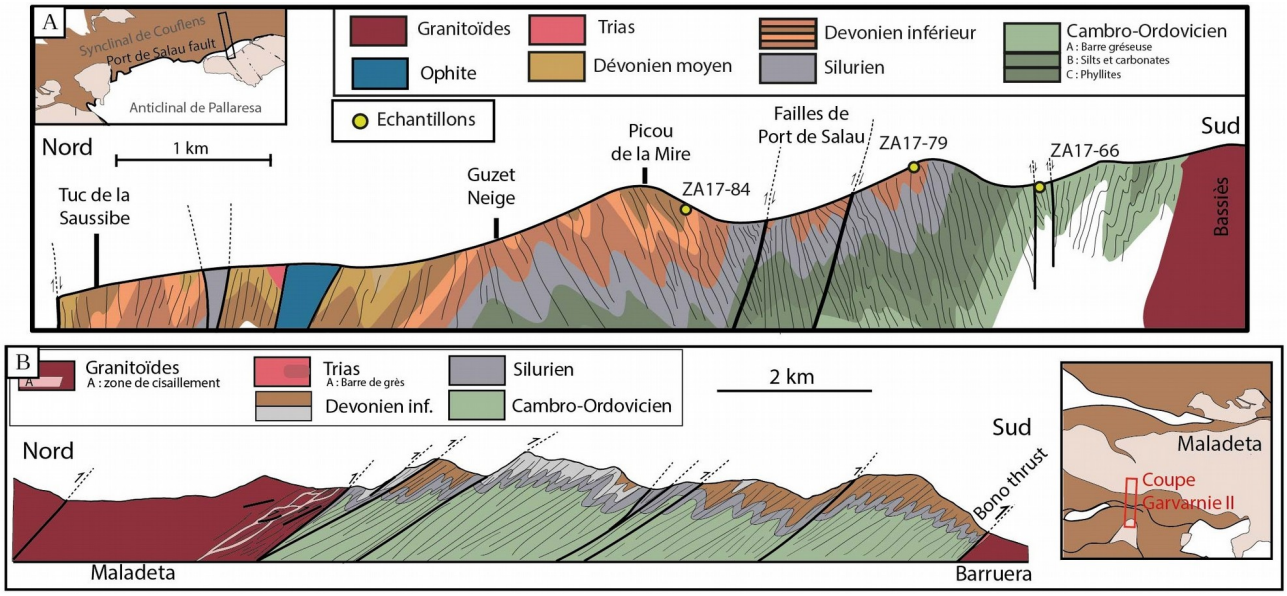


Figure 41: Analyse structurale des roches Paléozoïques aux extrémités de la Zone Axiale: (a) Faille de Port de Salau : Coupe dans l'encaissant Paléozoïque au nord du massif de Bassiès; (b) Chevauchement de Bono et organisation des structures au sud de la Zone Axiale des Pyrénées : Coupe dans l'encaissant Paléozoïque au sud du massif de Maladeta

A proximité de la bordure nord de la Zone Axiale, les roches au nord du massif de Bassiès sont des roches Cambro-Ordoviciennes schisteuses à gréseuse sur les deux premiers kilomètres, puis alternent entre calc-schistes Dévoniens (Fig. 41a). Une multitude de chevauchements sont observables entre la zone nord pyrénéenne et Bassiès. Les roches Paléozoïques sont également verticalisées (~70S) déformées au nord-ouest par un double chevauchement NE-SW à vergence sud. Cette zone comprend la faille de Port Salau qui se prolonge vers l'ouest jusqu'au massif de Marimanya. La faille de Port Salau est une structure Varisque séparant le synclinal de Couflens (Siluro-dévonien) de celui de la Pallaresa (Cambro-Ordovicien). Cette faille apparaît au début de la compression Varisque et est plissé durant la transpression tardi-Varisque (Losantos et al., 1986b).

Au sud de la Zone Axiale, le niveau structural est similaire à celui de la bordure nord et est mis en évidence par la présence de couches siluro-dévoniennes. En revanche, les structures ont un pendage moins fort et sont marquées par une schistosité parallèle aux chevauchements avec un pendage d'environ 30°NNW (Fig.41b). Le transect proposé Fig. 41b se situe entre le sud du massif de Maladeta et le massif de Barruera et permet l'observation d'une succession de chevauchements faiblement pentés et à vergence sud. Ces derniers permettent l'exhumation des roches du socle sur la couverture post-carbonifère. Ces chevauchements recoupent régulièrement les niveaux siluriens, voir les dépôts préservées Permien à Trias comme le chevauchement de Bono (Fig. 41b).

Au centre de l'anticlinal de la Pallaresa (au niveau du profil ECORS-Pyrénées), la zone de cisaillement de Lladorre affecte des grès et conglomérats Paléozoïques. Cette dernière est mise en place durant la période tardi-Varisque (Capella and Carreras, 1996; Cochelin et al., 2018). Cependant, cette structure est également considérée comme le prolongement de la faille de Mérens, qui est réactivée durant la compression alpine (McCaig, 1984). Cette superposition d'événement et de conditions P-T en font une zone d'étude particulièrement intéressante.

Cependant, le parallélisme entre les différentes phases de déformation (Carreras and Debat, 1996; Deramond and Rambach, 1979), ainsi que l'hétérogénéité de répartition des lithologies (e.g. massifs plutoniques « rigides »), induisent des variations dans l'orientation des structures au sein d'une même unité tectonique. Pour cette raison, il est important d'observer l'évolution de cette structure en plusieurs transect.

Le transect Gavarnie I est localisé au nord du massif de Maladeta (Fig. 42a) dans les formations Paléozoïques. La structure est plus complexe qu'à l'Est comme l'attestent les failles normales et chevauchements avec un fort pendage nord (Fig. 42b). Les structures compressives sont distribuées sur une large distance (jusqu'à plusieurs centaines de mètres). Vers le sud, nous pouvons retrouver des plissements indiquant une extension (Fig 42_{A1}). Plus au nord, ces structures sont remplacées par des cisaillements à cinématique inverse (Fig. 42_{A2-3}), ainsi que par des veines de quartz déformées (Fig. 42_{A4-5}).

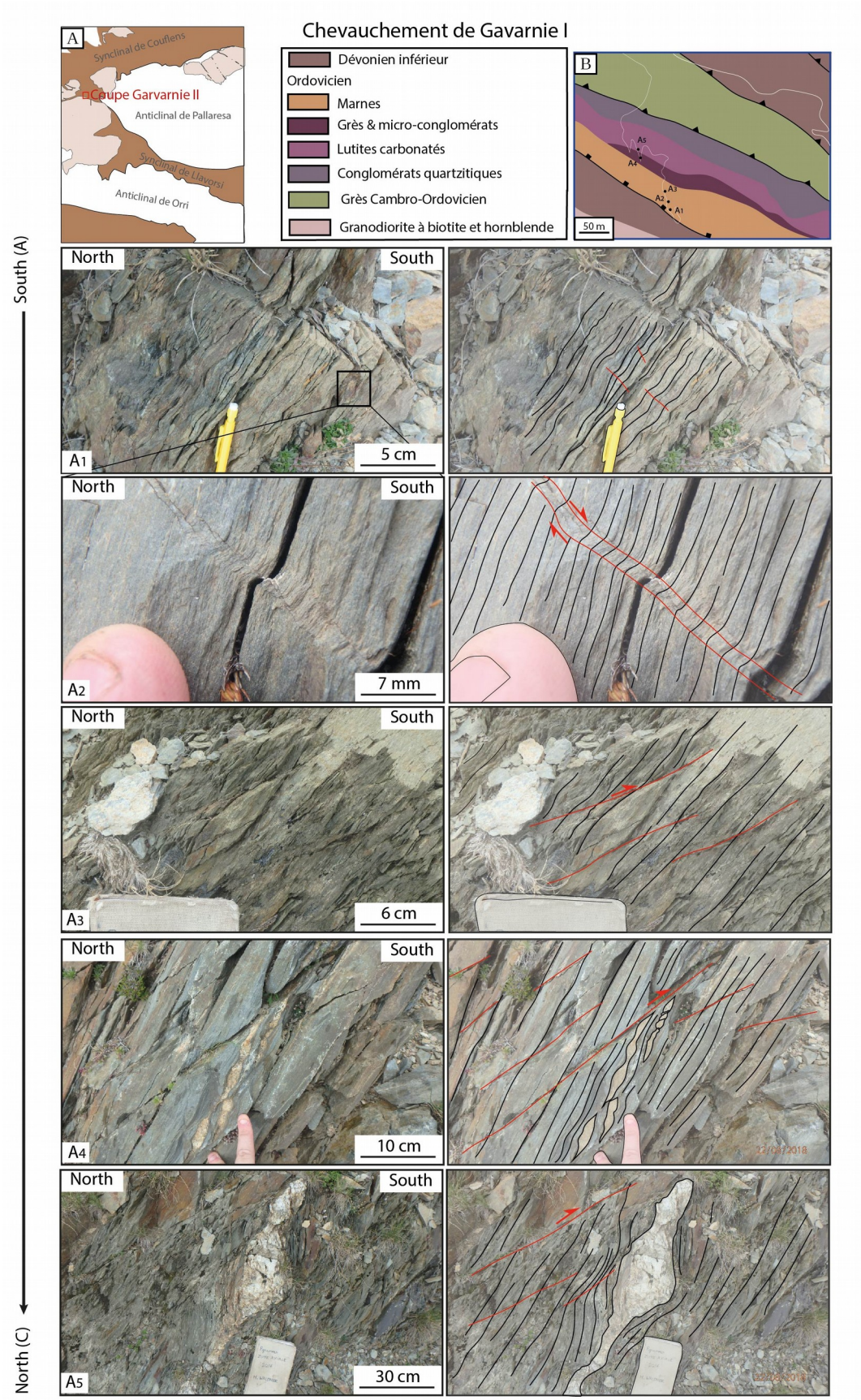


Figure 42: Photographies de roches à proximité du chevauchement de Gavarnie I:(a) Localisation de la zone étudiée; (b) Localisation des affleurements; (a1-5) photos

Le transect Gavarnie II se situe sur le prolongement Est du chevauchement éponyme (Metcalf et al., 2009; Mouthereau et al., 2014), aussi appelé chevauchement d'Arcabell. Ce dernier sépare l'anticlinal de Pallaresa du synclinal de Llavorsi et est souvent supposé Varisque (Casas et al., 1989). La déformation associée est observable sur plusieurs centaines de mètres dans les (méta)sédiments Paléozoïques. En effet, de multiples plissements de la schistosité riche en phyllosilicates (Fig. 43) ou de veines, ainsi que de nombreuses failles inverses, attestent d'une déformation similaire au nord du chevauchement. Le pendage de la schistosité est par ailleurs très réduit en comparaison du transect de Gavarnie I évoqué précédemment, puisqu'il passe de 60 – 70° à des valeurs inférieures à 50° pour une orientation similaire. Ce qui montre une variation latérale importante dans la Zone Axiale. En revanche la bordure sud du synclinal Dévonien est bordé par le chevauchement de Llavorsi. Ce dernier est également Varisque (Casas et al., 1989), mais également interprété comme actif durant la phase de déformation alpine (Vergès et al., 2002) et comme faille normale durant l'extension Crétacé (Casas et al., 2007).

Ces éléments mettent en évidence : (i) une variation de pendage des structures du nord au sud de la Zone Axiale (Cochelin et al., 2018) ; (ii) un possible contrôle de l'abondance des chevauchements en fonction du type de roche et du métamorphisme (une schistosité marquée, phyllosilicates..). Par ailleurs, plusieurs échantillons ont été récoltés à proximité des structures majeures au sein des roches Paléozoïques sédimentaires et métamorphiques, afin d'identifier les microstructures associées aux gradients de déformation.

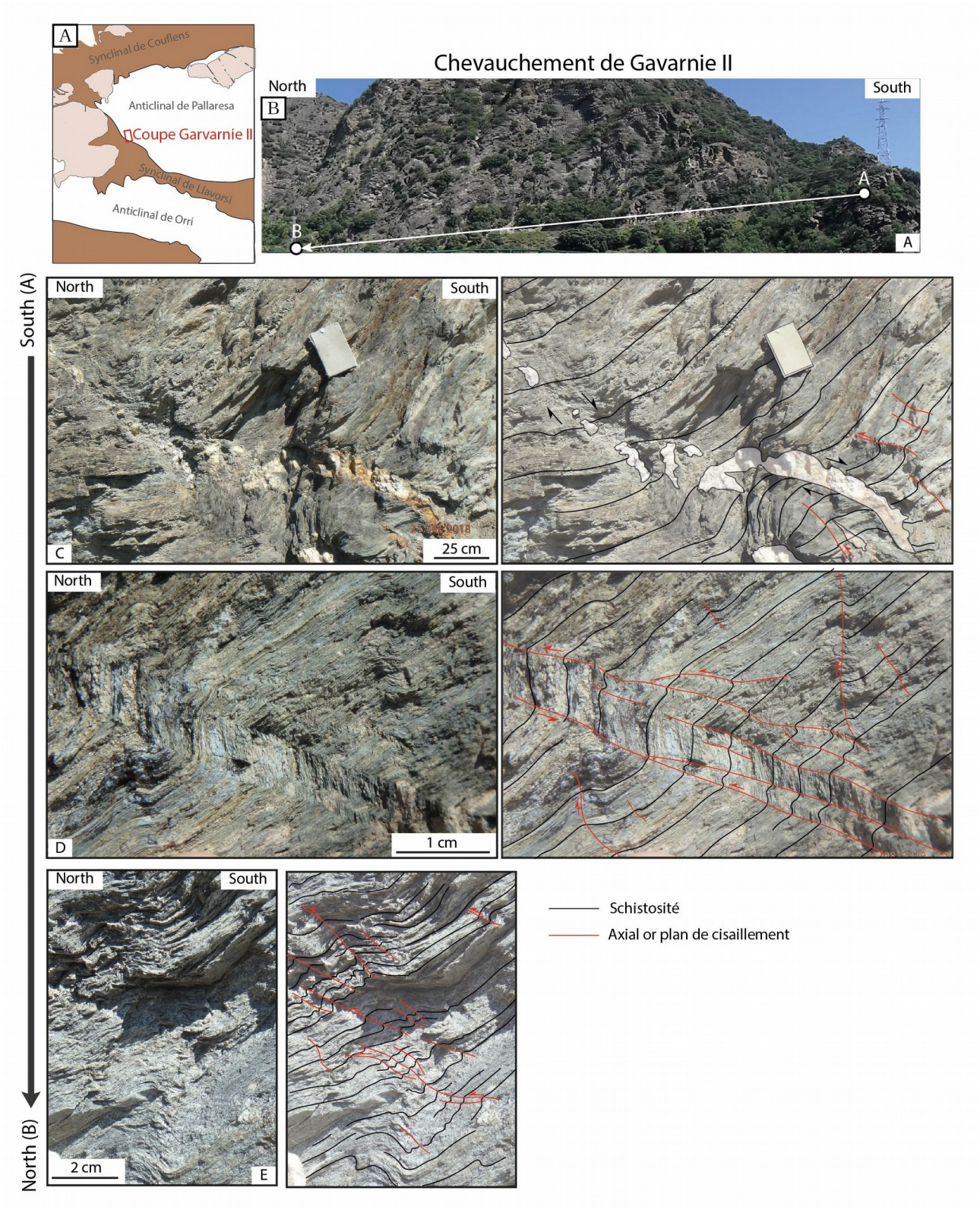


Figure 43: Photographies de roches à proximité du chevauchement de Gavarnie II (plus à l'est): (a) Localisation de la zone étudiée; (b) Localisation de la coupe ; (c) veine de quartz cisaillée; (d-e) cisaillement inverse à vergence nord (respectivement fracturation et glissement inter-couches)

4.2 Analyse texturale et microstructurale

Cette analyse au microscope optique porte sur les échantillons du massif de Bielsa, de Maladeta, ainsi que des roches (méta)sédimentaires Paléozoïques et vise à identifier les assemblages minéralogiques principaux, ainsi que les mécanismes de déformation et l'évolution texturale.

4.2.1 Lac Urdiceto – Bielsa

Les roches provenant du massif de Bielsa sont des granodiorites altérées montrant des textures diversifiées. Elles peuvent être classées en six groupes. Les roches prélevées dans les gradients de déformation de Bielsa sont : (i) des granodiorites, (ii) des granodiorites altérées, (iii) des micro-brèches, (iv) des phyllonites I caractérisées par des agrégats de mica fins (< 100 µm), (v) des phyllonites II (composées d'une matrice de phyllosilicates aciculaires), (vi) des cataclases.

Les granodiorites représentent le socle de Bielsa (B10-20 ; Fig. 44a, b) et ne comportent pas de déformation ou d'altération marquée. De manière générale, elles conservent la texture du protolithe avec une répartition homogène de phases magmatiques de grande taille. En effet, les quartz gardent une taille d'environ 1 à 2 mm et des faces anguleuses bien définies. Nous notons la présence d'amphiboles et de biotites majoritairement stables. Cependant, la déstabilisation des feldspaths, bien que peu marquée, reste omniprésente et produit quelques micas (< 5%) d'une taille estimée entre 2 et 120 µm (voir Chapitre 5). Cependant, une grande partie de ces roches témoigne d'une légère altération, et une déformation marquée par quelques rares processus de bulging, de fracturation ou de fins flux cataclastiques.

Les granodiorites altérées (ZA16-74 ; ZA16-104 ; ZA16-92) sont principalement visibles à proximité du contact Trias (Fig. 38a). Ces roches conservent la pétrologie initiale une répartition homogène des phases comprenant feldspaths, biotites et amphiboles (Fig. 44c, e). Les feldspaths jouent le rôle de « squelette » pour la nouvelle génération de muscovites fines (respectivement de 30-100 µm, 20-35 µm et 50-80 µm pour ZA16-92, ZA16-74 et ZA16-105) formées par séricitisation. Ces roches comportent une schistosité pas/peu marquée (Fig. 44c, d, e), notamment par les gros quartz magmatiques (ɵ ~ 1,1-2 mm ; Fig. 44d, c, e). Ces derniers montrent des faces moins bien définies et une allure corrodée (Fig. 44e). Cependant, la déformation interne (extinction roulante, voire lamelles de déformation ; ZA16-74), les processus de recristallisation dynamique (tels que le bulging) et la fracturation y sont plus intenses. Nous retrouvons donc des granodiorites avec des grains dont le contour comporte des faces plus rarement anguleuses et semblent

« corrodées » par l'altération. Quelques chlorites cisaillées peuvent également témoigner de la déformation et sont associées à certaines muscovites cristallisant dans les plans de clivages (Fig. 44c).

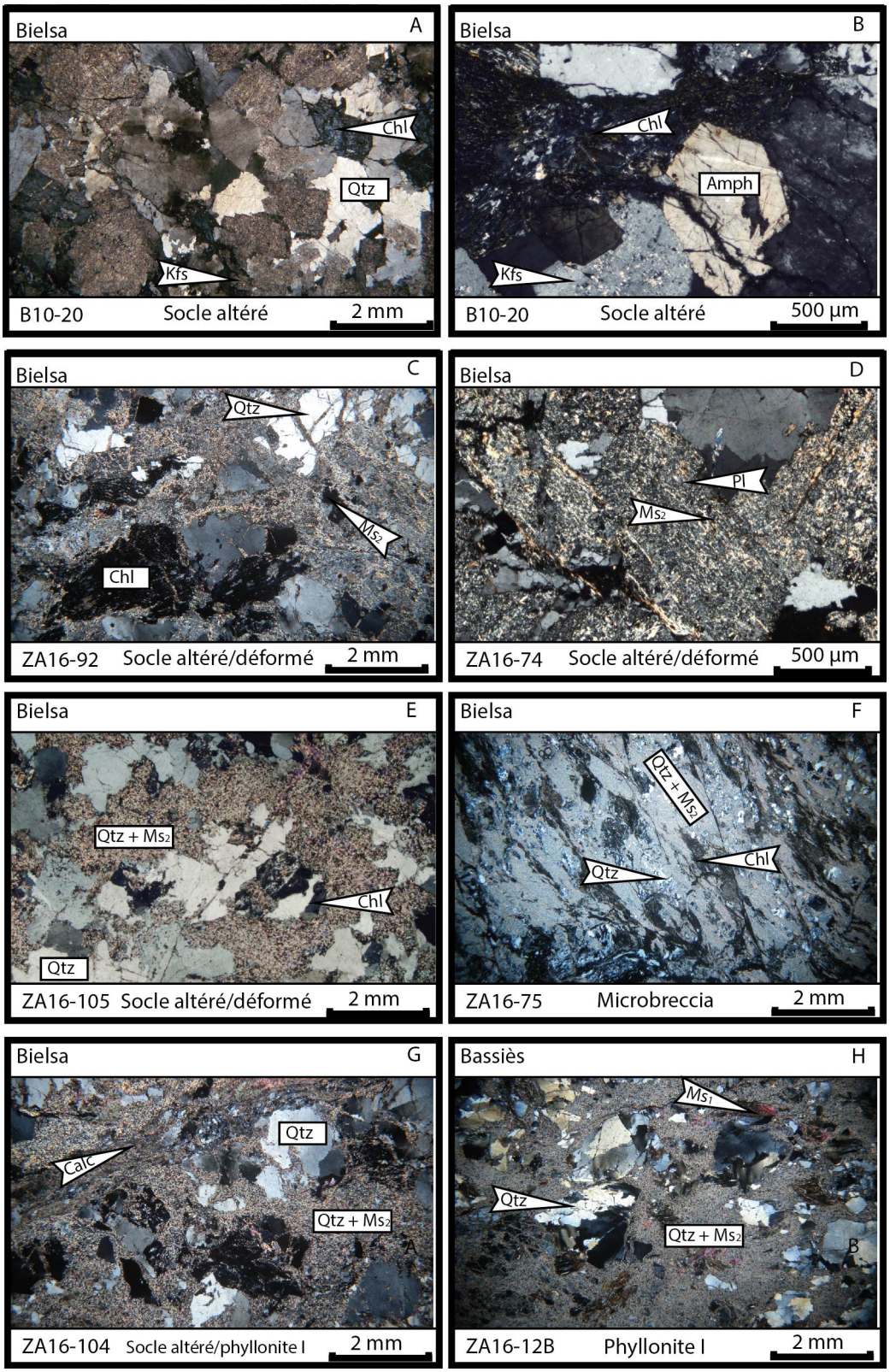


Figure 44: Classification des textures et assemblages relatifs aux roches du massif plutonique de Bielsa

Les « microbrèches » consistent en des granodiorites altérées fracturées (ZA16-75, ZA16-79 et ZA16-103). La texture protolithique est conservée et comprend de larges quartz arrondis ou légèrement allongés (ϴ ~ 1-1,5 mm). Cependant, les bandes de cisaillements et fractures supposent l'interconnexion des mêmes phases, marquant ainsi la schistosité (Fig. 44f ; ZA16-75). Les quartz accommodent la déformation via différents processus, notamment la déformation plastique interne et le bulging. La disparition des amphiboles est complète et les chlorites forment une couronne d'altération autour des biotites partiellement altérées. Par ailleurs, les fractures et bandes de cisaillement rendent la répartition des minéraux hétérogène. Les feldspaths ne montrent aucune macle de déformation et jouent le rôle de squelette pour les muscovites néoformées. Les micas fins (respectivement 5-35 µm, 80 µm et 20-50 µm pour ZA16-75, ZA16-103 et ZA16-79) sont plus nombreux et commencent à former des agrégats représentant ~15-20 % de l'échantillon.

Les phyllonites I (B10-13 et ZA16-86) sont composées d'agrégats de micas blancs interconnectés formant une matrice cisaillée et marquée par une réduction de taille de grains. Cette matrice supporte des agrégats de quartz arrondis montrant une déformation interne significative (quelquefois du bulging ; 11-37-2) et fracturation (Fig. 44i, j). En effet, une extinction ondulante et des lamelles de déformation sont observables sur les grains les plus grossiers. La schistosité est principalement marquée par la connexion des agrégats de phyllosilicates représentant entre 25 et 40 % de la roche, ainsi que par l'allongement des agrégats de quartz (~ 0,5 – 1,5 mm de long) ou encore les minéraux de chlorite. Les amphiboles, biotites et feldspaths sont totalement déstabilisées. En plus des micas blancs fins Ms_2 (respectivement 30-60 µm, 10-40 µm et 80-100µm pour B10-13, ZA16-86 et 11-37-2) constituant les agrégats, des micas de grande taille Ms_1 (entre 200 et 500 µm) sont également observables. Ces derniers sont souvent ponctués d'oxydes probablement liés à la déstabilisation des chlorites, qui montrent parfois (Fig. 44k) une teinte rouge violacée héritée de la couverture Trias située à quelques mètres. Par ailleurs, le processus de phyllonitisation associé à cette texture au sommet du socle granodioritique peut probablement être étendu à l'entièreté du massif. En effet, l'échantillon B10-13 situé à kilomètres vers l'ouest (Fig. 38a) dans un contexte similaire montre le même type de texture.

Les échantillons ZA16-104 et 11-18 comportent des caractéristiques liées aux granodiorites altérée et aux phyllonites I. En effet, une grande quantité de micas Ms_2 pourrait empêcher l'identification de feldspaths jouant le rôle de « squelettes » sous les agrégats. Dès lors, la distinction entre granodiorites altérées et phyllonites I devient moins évidente.

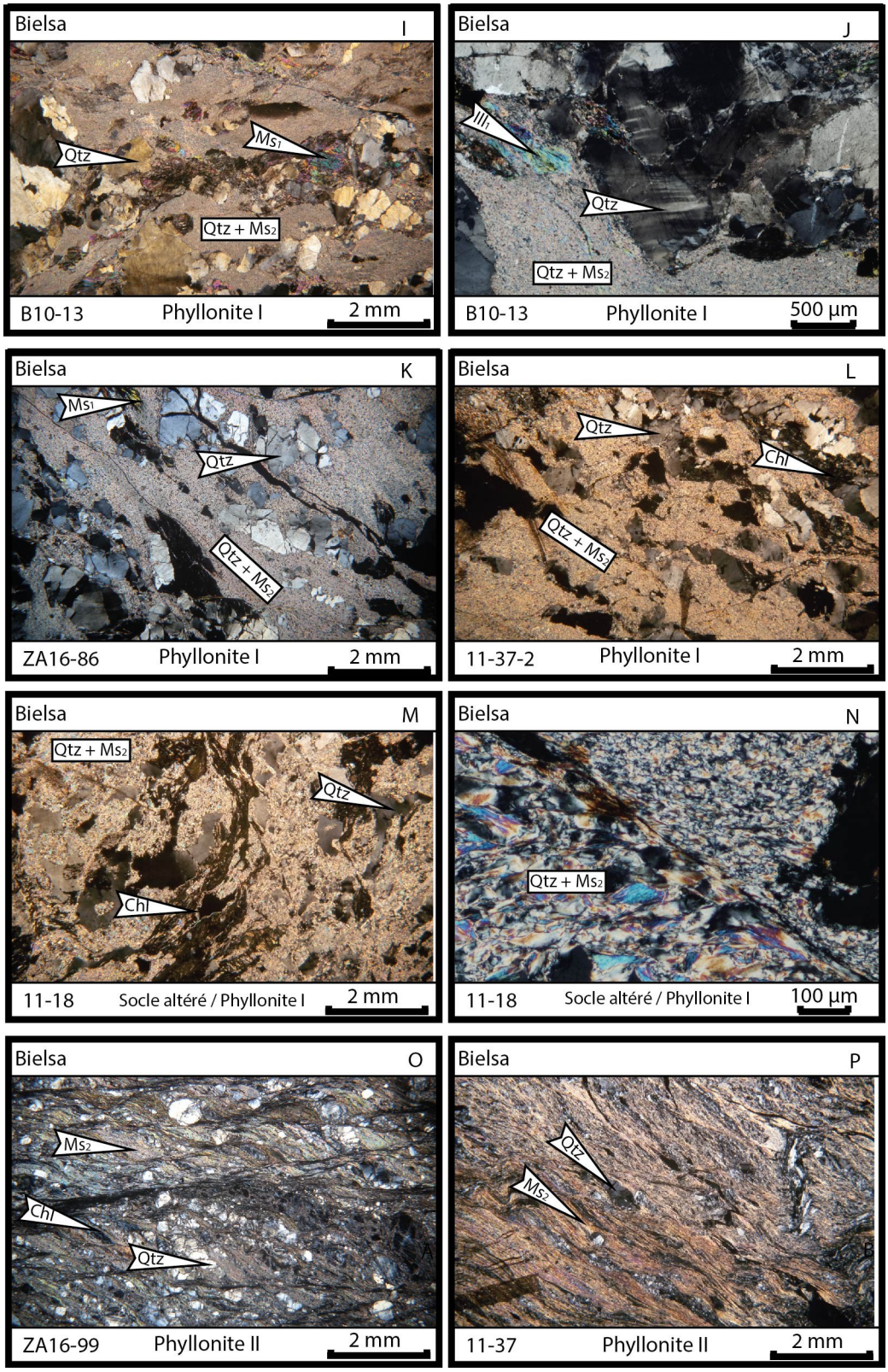


Figure 44 (Continuation): Classification des textures et assemblages relatifs aux roches du massif plutonique de Bielsa

ZA16-104 (Fig. 44g) est située dans une zone de faille en contre-bas du contact Socle-Trias. Les quartz sont corrodés, parfois arrondis, mais ne sont pas tous organisés en agrégats. La déformation n'est probablement pas assez intense pour regrouper tous les quartz, même si quelques fractures

mises en évidence par la cristallisation de calcite sont observables. Les agrégats sont assez fins et regroupent des micas blancs Ms_2 (environ 140 µm). Néanmoins, quelques feldspaths pourraient subsister dans les agrégats même si aucun macle de déformation n'est observable.

11-18 est également situé dans une zone de faille au nord du pli de Trias (Fig. 44m, n). La faible schistosité est principalement marquée par les chlorites et oxydes cisaillées. Cependant, la très forte altération marquée par l'importante fraction de micas blancs fins Ms_2 (entre 20 et 110 µm), représentant près de 40 % de cet échantillon, ne permet pas de classer cet échantillon dans une catégorie précise. Quelques rares feldspaths potassiques persistent au milieu des larges plages de micas blancs comportant quelques bandes de cisaillement. Ces éléments rendent cet échantillon difficile à classer entre une phyllonite I et une granodiorite altérée.

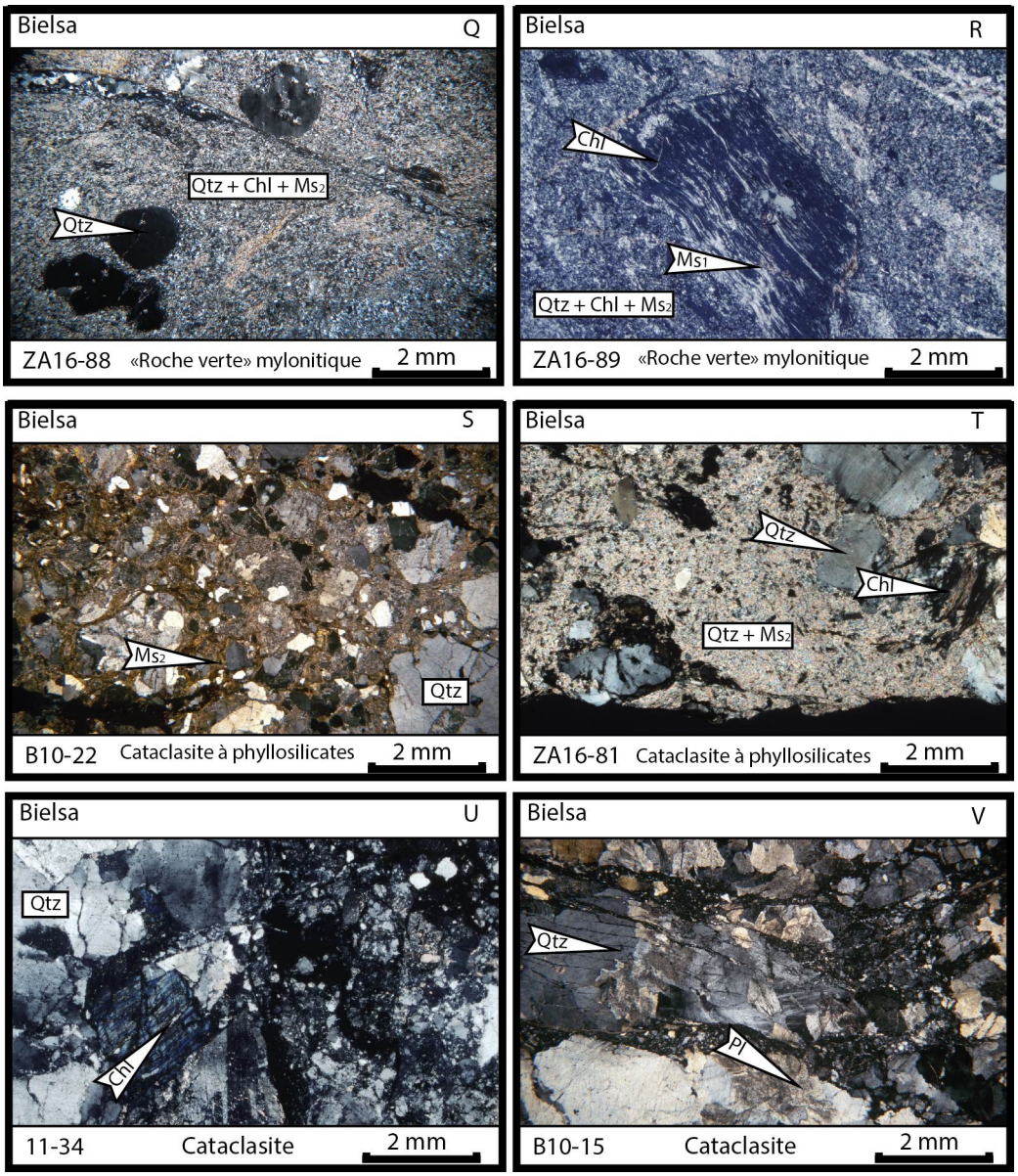


Figure 44 (Continuation): Classification des textures et assemblages relatifs aux roches du massif plutonique de Bielsa

Les cataclasites sont représentées par les échantillons 11-34, B10-19A, et B10-15 (Fig. 44u, v) et sont majoritairement localisées à quelques centaines de mètres au SW du lac Urdiceto. Ces roches sont composées de quartz, de feldspath peu altéré, de quelques rares micas blancs et de larges chlorites (300 – 700 µm) stables et non déformées. Les échantillons présentent une intense fracturation ; ils conservent toutefois une texture protolithique bien définie avec des phénocristaux de quartz et des feldspath anguleux. Des bandes cataclastiques composés de fragments de minéraux sans direction d'allongement préférentielle (SPO ou Shape Preferred Orientation ; entre 10 et 25% des échantillons) sont également observables. Quelques macles de déformation dans les feldspaths, ainsi qu'une déformation interne des quartz (extinction roulante) témoigne également de la déformation.

Certaines textures inclassables (Lac Urdiceto, Bielsa) ne correspondent pas à la classification développée plus haut. Ces textures soulèvent des questions concernant le protolithe, ainsi que les processus micro-structuraux en œuvre.
Les roches mylonitiques « vertes », comme ZA16-89 ou ZA16-88 (Fig. 44q, r), que l'on retrouve parfois sous la forme de zone de cisaillement, présentent une texture très éloignée de celle des phyllonite I et II. Cependant, ces roches présentent également une importante fraction de phyllosilicates sous la forme de chlorite et de quelques micas blancs. De plus, ces roches contienent également une large fraction de quartz. Les minéraux restent très fins (< 40 µm) et présentent des agrégats quartzitiques formant des reliques d'anciens minéraux. La schistosité est relativement forte et principalement marquée par les pseudomorphes, ainsi que l'allongement des phyllosilicates. Cette texture fait état d'une déformation intense, mais sans faire appel au même protolithe et microstructures. En effet, ces roches pourraient avoir pour protolithe une des intrusions volcaniques mélanocrates que l'on peut retrouver dans le massif de Bielsa.

En résumé, les textures et microstructures sur le transect d'Urdiceto. le socle granodioritique est légèrement déformé comme en atteste l'extinction ondulante du quartz (ZA16-95 ; Fig. 45a) et quelques rares fractures passant principalement par le quartz. Un faible bulging du quartz, et une légère fracturation des les feldspaths potassiques les plus altérés sont observables. Les « microbrèches » ou les granodiorites altérées et déformées présentent des caractéristiques similaires, soit un un réseau de fractures traversant les phases les quartz. Ces derniers peuvent former des lamelles de déformation (ZA16-93 ; Fig. 45b) perpendiculaires aux inclusions fluides. Les albites forment des macles de déformation, tandis que les feldspaths-K se fracturent.

Une faible altération permet l'apparition de cataclasites dans lesquels plusieurs « flux cataclastiques » contenant quartz, feldspath, calcite et quelques chlorites (11-34 ; Fig. 45c) sont observables. Les plus larges quartz montrent une forte fracturation, mais une extinction faible. Le réseau de fractures est « cicatrisé » par un processus de bulging (Blanpied et al., 1995).

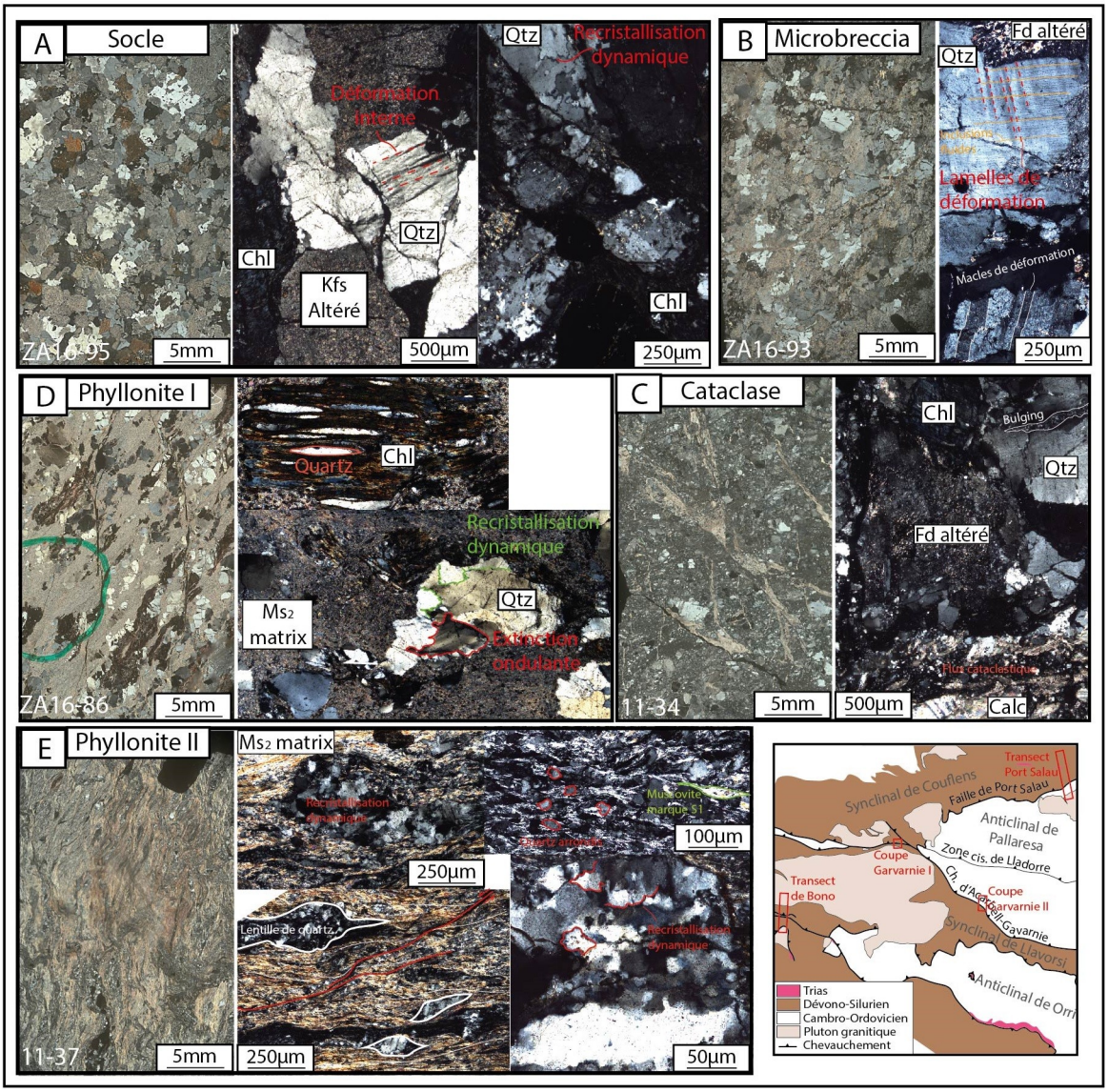


Figure 45: Textures échantillonnées dans le massif de Bielsa: (a) Granodiorite altérée peu déformée; (b) Granodioritée altérée et déformée; (d) Cataclasite; (c) Phyllonite à agrégats de micas; (e) Phyllonite

Pour une forte altération, les feldspaths-K sont déstabilisés en muscovites Ms_2 (soit Ms_1 les muscovites les plus grosses/anciennes) et permettent ainsi la formation de phyllonites I. Ces dernières favorisent la formation de zones de cisaillement dans les agrégats de muscovite néoformés constituant la matrice. Les quartz sont arrondis et rassemblés (favorisé par le cisaillement de la matrice) et se déforment par via un processus de recristallisation dynamique (Fig. 45d ; probablement favorisé par la circulation de fluides), de déformation interne (extinction ondulante, voire lamelles), ainsi que de fracturation. Les phyllonites II sont également observables et montrent

de fréquents cisaillements dans la matrice phyllosilicatée, mais également une forte déformation des quartz. Ces derniers montrent une recristallisation dynamique par migration des joints de grains (11-37 ; Fig. 45e), mais également une déformation plastique permettant un léger allongement. Quelques un flux cataclastiques sont également observables au microscope optique ; La schistosité n'y est marquée que par les muscovites aciculaires.

4.2.2 Massif plutonique de Maladeta

Les roches du massif de Maladeta (Fig. 40) présentent des textures similaires à celles des roches du massif de Bielsa. En revanche, les zones de cisaillement mylonitiques sont pauvres en phyllosilicates. La liste des textures définie par les échantillons comporte également 6 catégories : (i) le socle ; (ii) le socle altéré ;(iii) les « microbrèches » ; (iv) les phyllonites I (comportant des agrégats de muscovite) ; (v) les mylonites ; (vi) les cataclasites. Les échantillons de Maladeta montrent un protolithe correspondant à un granite à deux micas (ainsi que quelques granites porphyriques au sud de la zone du bassin de Cavallers). Par conséquent, le protolithe des transects est composé de quartz, feldspath-K, Albite, ±biotite, et ±muscovite.

4.2.2.1 Bassin de Cavallers

Le bassin de Cavallers constitue la première zone d'étude dans le sud de Maladeta (Fig. 40a), et comporte 7 échantillons couvrant une large gamme de textures. Le transect se situe à proximité d'un chevauchement interne au pluton de Maladeta et son gradient de déformation de quelques mètres permet le passage d'un granite à deux micas altéré à une mylonites en passant par une « microbrèche ».

Le socle de Maladeta est représenté par la roche ZA17-34 (Fig. 46a) et a été prélevée à proximité du bassin de Cavallers. Ce granite contient de larges quartz (~3mm) et feldspaths (~2mm) peu ou pas altérés avec des faces bien définies. Cependant, les biotites sont entourées de couronnes de réaction contenant de la chlorite. L'échantillon n'est marqué par aucune déformation hormis quelques fractures éparses, notamment dans les quartz.

Les cataclasites de Maladeta sont représentée par l'échantillon ZA17-41 collecté au sud du bassin de Cavallers. Ce dernier montre une intense déformation marquée par les grains de quartz et feldspaths fins (< 500 µm ; Fig. 46g). Ces roches comportent également une matrice fins quartz et chlorites (< 100 µm). Aucune orientation préférentielle (SPO) n'est observable sur les grains de quartz ou feldspath, qui sont arrondis et fracturés. Par ailleurs, cette roche ne contient aucune marque de réelle altération (e.g., micas blancs par altération des feldspaths).

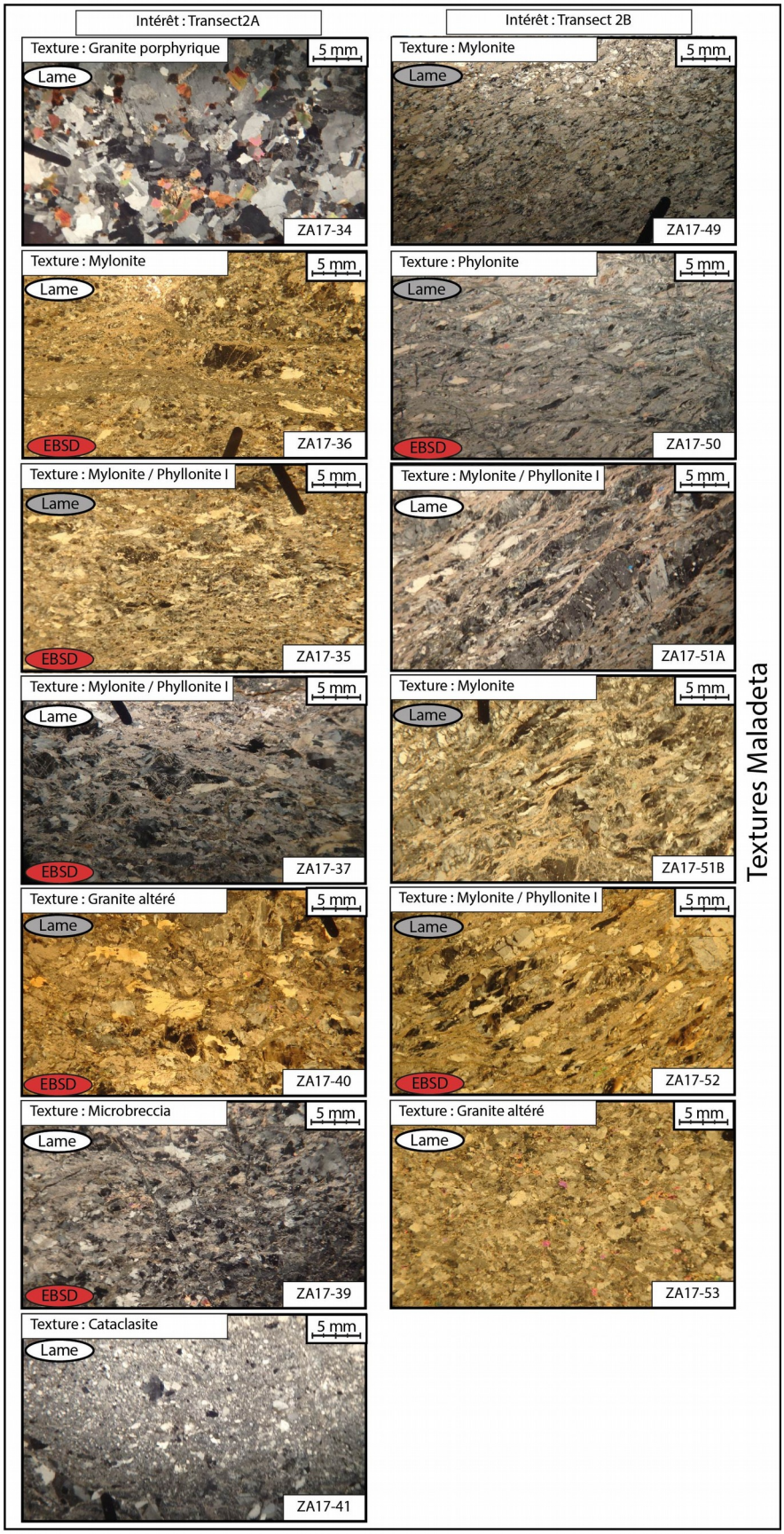


Figure 46: Classification des textures et assemblages relatifs aux roches du massif plutonique de Maladeta

Les granites altérés sont représentés par l'échantillon ZA17-40 (Fig. 46e). La roche contient des minéraux grossiers notamment les muscovites et quartz (> 5 mm), et dans une moindre mesure les feldspaths (~2mm). Ces derniers montrent une forte altération et forment de fins micas blancs (< 80µm).

La « microbrèche » se trouve à proximité du chevauchement et est représentée par ZA17-39 (Fig. 46f). Cette roche présente une schistosité bien plus marquée notamment par l'allongement de certains quartz, ainsi que l'interconnexion, par le jeu des fractures, des feldspath-K altérés. L'altération de ces derniers produit également une génération de micas fin (< 30µm) à leur surface suivant l'orientation des clivages. La taille des minéraux de quartz et feldspath est souvent inférieure à 2 mm.

Les mylonites, telles que ZA17-36 (Fig. 46b), ne présentent que peu d'altération. Cependant, l'intense déformation est marquée par une forte schistosité mise en évidence par de larges muscovites, ainsi que par la présence de niveaux riches en calcite et fines muscovites (principalement cristallisées dans les fractures) entre les quartz légèrement allongés. De plus, la taille réduite des grains (< 1 mm, voir < 400 µm), particulièrement dans les bandes de cisaillement (~ 30 µm), témoigne de l'intensité de la déformation.

Les phyllonites I du bassin de Cavallers sont représentées par les roches ZA17-35 (Fig. 46c) et ZA17-37 (Fig. 46d). En effet, ces roches comportent une forte altération des feldspath-K induisant la formation d'agrégats de micas fins interconnectés. Cette roche présente de multiples feldspaths jouant le rôle de « squelette » pour la roche, ainsi que de larges quartz (jusqu'à 7mm) et muscovites (~3 mm).

4.2.2.2 Réservoir de Baserca

Six échantillons proviennent du réseau de zones de cisaillement inverses à vergence sud, à l'ouest du réservoir de Baserca (Fig. 40b). Ces roches varient d'une texture de socle altéré jusqu'à la formation de mylonites. Certaines zones de cisaillement montrent un métasomatisme intense permettant la formation d'une texture phyllonitique I sur une dizaine de mètres de distance (Fig. 40b).

Le granite altéré est représenté par ZA17-53 (Fig. 46m) et apparaît dans une zone de faille entre deux cisaillements à proximité du contact avec les roches Paléozoïques. Cette roche comporte des grains bien moins gros (< 2 mm) que dans les roches non altérées de Cavallers. Les feldspaths sont très altérés et forment une grande quantité de micas fins venant s'ajouter aux muscovites du protolithe (~ 1,5 mm). Les quartz sont très rares et ne comportent pas de faces clairement définies.

Les mylonites, telles que ZA17-49 (Fig. 46h) et ZA17-51B (Fig. 46k), sont prélevées dans une zone de cisaillement senestre à 7 mètres du chevauchement. Néanmoins, ces roches conservent des différences notables, notamment concernant la taille des grains. En effet, la lame ZA17-49 montre des grains de quartz arrondis d'une taille inférieure à 500µm et répartis de façon homogène. Dans cette roche les feldspaths sont altérés et légèrement allongés dans le plan de schistosité. En revanche, la roche ZA17-51B comporte de très larges quartz et feldspaths (jusqu'à 2 cm de long), qui subissent respectivement un allongement ductile et une fracturation en ouverture perpendiculaire à la linéation. Les feldspaths sont faiblement altérés, mais une fraction significative de micas blancs aciculaires marque la schistosité et cristallise entre les autres minéraux allongés. Les différences de texture entre ces lames pourrait-être associée à un protolithe différent.

La phyllonite I nommée ZA17-50 (Fig. 46i) est un bon analogue à celles de de Bielsa, mais sur un protolithe granitique. Cet échantillon est prélevé sur la bordure de la même zone de cisaillement que les échantillons mylonitiques, . Dans cet échantillon, une schistosité pénétrative cisaillée est- marquée par deux populations de muscovite (respectivement aciculaires et fins), ainsi l'allongement des quartz (~ 2 mm).

Les échantillons inclassables (Réservoir de Baserca, Maladeta) sont ZA17-51A (Fig. 46j) et ZA17-52 (Fig. 46l). Ces derniers présentent une texture entre mylonite et phyllonite I et ont été échantillonnés dans une zone de cisaillement comportant des sigmoïdes inverses (Fig. 46b) à 5 mètres du contact avec les roches Paléozoïques. En effet, les deux échantillons possèdent de larges quartz et feldspaths allongés (~ 3 mm), ainsi qu'une fraction significative de muscovite. Cependant, la lame ZA17-51A suggère la formation de micas blancs aciculaires , tandis que ZA17-52 permet la formation de proto-agrégats de micas fins interconnectés.

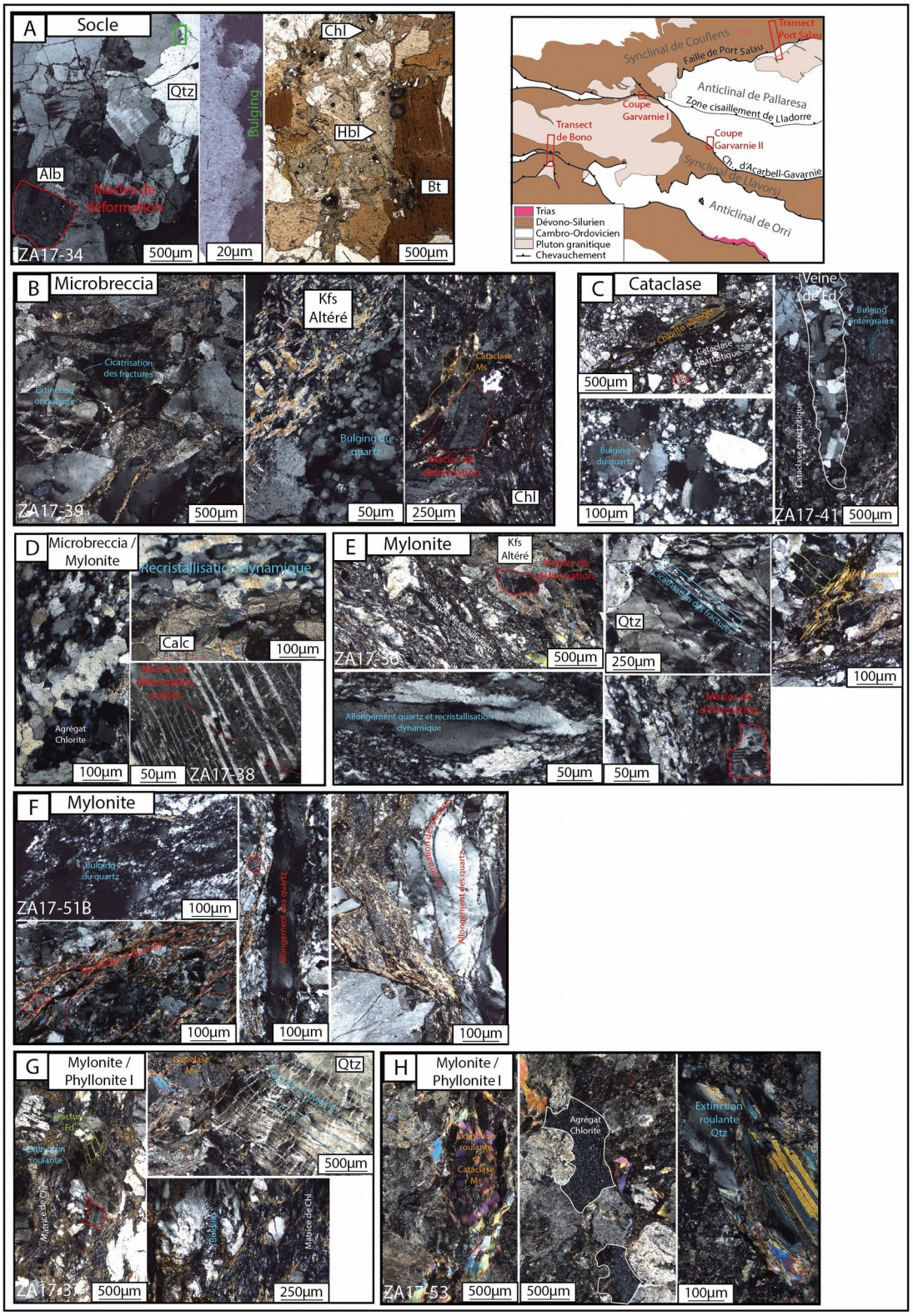


Figure 47: Textures et microstructures caractéristiques du massif de Maladeta : (a) ZA17-34 (Socle peu/pas altéré et déformé; (b) ZA17-36 (Mylonite); (c) ZA17-37 (Mylonite à bandes de cisaillement phyllonitiques); (d) ZA17-38 (Mylonite); (e) ZA17-41 (Cataclasite); (f) ZA17-39 (Mylonite); (g) ZA17-51B (Mylonite); (h) ZA17-53 (Mylonite à agrégats de chlorite)

En résumé, les textures et microstructures associées aux roches de Maladeta ne comportent, malgré un protolithe contenant muscovite et biotite, qu'une faible fraction de phyllosilicates, mais

de nombreux processus d'accommodation sur les quartz. En effet, l'altération des granites est beaucoup moins marquée que dans le massif de Bielsa. Bien qu'initialement plus riche en phyllosilicates, le protolithe granitique (à deux micas) permet la fracturation des quartz, ainsi que la formation de macles de déformation dans les feldspaths. L'extinction ondulante des quartz reste très faible et parfois combinée à un léger bulging (ZA17-34 ; Fig. 47a). Les « microbrèches » permettent l'extension du réseau de fractures, ainsi que la cataclase et déformation interne des quartz, muscovites Ms_1 (qui sont ici celles du protolithe), voir des feldspaths. Les quartz sont de grande taille et marqués par une forte extinction roulante (déformation plastique), mais également par plusieurs fractures « cicatrisées » via un bulging intense (ZA17-39 ; Fig. 47b). Par ailleurs, Cette recristallisation alimente en partie quelques fins flux cataclastiques contenant également quelques morceaux de muscovites Ms_1. Les cataclasites montrent de larges flux cataclastiques comprenant des quartz avec une faible extinction roulante, et un fort bulging des grains les plus gros (~100 µm ; ZA17-41 ; Fig. 47c). Quelques petits feldspaths sont observables et montrent des macles de déformation. Cependant, la plus grosse fraction de ces derniers est piégée dans les clastes (possiblement des reliques d'anciennes veines). Les mylonites sont marquées par un processus de recristallisation dynamique sur le quartz, ainsi qu'une baisse de la taille des grains et qu'un l'allongement de ces derniers (ZA17-36 ; Fig. 47e). La distinction n'est pas toujours évidente et pertinente puisque la présence de fractures reste possible dans une proto-mylonite. Cette dernière favorise par conséquent d'autres processus par un apport de fluides marqué par la cristallisation de calcite ou chlorite (ZA17-38 ; Fig. 47d). L'allongement des quartz (ZA17-36 ; Fig. 13e ; ZA17-51B ; Fig 47f) peut-être causée par leur déformation plastique (forte extinction ondulante) associée à leur fracturation « cicatrisée » par un processus de bulging. Les quartz comprennent également de la rotation de sous-grains (ZA17-36 ; ZA17-51B) voir de la migration de joints de grains (ZA17-51B) dans les bandes de cisaillement. Une petite fraction de phyllosilicates (chlorite et muscovite Ms_1) cisaillés est également observable. Des macles de déformation sont aussi visibles sur quelques clastes de feldspaths faiblement altérés (Ms_2 entre 10 et 40 µm). Quelques rares proto-phyllonites I font intervenir la déformation des phyllosilicates (ZA17-53 ; Fig. 47h), dont la cataclase des Ms_1. Des agrégats de chlorite fine forment une matrice (ZA17-37 ; Fig. 47g). Le cisaillement des agrégats est marqué par la présence de feldspaths fracturés en « book shelves », mais également par des feldspaths portant des macles de déformation et des quartz à extinction roulante fracturés. En dehors de ces zones, les quartz montrent une intense déformation plastique, de la fracturation et du bulging, mais ne marquent pas la schistosité. Cependant, à l'inverse des roches de Bielsa, l'altération des feldspath-K reste légère.

4.2.3 Métasédiments Paléozoïque

La vingtaine de roches Paléozoïques (méta-)sédimentaires sont échantillonnées dans les transects au niveau des structures majeures le long du profil ECORS-Pyrénées (Fig. 37b). La plupart de ces roches montrent de larges micas blancs aciculaires en alternance avec des niveaux de quartz sous la forme de veines ou de fins grains déformés (< 50 µm). Par ailleurs, quelques cataclasites quartzitique sont également observables et contiennent des minéraux fins (~15 µm) dont la schistosité est principalement marquée par quelques phyllosilicates répartis de façon homogène dans la roche. Ces textures sont réparties sur les différents transects étudiés : la terminaison Est (Port Salau I ; Fig. 41a) et Ouest de la faille de Port Salau (Port Salau II ; Fig. 43a) ; le chevauchement de Gavarnie (Gavarnie I ; Fig. 42) et son prolongement Est (Gavarnie II ; Fig. 43).

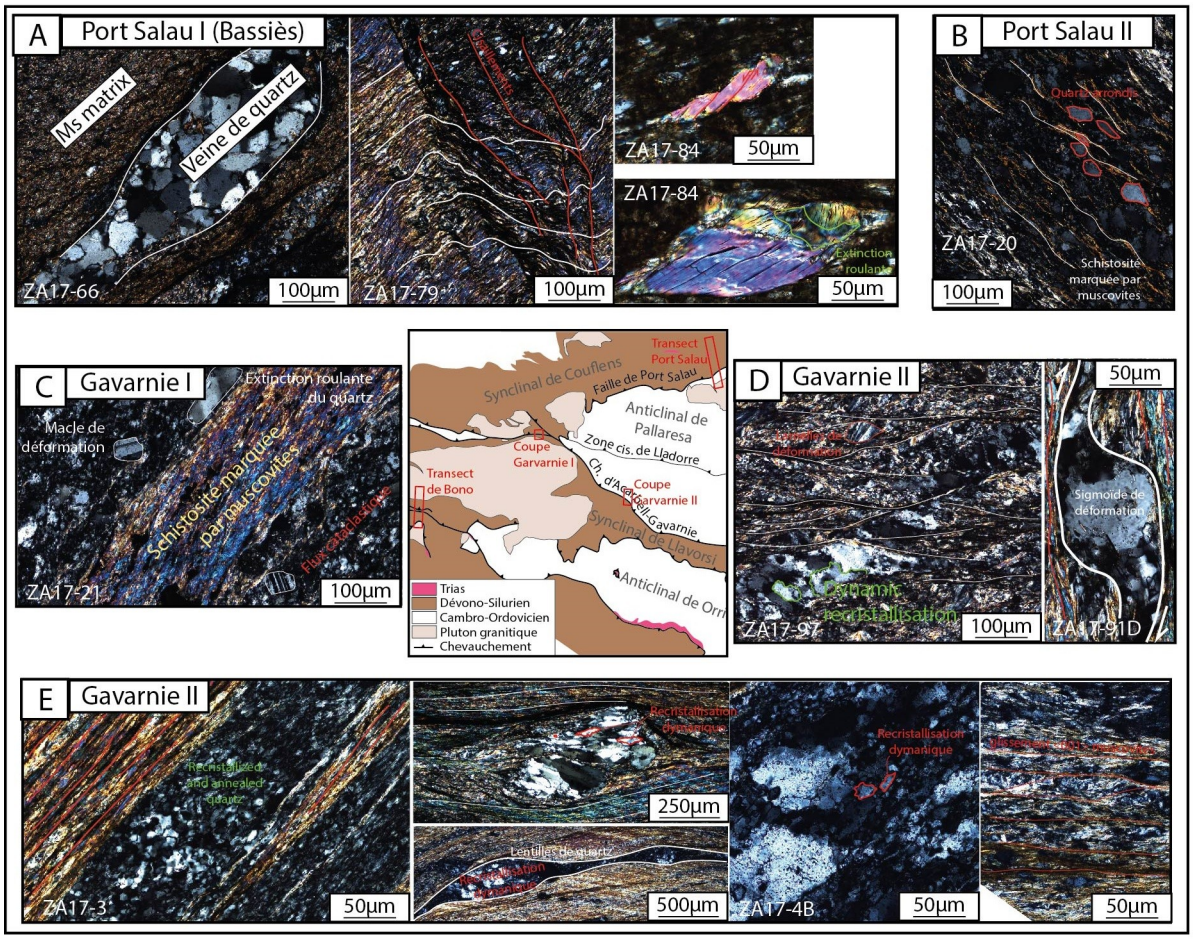


Figure 48: Textures provenant des roches Paléozoïques le long du profil ECORS à proximité de : (a) La faille de port de salau (nord de bassiès); (b) la même faille, mais le prolongement Ouest (Est de marimanya); (c) le chevauchement de Gavarnie (nord de Maladeta); (d) prolongement Est de Gavarnie (Acarbell) échantillons le plus au nord (ZA17-97) et le plus au sud (ZA17-91D) dans le cambro-ordovicien; (e) transect sur 100m autour du prolongement Est de Gavarnie (Acarbell)

Sur le transect de Port de Salau I, au nord du pluton de Bassiès, les microstructures dans les micaschistes comprennent une recristallisation dynamique (bulging) des quartz dans les veines ou lentilles (ZA17-66 ; Fig. 48a), mais également leur fracturation et coalescence dans des flux

cataclastiques pour les roches les plus riches en silice. Ces dernières comprennent également un processus de cataclase des micas localisée sur leurs plans de clivages, mais également une déformation interne marquée par leur extinction ondulante (ZA17-84 ; Fig. 48a). Ce type de déformation peut aussi être observé de façon systématique sur les larges agrégats de micas blancs aciculaires (ZA17-79 ; Fig. 48a).

Sur le transect Port de Salau II (vers l'Ouest), les échantillons comprennent des couches micacés qui alternent avec couches de quartz fracturés et déformés (extinction roulante), mais également des feldspaths comportant systématiquement des macles de déformation. Cependant, quelques fois, l'alternance entre les couches est moins claire. Dans les niveaux quartzitiques, les quartz montrent un allongement préférentiel significatif (ZA17-20 ; Fig. 48b)

Le long du transect Gavarnie I, les roches montrent une fraction conséquente de micas blancs. De multiples flux cataclastiques son également observables et comprennent des quartz déformés (extinction roulante), ainsi que des feldspaths présentant des macles de déformation (ZA17-21 ; Fig. 48c).

A proximité du transect Gavarnie II, une texture similaire est observable. Au nord du transect, les échantillons montrent une déformation interne des quartz (faisant intervenir de la migration de joint de grains et des lamelles de déformation), ainsi que des sigmoïdes formés par les quartz dans les couches micacées (ZA17-97 ; Fig. 48d). A la bordure sud du synclinal de Llavorsi (nord de l'unité de Orri), un processus similaire est observable, mais cette fois les sigmoïdes sont déformés par cataclase et intégrés au sein des au niveaux micacés (ZA17-91D ; Fig. 48d). Au cœur du transect Gavarnie II, les niveaux micacés s'épaississent et continuent d'accommoder la déformation par leur déformation interne et glissement <001>. Cependant, les lentilles ou sigmoïdes de quartz se déforment principalement sous l'effet d'une intense recristallisation dynamique (notamment du bulging et de la migration de joint de grains ; ZA17-3 ; ZA17-4B ; Fig. 48e). Certaines zones montrent une déformation plus faible mise en évidence par la recristallisation statique de veines de quartz entre les épais niveaux micacés (ZA17-3 ; Fig. 48e).

Bilan comparatif des textures et microstructures de la Zone Axiale. Les roches Paléozoïques partagent entre-eux des processus de déformations communs. Cependant, les roches gréseuses montrent régulièrement des flux cataclastiques et cataclases des micas, ou encore une forte recristallisation dynamique (Gavarnie II). Tandis, que les micaschistes (notamment au niveau du

chevauchement de Gavarnie, Fig. 43) montrent une fraction plus importante de muscovites ainsi que des microstructures communément associées à une plus haute température. Ces échantillons comprennent des textures proches de ceux du massif de Bielsa. Ce type de roche a tendance à permettre une accommodation de la déformation par l'interconnexion de niveaux riches en phyllosilicates, dont le développement est favorisé par la circulation de fluides. En revanche, les zones de cisaillements de Maladeta sont plus localisées et profitent de conditions P-T plus élevées, suggérées par les données thermochronologiques locales et les processus de recristallisation dynamique (Fig. 49), pour accommoder la déformation à l'aide des phyllosilicates protolithiques et des quartz par le biais de recristallisation dynamique et de déformation plastique.

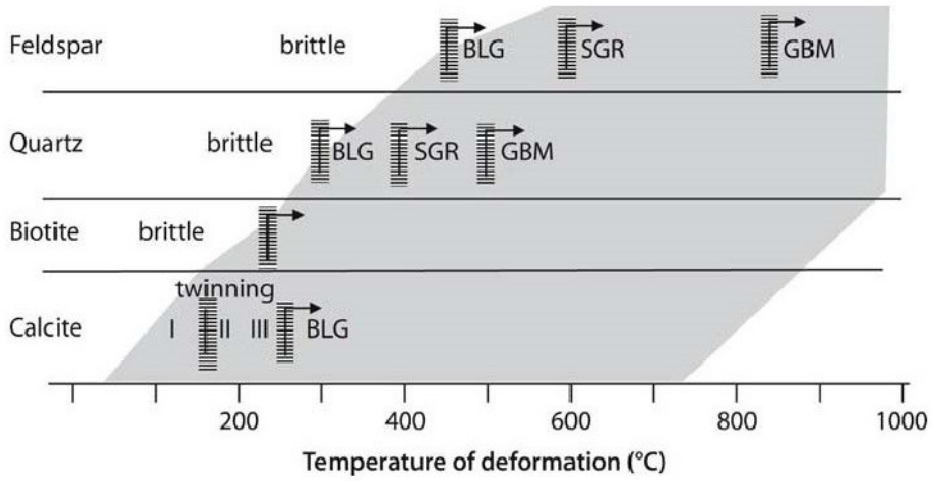


Figure 49: Impact de la température sur les mécanismes de déformation sur différents minéraux (réadapté de Passchier et al., 2005). BLG : Bulging, SGR : Sub-Grain Rotation, GBM : Grain Boundary Migration.

4.3 Résultats

4.3.1 Quantification de la déformation

La méthode de Fry consiste en la mesure de distance entre le centre des grains d'une même phase. L'écart entre ces minéraux augmente perpendiculairement au raccourcissement et baisse parallèlement à celui-ci. En tenant compte de l'orientation, la distance minimale entre les minéraux d'une même phase nous donne l'ellipse de déformation. L'excentricité de cette ellipse contraint l'orientation et l'intensité de la déformation. Cette méthode est appliquée sur les quartz de 12 échantillons de texture différentes des massifs de Bielsa et de Maladeta. Pour cela, plusieurs photographies des échantillons sont analysées à l'aide du logiciel GeoFryPlot (de Rod Holcombe).

La granodiorite altérée de Bielsa (ZA16-95 ; Fig. 50a) montre une légère déformation (excentricité ~1,22). Celle-ci augmente pour les échantillons correspondant aux phyllonites I (e ~ 1,54 ; ZA16-

86 ; Fig. 50d ; ZA16-91B ; Fig. 50c) et phyllonites II (e ~ 1,89 ; ZA16-99 ; Fig. 50e). Les gammes de taille des axes majeur et mineur restent constantes pour différentes intensités de déformation. Cependant, l'échantillon provenant des roches vertes mylonitiques montre une gamme de taille bien plus réduite (~20 – 25 µm ; ZA16-89 ; Fig. 50b). L'ellipse de déformation obtenue est similaire à celle provenant du socle peu déformé (e ~ 1,24 ; ZA16-89 ; Fig. 50b), et ne supporte donc pas l'hypothèse d'une augmentation de la déformation pour expliquer la faible taille des grains.

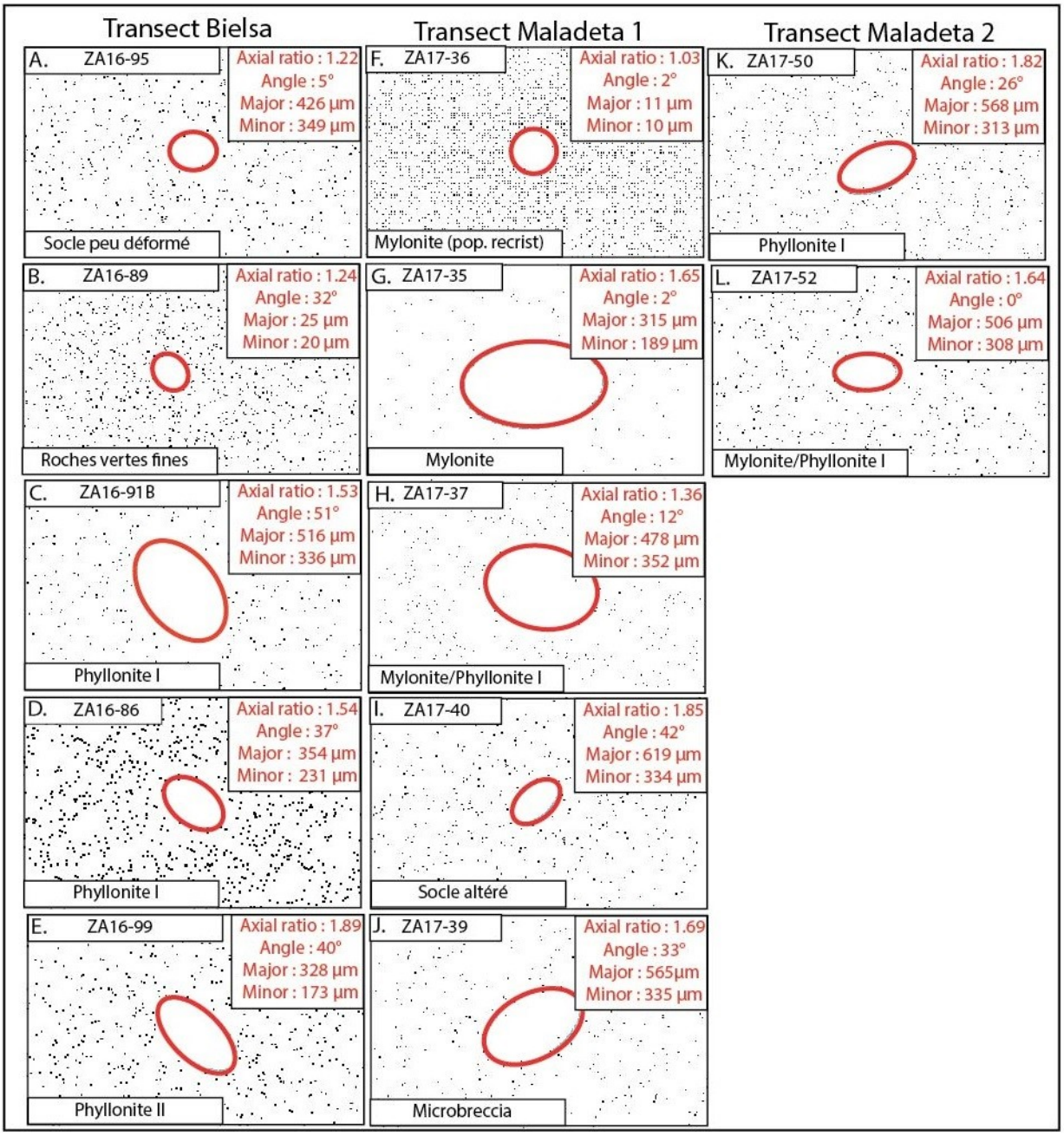


Figure 50: Quantification de la déformation via l'application de la méthode de Fry sur les quartz: (a) ZA16-95; (b) ZA16-89; (c) ZA16-91B; (d) ZA16-86; (e) ZA16-99; (f) ZA17-36 (fraction recristallisée par bulging; (g) ZA17-35; (h) ZA17-37; (i) ZA17-40; (j) ZA17-39; (k) ZA17-50; (l) ZA17-52

Les roches provenant des cisaillements dans les transects de Maladeta montrent des ellipses de déformation aux excentricités similaire à celles des phyllonites de Bielsa, mais des gammes de taille d'axes légèrement plus élevées liées à la grande taille des grains de quartz, notamment dans le socle altéré (jusqu'à 619µm entre deux grains ; Fig. 50i). Ce dernier montre par ailleurs une ellipse de déformation avec une excentricité similaire à celle des autres textures (~1,85). Indépendamment du type de texture, la déformation est donc similaire dans chacune de ces zones. Cependant, l'analyse des quartz les plus fins (recristallisés par bulging) sont associés à une ellipse de déformation avec une faible excentricité (Fig. 50f), qui suppose une faible déformation sur les quartz.

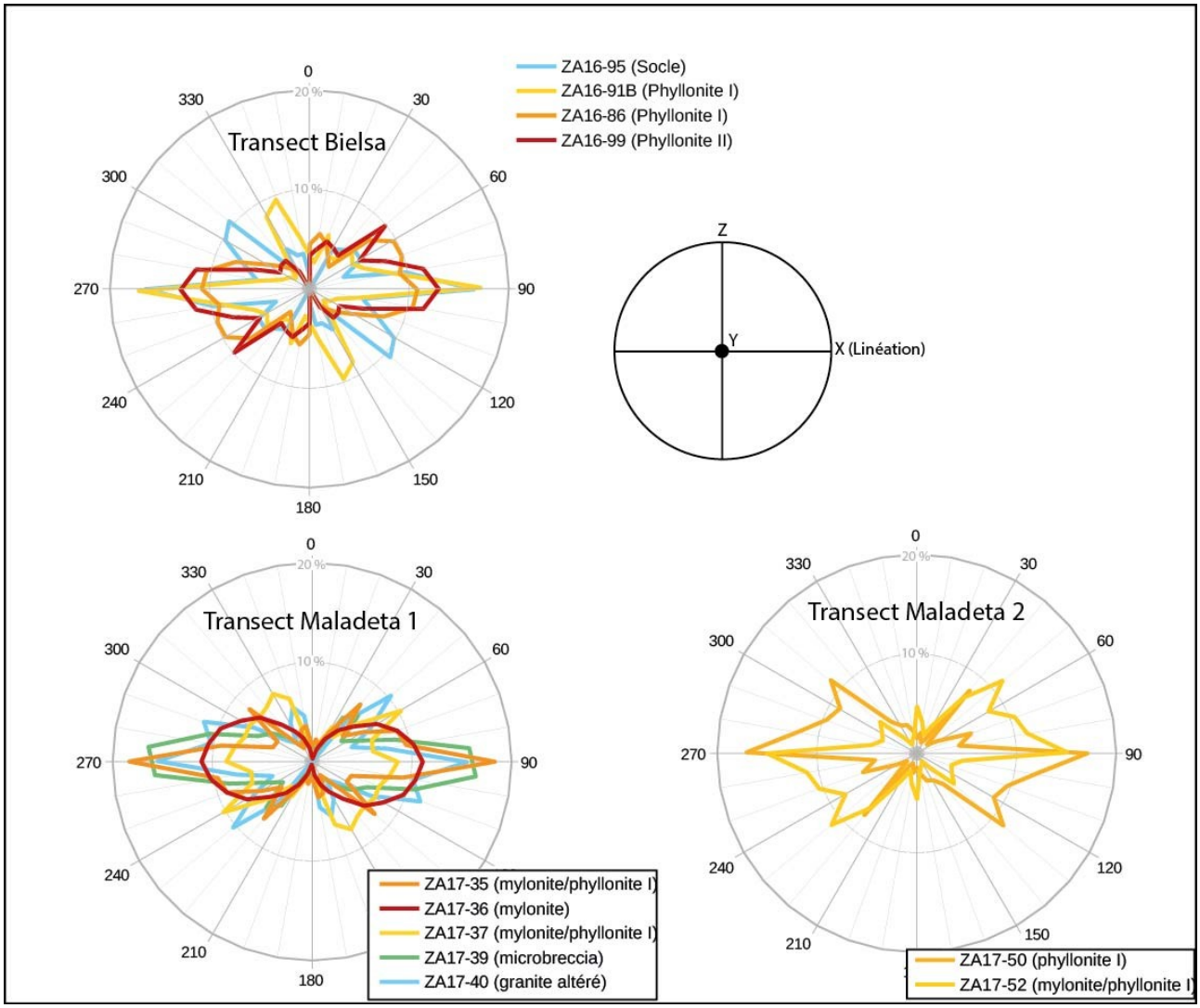


Figure 51: Orientation préférentielle de forme (SPO) des quartz sur chacun des transect analysés

L'orientation préférentielle de la forme des minéraux (SPO Quartz) est estimé via le traitement d'images des roches de Bielsa et Maladeta (ImageJ). Sur tous les transects étudiés, deux orientations majeures espacées d'environ 30° marquent la direction de linéation et du cisaillement (Fig. 51). Les valeurs obtenues sont proches de celles des « microbrèches ». Cependant,

l'orientation irrégulière (± 5°) de ces dernières dans Maladeta pourrait être due au développement de grains fins et arrondis liés au processus de bulging.

Une tendance similaire est observable dans les phyllonites II de Bielsa et les mylonites de Maladeta (Fig. 51) mais suggère des variations significatives (respectivement ±10° et ±30°) par rapport à la linéation (possiblement favorisé par des micro-plissements). Dans les mylonites de Maladeta, cette variation de linéation peut s'expliquer par l'intensité des processus de recristallisation dynamique, formant des petits minéraux (< 20 µm) moins allongés.

Cette variation est aussi observable dans les phyllonites I de Bielsa (Fig. 51) et peuvent s'expliquer par la forme arrondie des grains. En revanche, cette tendance n'est pas observable dans Maladeta puisque la déformation plastique des quartz leur permet un allongement plus prononcé.

Bilan de la déformation. L'intensité de la déformation enregistrée sur les quartz de Bielsa et de Maladeta est similaire. Ces données permettent l'enregistrement des cisaillement traversant les agrégats de muscovites. Ainsi, ils pourraient être à l'origine de la coalescence des quartz dans les phyllonites I. Les quartz provenant du processus de bulging ne sont en revanche pas affectés par la déformation et ne montrent aucun allongement.

4.3.2 EBSD

Les processus de déformation ne sont pas homogènes sur toute la Zone Axiale. Afin de détailler la répartition de la déformation sur les différentes phases, un complément d'étude par EBSD est réalisé (Centre de Microcaractérisation Raimond Castaing, Toulouse) sur des échantillons orientés provenant de deux gradients de déformations.

Quinze échantillons ont été prélevés dans des zones de cisaillements des massifs de Bielsa (Ouest de la Zone Axiale) et de Maladeta (Centre de la Zone Axiale). Le transect du massif de Bielsa comprend 5 échantillons de textures différentes : (Bi) Granodiorite altérée (ZA16-95) ; (Bii) phyllonite I (ZA16-91B et ZA16-86) ; (Biii) phyllonite II (ZA16-99) ; (Biv) Roche verte quartzitique à grains fins (ZA16-89). Dans les cisaillements de Maladeta, 7 échantillons sont prélevés et sélectionnés en fonction des textures suivantes : (Mi) Socle altéré (ZA17-40) ;(Mii) « microbrèche » (ZA17-39) ;(Miii) Mylonite (ZA17-36) ;(Miv) Mylonite / Phyllonite I (ZA17-37 et ZA17-35) ; (Mv) Phyllonite I (ZA17-50).

L'EBSD a été réalisé sur un appareil JSM 7100F avec Oxford AztecHKL et NordlysNano muni de 4 détecteurs FSD. Pour cette analyse la surface des lames est polie à l'aide d'une polisseuse à vibration (Buehler VibroMet 2) et d'une solution de silice colloïdale à 50nm. Une métallisation de

quelques nanomètres est également réalisée (Leica EMACE600). Les analyses sont réalisées à 20kV (rotation 70°) et traitées à l'aide du logiciel Channel 5 Tango.

4.3.2.1 Cartographies

La cartographie EBSD des muscovites étant très complexe (notamment l'obtention d'un polissage régulier sur les agrégats) et les feldspaths ne montrant pas de comportement plastique pour ces gammes de température, seule la déformation du quartz est considérée dans cette étude. Par ailleurs, les cartographies réalisées se concentrent sur l'analyse de : (i) la misorientation locale, soit l'écart d'orientation (%) entre le point mesuré et ceux qui l'entourent ; (ii) le GROD (Grain Reference Orientation Deviation), soit l'écart entre l'orientation mesurée et la moyenne que l'on attribue au minéral ; (iii) la carte IPFX, qui donne l'orientation des axes cristallographiques des minéraux en fonction de la linéation. Ces trois données nous permettent d'identifier la zone des grains subissant le plus de déformation, la disparité de la déformation dans les grains, ainsi que les processus de recristallisation dynamique, respectivement.
Sur chaque carte, les grains sont représentés par un liseré bleu ou rouge (Fig. 52, 53). Ces grains sont déterminés en fonction des variations d'orientation des axes cristallographiques. Par conséquent, une variation avec un écart supérieur à 12 % est interprétée comme une limite de grain.

Sur le transect de Bielsa, la roche la plus proche du protolithe montre une misorientation locale des axes cristallographiques du quartz autour de 1 % (Fig. 52a). Cette valeur est assez faible, mais montre néanmoins une déformation non négligeable principalement localisée sur les bordures des grains de quartz (ZA16-95 ; Fig. 52a). Par ailleurs, les axes cristallographiques ne marquent, comme dans le protolithe, aucune orientation préférentielle (Fig. 52b).

Sur le transect de Bielsa, la roche la plus proche du protolithe montre une misorientation locale des axes cristallographiques du quartz autour de 1 %. Cette valeur est assez faible, mais montre une déformation significative localisée en bordure des grains de quartz (ZA16-95 ; Fig. 52a). Par ailleurs, les axes cristallographiques ne marquent, comme dans le protolithe, aucune orientation préférentielle (Fig. 52b).

La déformation locale associée aux phyllonites I est plus élevée (entre 0 et 3%; ZA16-86 ; Fig. 52d), malgré la présence d'agrégats de muscovites prenant partie dans l'accommodation de la déformation. Cette déformation est répartie de façon un peu plus homogène et touche également le centre des grains (ZA16-91B ; Fig. 52c ; Fig. 52d). Cependant, la mesure du GROD montre une

déformation parfois localisée parallèlement à la schistosité (ZA16-86 ; Fig. 52e). Par ailleurs, les minéraux se déforment principalement par un processus de cataclase.

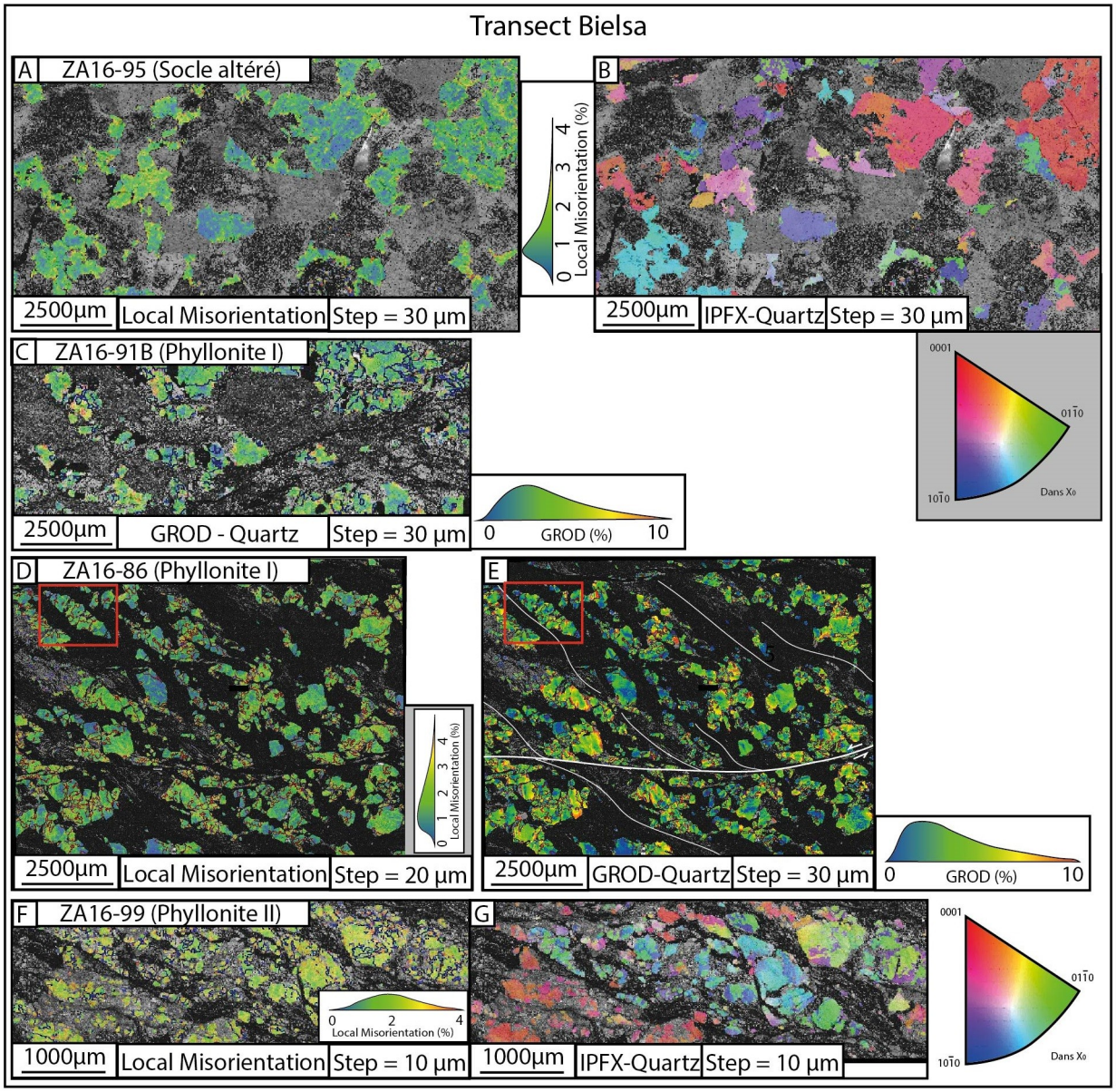


Figure 52: Cartographies EBSD (transect Bielsa): (a) carte de déformation locale des grains de quartz (ZA16-95); (b) carte IPFX montrant l'orientation cristallographique préférentielle des quartz (donne l'axe cristallographique du cristal orienté dans la linéation ; ZA16-95); (c) carte GROD, soit de l'écart à la déformation moyenne de chaque grain (ZA16-91B); (d) carte de déformation locale des grains de quartz (ZA16-86); (e) carte GROD, soit de l'écart à la déformation moyenne de chaque grain (ZA16-86); (f) carte de déformation locale des grains de quartz (ZA16-99); (b) carte IPFX montrant l'orientation cristallographique préférentielle des quartz (donne l'axe cristallographique du cristal orienté dans la linéation ; ZA16-99)

Cependant, ces structures ne montrent pas de déformation interne plus intense, mais une recristallisation au sein des gros grains (Fig. 52d). Celle-ci est marquée par les liserés rouges définissant les grains néoformés.

La déformation locale des phyllonites II est plus intense et répartie de façon homogène dans les grains (~2 %; ZA16-99 ; Fig. 52f). Ceci témoigne d'une déformation plastique plus active. Par

ailleurs, l'orientation des axes cristallographique est généralement dispersée, mais une orientation similaire peut néanmoins être observée dans un même agrégats de quartz (Fig. 52g).

Les données EBSD confirment un gradient de déformation moins clair sur le transect de Maladeta que sur celui de Bielsa. Cependant, toutes les roches de Maladeta (y compris les roches du socle altéré) sont marquées par une forte déformation des quartz, et notamment un comportement plastique bien plus intense que pour Bielsa. En effet, les valeurs de GROD associées aux échantillons mesurés sont plus élevées qu'à Bielsa et restent constantes quelque soit le type de texture (entre 0 et 10 % avec un pic à ~ 4 %; Fig. 53). La répartition de cette déformation est répartie de façon hétérogène dans les grains, mais est parfois regroupée en bandes ou à proximité des fractures (Fig. 53b ; Fig. 53c). Dans les quartz allongés de certains échantillons, la déformation n'est pas plus importante, mais dessine des bandes à environ 30° de la schistosité marquée par la direction d'allongement (Fig. 53d). Par ailleurs, la recristallisation est toujours observable au sein de ces quartz.

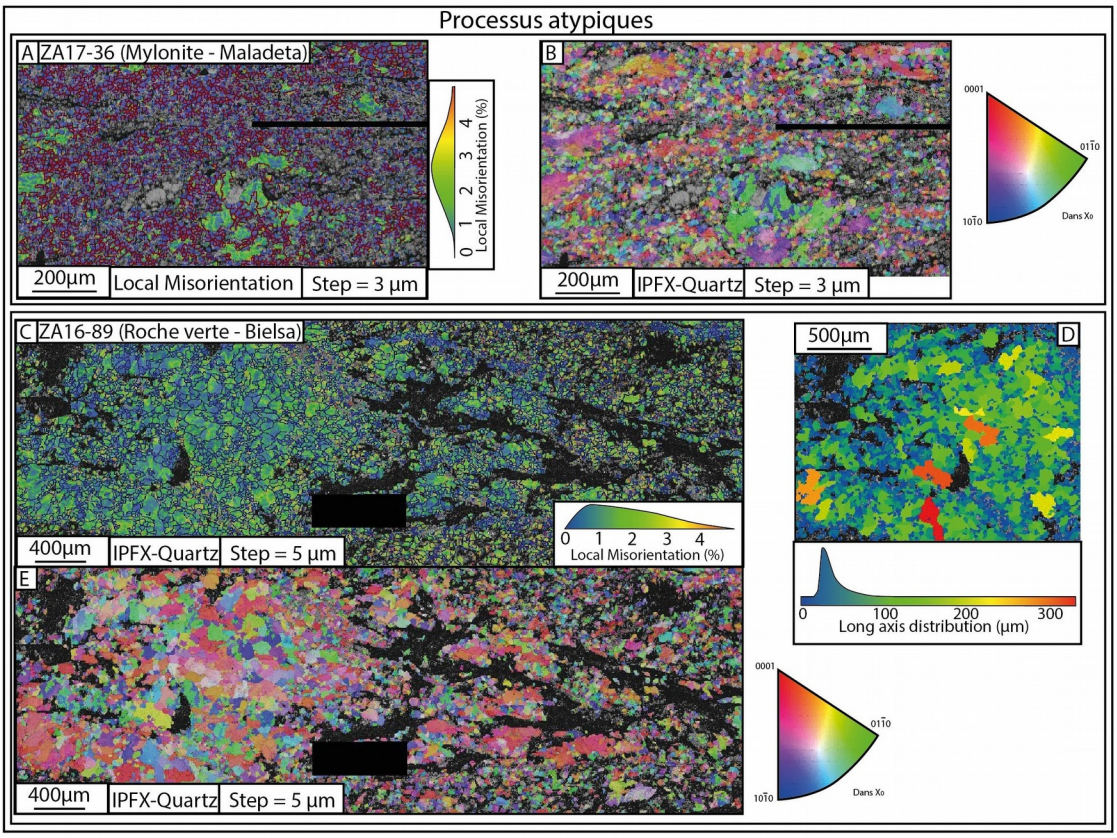


Figure 53: EBSD Cartographies (transect Maladeta 2)

Les processus de recristallisation dynamique et mylonites quartzitiques ont également été imagés dans les transects de Bielsa et Maladeta. L'échantillon ZA17-36 de Maladeta suppose une

accommodation de la déformation associée à la formation de bandes de cisaillement riches en quartz très fin provenant d'un bulging des quartz. L'imagerie montre une déformation locale similaire aux quartz des autres échantillons de Maladeta (~2,5 %; Fig. 53a), mais celle-ci n'est pas homogène sur tous les petits grains et reste localisée à l'interface entre certains grains. Les axes cristallographiques des minéraux fins ne montrent pas d'orientation préférentielle (Fig. 53b). Par ailleurs, la déformation touche également la bordure des plus gros grains dans les bandes de cisaillement.

Dans le massif de Bielsa, l'échantillon ZA16-89 représentant la mylonite définie précédemment comme la « roche verte » montre de larges plages de quartz entourant une lentille composée de grains légèrement plus grossiers (probablement une relique recristallisée). La déformation locale est répartie sur l'intégralité des grains de quartz quel que soit leur taille. L'intensité de cette déformation est au-dessus des valeurs communément retrouvées sur le massif de Bielsa (entre 0 et 3 % avec un pic à 1%; Fig. 53c). Par ailleurs, quelque soit leur taille, les grains de quartz montrent une forme allongée (Fig. 53a, c). Cependant, les axes cristallographiques des quartz ne montrent pas d'orientation particulière (Fig. 53e).

4.3.2.2 Pole figures

Les figures de pôles permettent de représenter les différents glissements que subissent les grains par la représentation de leurs axes cristallographiques sur différents stéréogrammes. Plusieurs de ces cinématiques sont également associées à des contextes de température ou de pression particulières (Passchier and Trouw, 2005). Ces résultats consistent donc en la recherches de modèles types, afin de situer le contexte P-T associé à la déformation des grains de quartz dans ces roches (Fig. 54b) et de contraindre les cinématiques de cisaillement (Fig. 54a).

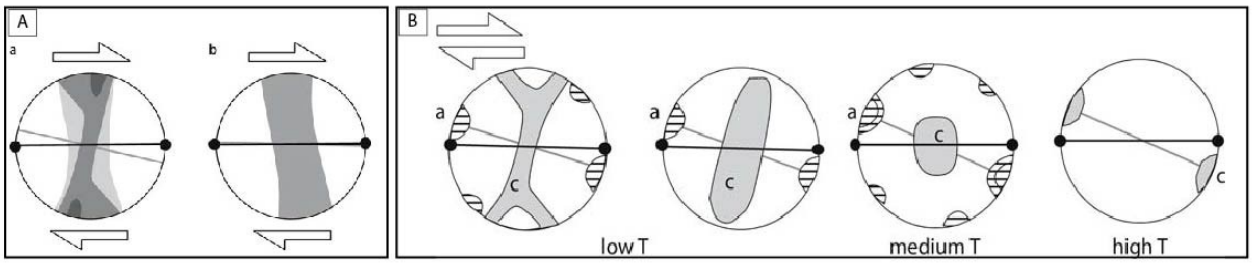


Figure 54: Interpretation de l'orientation cristallographique préférentielle (readapté de Passchier et al., 2005): (a) Tendance de l'orientation cristallographique préférentielle sous un cisaillement: (gauche) senestre; (droite) dextre; (b) Diagrammes en pole montrant les tendances des axes cristallographiques c (gris) et a (hachurés) en fonction du gradient métamorphique sous une déformation non-coaxiale

4.3.2.2.1 Bielsa

Les figures de pôles correspondant à l'échantillon hors transect de Bielsa, montrant un flux de quartz fin, mettent en évidence un modèle associé à de hautes températures (Fig. 55a). Ces glissements ne sont observables que sur les grains situés dans la lentille comportant des grains plus grossiers.

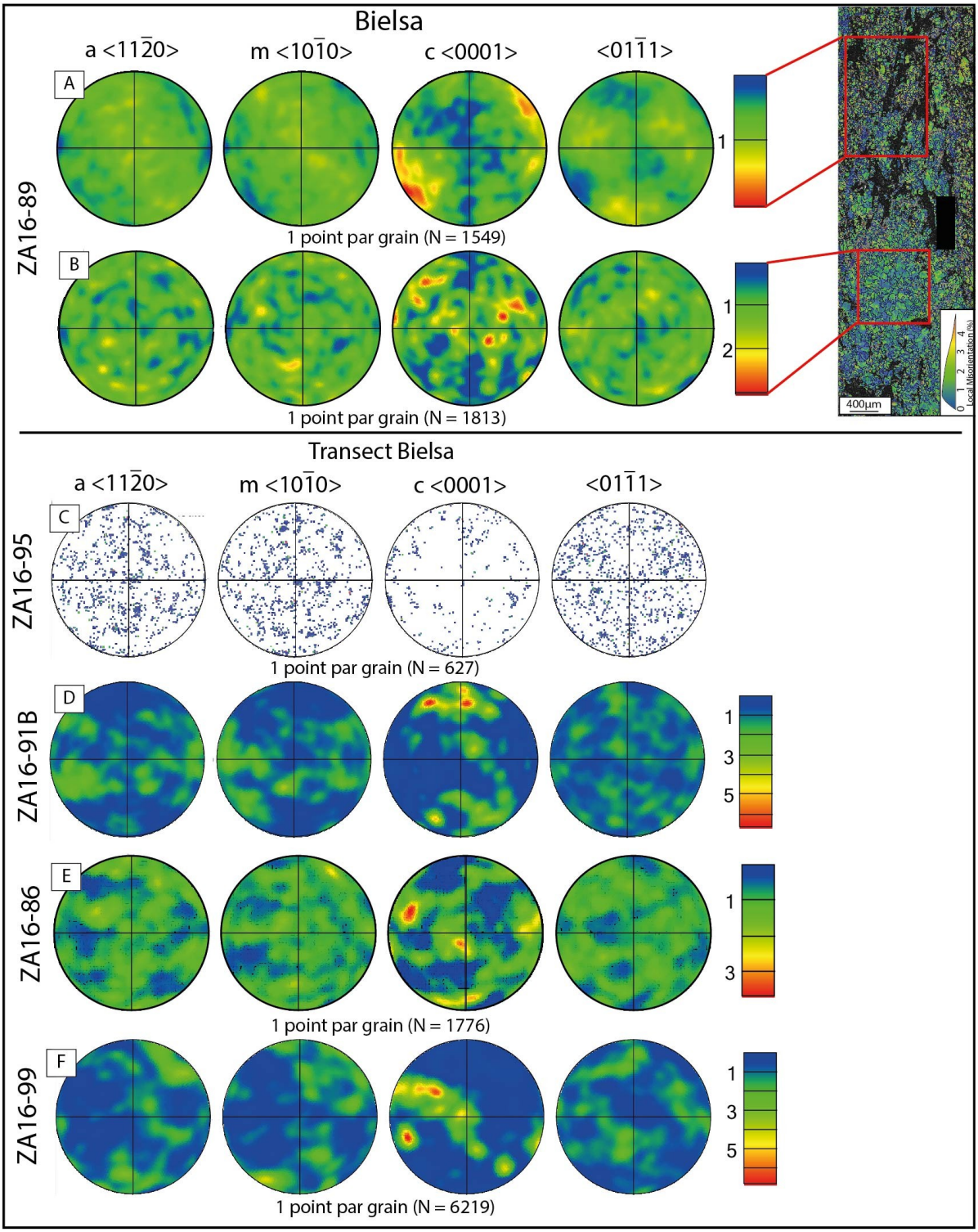


Figure 55: Pole figures quartz (transect Bielsa)

Dans le transect de Bielsa, les stéréogrammes associés au socle altéré ne correspondent à aucun modèle et montrent des résultats très dispersés (Fig. 55c). En revanche, les figures de pôles associés aux phyllonites I peuvent suggérer un glissement (représenté par une « guirlande » sur le stéréogramme ; Fig. 55d) caractéristique des basses températures. Ces dernières sont estimées autour des 250 à 400°C, soit une gamme correspondant aux valeurs maximales connues depuis la mise en place du massif. Ces orientations ne sont pas bien définies dans toutes les phyllonites I (Fig. 55e). Cependant, la guirlande est être plus nette dans les phyllonites II (Fig. 55f) bien que décalée de 50° sur le plan XoZ. Ce décalage pourrait-être dû à une mauvaise orientation de l'échantillon durant la sa préparation.

4.3.2.2.2 Maladeta

Les pôle figures associées au transect de Maladeta montrent des modèles plus clairement définis. En effet, des guirlandes correspondant à de basses températures pourraient-être observables dans les échantillons ZA17-37 (Mylonite/Phyllonite I ; Fig. 56c), ZA17-40 (socle altéré ; Fig. 56d) et ZA17-52 (Mylonite/Phyllonite I correspondant au transect 2 ; Fig. 56g). Cependant, cette dernière pourrait aussi présenter un modèle correspondant à des températures plus élevées (du moins moyennes, soit environ 500°C). Ce type de modèle est observable dans toutes sur les autres textures soit des phyllonites I (ZA17-50 ; Fig. 56f) aux mylonites (ZA17-36 ; Fig. 56a) et particulièrement dans les « microbrèches » (ZA17-39 ; Fig. 56e). Cependant, certains de ces patterns restent discutables, notamment dans les textures entre mylonite et phyllonite I. En effet, la difficulté à repérer correctement la direction de linéation dans les zones de cisaillement a pu complexifier l'interprétation de ces données.

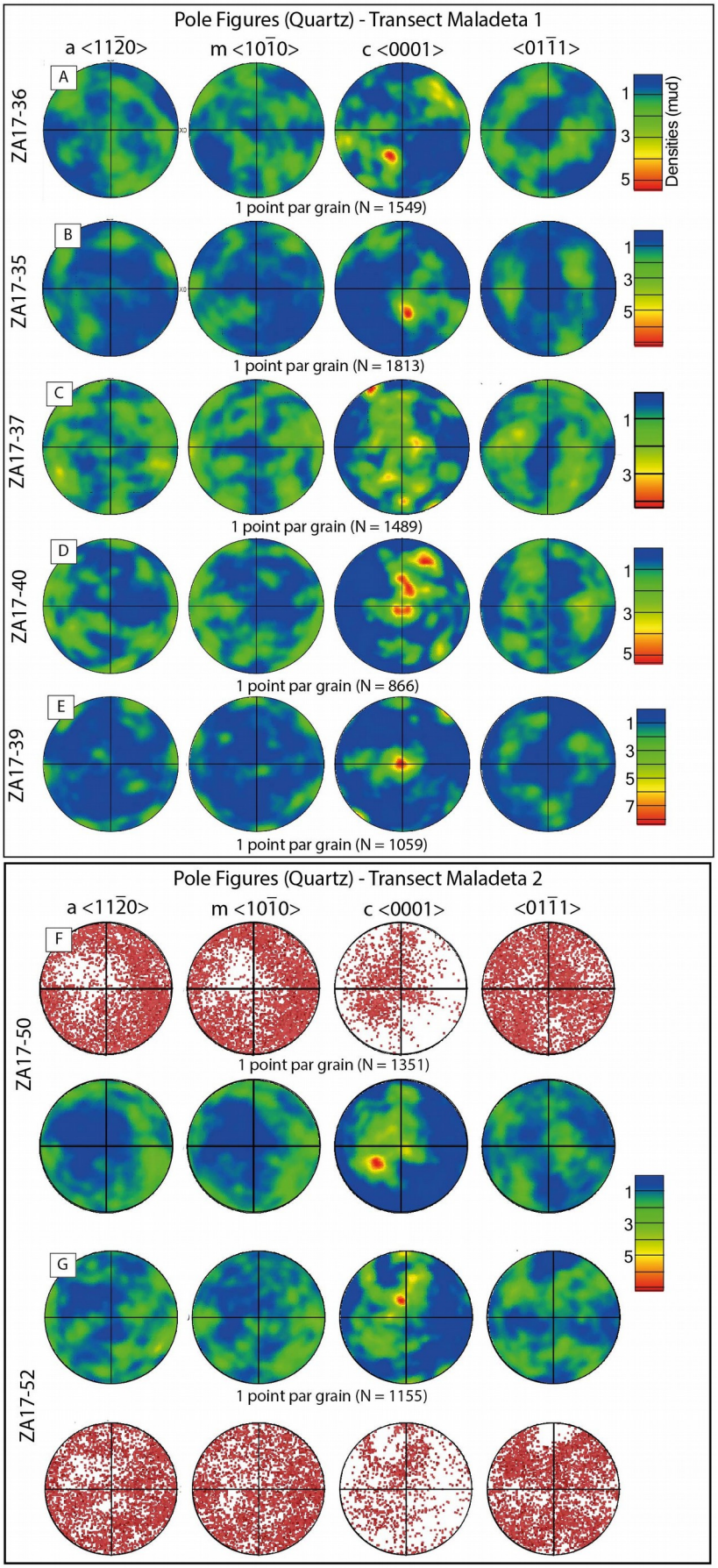


Figure 56: Pole figures quartz (transects Maladeta)

4.4 Discussion et conclusion

4.4.1 Localisation des microstructures et processus en cause

Les analyses et observations réalisées mettent en évidence une vaste gamme de processus de déformation associés aux régimes cassant (cataclase) et ductile (déformation plastique). La mise en place des processus d'accommodation de la déformation dépend fortement de l'assemblage minéralogique et notamment de la fraction de la phase la plus faible. L'interconnexion de 10% du matériel faible réduit la résistance de la roche de 80% (Handy et al., 2007).

Dans les roches de Bielsa, les processus les plus actifs affectent les deux phases majoritaires, la muscovite et les quartz. D'après les travaux de Niemeijer and Spiers (2005), les assemblages principalement constitués de quartz et de phyllosilicates se déforment principalement selon deux procédés. Le premier est le glissement frictionnel ou non frictionnel visqueux. Ce dernier consiste, pour une contrainte cisaillante moyenne (Bos, 2002; Bos and Spiers, 2001), à profiter de la forte SPO des micas afin de provoquer un glissement intergrain dans le plan (001). Par ailleurs, ce glissement est facilité par l'augmentation de la fraction en phyllosilicates dans la roche. Ceci permet alors d'accommoder un plus grand déplacement (Wibberley, 2005) via un régime de déformation à la transition cassant-ductile pour des profondeurs < 15 km (Niemeijer and Spiers, 2005). Le second processus pouvant agir sur les micas blancs est leur super-plasticité, celle-ci devenant ubiquiste lorsque la friction intergrains est trop forte (e.g., mauvais alignement des micas ; Wibberley, 2005).
Cependant, il est difficile d'estimer tous les processus à l'œuvre sur les micas pour différentes raisons : (i) le glissement intergrains (GBS) des micas est difficilement identifiable et quantifiable (à plus forte raison sur les grains fins des roches de Bielsa) ; (ii) le processus de dislocation creep (produisant notamment l'extinction ondulante) réimprime toutes les déformations internes ; (iii) l'imagerie EBSD des micas blancs nécessite la mise en œuvre d'une méthodologie complexe.
Sur les quartz, le phénomène le plus visible dans ce type de roches aux conditions de faciès schiste vert reste la cataclase. Ce processus permet la formation de grains de quartz arrondis regroupés par les cisaillements dans la matrice de phyllosilicates, mais permet également le développement de cataclasites ou de clasto-mylonites (Handy, 1994) dans le massif de Bielsa. D'après la loi puissance du processus de dislocation creep (Kohlstedt et al., 1995), un flux de cataclastique peut être provoqué soit à un fort taux de déformation, soit à une température plus basse ou à une hydratation plus faible de l'échantillon (Stipp et al., 2006).

Dans le sud du massif de Maladeta, les roches ne présentent qu'une faible fraction en muscovites. D'après les expériences sur roches synthétiques de Tullis and Wenk (1994), une proportion de mica plus faible formant des agrégats isolés conduit à une augmentation : (i) du taux

de déformation des quartz ; (ii) des processus de recristallisation ; (iii) de la résistance des quartz. En effet, nos échantillons montrent majoritairement une déformation plastique du quartz suggérée par l'extinction ondulante de ces derniers et les cartes EBSD. L'absence de déstabilisation du feldspath ne bride pas la coalescence des quartz, ce qui augmente la contrainte subie (Menegon et al., 2008). Par ailleurs, la forte recristallisation dynamique des quartz (notamment du bulging) produit des grains fins (< 25µm) permettant la formation de zones de cisaillement quartzitiques (à l'inverse des bandes de cisaillement micacées de Bielsa). Le bulging est particulièrement visible dans les fractures internes au quartz (Fig. 47e, g) et reste souvent attribué aux stades précoces de leur déformation (Menegon et al., 2008). Ce processus de recristallisation forme donc des bandes cisaillantes à environ 30° de la schistosité. Ces structures, parallèles aux plan rhomb des quartz, mettent en évidence des conditions correspondant à la transition cassant-ductile van Daalen et al. (1999). La cinématique de ces cisaillements, ajoutée à la déformation ductile du quartz, permettent la formation de grains très allongés marquant la schistosité. L'allongement des quartz nécessite la cicatrisation rapide des fractures (Blanpied et al., 1995) par recristallisation dynamique, et donc des températures supérieures à celles estimées sur le massif de Bielsa (Bellahsen et al., 2019).

Cependant, à des conditions de transition entre régimes cassant et ductile, la coexistence de processus associés aux deux régimes (mylonite et cataclase) est fréquent (Handy et al., 2007). En effet, les roches associées aux plutons de Bielsa et Maladeta combinent ces processus dans des proportions différentes.

Le massif de Bielsa conserve un processus de recristallisation dynamique (GBM et Bulging) et une certaine plasticité principalement dans les clastes de quartz des phyllonites II, voir des phyllonites I. En effet, l'altération des roche témoigne de la circulation de fluides hydrothermaux (inclusion fluides, veines..), qui favorise alors la migration des joints de grains (GBM) ainsi que la déformation ductile des quartz (Fusseis and Handy, 2008). Par ailleurs, la recristallisation dynamique est également observable sous la forme d'un léger bulging, notamment dans les cataclasites.

D'un autre côté, les granites porphyriques à deux micas du socle de Maladeta comportent une part initiale plus important de phyllosilicates. Cependant, la grande taille et l'absence de connexion entre ces minéraux un affaiblissement conséquent des roches (Handy, 1994). Ces minéraux se déforment donc généralement sous un régime cassant. Cependant, les phyllosilicates ne représentant au maximum que 10 % de la roche, cette accommodation reste très localisée.

Les roches Paléozoïques, provenant des transects à proximité des structures majeures du centre de la Zone Axiale, s'apparentent majoritairement à des micaschistes. Les larges plages

micacées interconnectées suggèrent un régime de déformation guidé par l'accommodation des micas blancs (e.g. Bielsa). La forte SPO (ou Shape Preferred Orientation) des muscovites dans les micaschistes (également dans les phyllonites II de Bielsa) montre également une orientation très marquée, qui d'après les données de Shea and Kronenberg (1993) permet un GBS plus efficace. Un processus de cataclase des quartz est particulièrement visible dans les roches gréseuses ne contenant qu'une faible fraction de phyllosilicates.

4.4.2 Paramètres contrôlant les processus d'accommodation

Les paramètres contrôlant la rhéologie des roches sont : (i) la température ; (ii) le taux de déformation ; (iii) la pression effective (Nur and Byerlee, 1971). A ces paramètres, peuvent être ajoutés l'assemblage minéralogique et la texture de l'échantillon. Par ailleurs, l'hydratation de la roche permet également un contrôle sur quelques-uns de ces paramètres notamment par une baisse de la pression effective, et la transformation de phases résistantes vers des minéraux potentiellement plus faibles.

D'après les données thermo(baro)métriques (Bellahsen et al., 2019; Cochelin et al., 2018), thermo(géo)chronologiques (Fitzgerald et al., 1999; Jolivet et al., 2007c; Metcalf et al., 2009; Sinclair, 2005) et pétrographiques (Cochelin et al., 2018; Mouthereau et al., 2014), la température associée à la collision Alpine dans la Zone Axiale des Pyrénées n'a probablement pas dépassé les 300°C. Le contexte est donc défini par des conditions maximales de faciès schiste vert, ainsi qu'un régime à la transition entre cassant et ductile. Cependant, malgré leur emplacement dans des unités tectoniques similaires, les deux massifs étudiés ne suivent pas les mêmes variations P-T-t-σ.

Dans le massif de Bielsa, les dépôts de Trias et l'absence de couverture Jurassique supposent des conditions de subsurface jusqu'à la période Mi-Crétacé. Le dernier pic de température suppose un maximum de 250 °C (Airaghi et al., in review; Bellahsen et al., 2019) et est mis en évidence par les reset partiels de données ZFT (Bellahsen et al., 2019), les enregistrement Ar-Ar sur feldspaths-K (Jolivet et al., 2007c), ainsi que le set de données thermo(baro)métriques sur quartz et chlorite-phengite (Airaghi et al., in review; Bellahsen et al., 2019).

En revanche, les données thermo(géo)chronologiques et modélisations thermiques associées au massif de Maladeta suggèrent des températures de l'ordre de 300°C (Metcalf et al., 2009; Sinclair, 2005). De plus, les modèles associés aux figures de pôles de Maladeta supposent des températures plus élevées. Par conséquent, l'histoire thermostructurale de ces massifs tendent à montrer un pic de température associé à la compression alpine plus élevé dans le centre de la Zone Axiale (Maladeta) qu'à l'Ouest (Bielsa).

Cette analyse montrent des conditions de plus haut degré et notamment de plus hautes températures dans le massif de Maladeta. Ceci qui concorde avec la plus grande part d'accommodation ductile sur les quartz. Cependant, la circulation de fluides hydrothermaux dans le massif de Bielsa permet l'adoucissement de la roche par un métasomatisme de basse température (Wintsch et al., 1995) via la séricitisation (déstabilisation des feldspaths en micas blancs). De ce fait, l'assemblage et la texture de la roche est modifiée et permet la mise en place de nouveaux processus par la déformation des agrégats de micas blancs interconnectés.

4.4.3 Formation des phyllonites de Bielsa-Millares

Les processus de cataclase et de dilatance permettent la circulation ainsi que l'aspiration des fluides nécessaires à la déstabilisation des feldspath (Wibberley, 2005). L'altération progresse ensuite vers les bordures de ces derniers et développe de fins grains de micas blancs (entre 2 et 200µm ; Wintsch et al., 1995). L'altération progresse ensuite vers les bordures de ces derniers et développe de fins grains de micas blancs (entre 2 et 200 µm ; Wintsch et al., 1995). Ce processus est souvent associé à la cristallisation d'autres phases hydratées (chlorite, prehnite..), puisqu'il implique la circulation de fluides hydrothermaux (~250-400°C ; Handy et al., 2007).

Durant les premiers stades, le remplacement de la phase résistante (feldspath) par un minéral moins résistant produit un adoucissement de la roche (accentué par la baisse de taille des grains). De plus, la formation de ces nouveaux minéraux de muscovite sans déformation permet également d'effacer les effets du cristal-plastic work hardening. Durant l'épisode de compression alpine, la nucléation et la coalescence de microkink bands (MKB) provoque l'apparition de bandes de cisaillement (Shea and Kronenberg, 1992). Ces bandes de cisaillement permettent aux agrégats micacés de progresser comme des microfractures en formant des Interconnected Weak Layers (IWL ; Handy, 1994) et d'orienter les muscovites dans le plan de schistosité. Ainsi, la déformation principale pourrait-être gérée par le glissement intergranulaire non frictionnel et la superplasticité des micas blancs (Fig. 45e, 48a), d'autant plus facilement avec de fins micas et de longs agrégats (Shea and Kronenberg, 1993).

Les cartographies GROD et la misorientation locale donnée par la méthode EBSD suggèrent une déformation des quartz avant la formation des IWL, qui permettent d'accommoder la majorité de la déformation. Les cisaillements observés dans les plages de micas (Fig. 45e) pourraient permettre la coalescence des quartzs. Le glissement entre les couches de muscovites provoque la rotation et une friction entre les grains de quartz, ce qui pourrait expliquer la forme des grains dans les phyllonites I.

Les phyllonites II sont situées dans certaines zones de cisaillement de Bielsa à proximité des phyllonites I. La différence de texture pourrait-être due à un protolithe différent permettant la croissance d'une fraction significative (> 50%) de muscovite dans les phyllonites II. Cependant, les quartz de ces roches indiquent des conditions de plus haut degré que dans les phyllonites I (déformation ductile et recristallisation plus intense). De plus, les valeurs d'intensité de déformation enregistrée par la méthode de Fry sur les quartz (Fig. 50e) sont plus élevées. Cependant, la circulation de fluides a aussi pu permettre le développement de ce type de texture en facilitant certains phénomènes de recristallisation dynamique des quartz (GBM ; Fusseis and Handy, 2008), ainsi que le développement des micas.

4.4.4 Formation des textures mylonitiques

Dans le massif de Bielsa, les échantillons de « roche verte » sont pris dans le réseau anastomosé de zone de cisaillement. Cependant, la roche comporte un assemblage principalement quartzitique supposant des processus de cristallisation plus proches des mylonites de Maladeta. Ces éléments soulignent l'importance de l'assemblage du protolithe dans la sélection des processus accommodant la déformation.

En effet, l'échantillon ZA16-89 provenant des roches vertes suppose un protolithe basique correspondant à la mise en place de dykes tardi-varisques et mis en évidence dans la partie Ouest (Carreras et al., 1980) et Est (Majeste-Menjoulas, 1979) de la ZA. Ces dernières sont considérées comme déformées durant la collision alpine. Par ailleurs, les figures de pôle associées aux lentilles (reliques d'anciens minéraux) montrent un modèle pouvant être associée à des températures plus élevées (Fig. 55, 54). Ces dernières pourraient correspondre aux températures relatives à la mise en place des dykes, ainsi qu'aux éventuelles déformations synchrones.

Par ailleurs, les zones de cisaillement de Maladeta montrent une cinématique majoritairement dextre/senestre. De plus, les figures de pôles extraites des données EBSD supposent également une température de formation plus élevée que celle observée dans le massif de Bielsa. L'origine des zones de cisaillements (généralement dextres/senestres) des plutons de la Zone Axiale est encore discutée et a été successivement attribuée à la déformation Varisque (Carreras et al., 1980) ou à l'orogenèse Alpine (Soula et al., 1986) lorsqu'elles recoupent les dépôts Mésozoïques. Ainsi, l'enregistrement réalisé dans les zones de cisaillement de Maladeta et dans les roches « vertes » de Bielsa pourrait dater de la formation des minéraux analysés.

4.4.5 Conséquences sur le raccourcissement du prisme

Les phyllosilicates sont un minéral ubiquiste, tant dans les roches Paléozoïques que dans les plutons altérés, et correspondent aux conditions de faciès schiste vert associées au cycle Alpin. En

effet, les roches Paléozoïques associées aux structures majeures de la Zone Axiale sont majoritairement des micaschistes. Ce faciès partage donc un assemblage similaires à celui phyllonites I correspondant aux zones de cisaillement du massif de Bielsa. Ainsi, ces roches pourraient également partager des processus de déformation similaires. Par conséquent, les processus gérant l'accommodation de la déformation dans les roches de la ZA des Pyrénées, et in extenso, dans les prismes collisionnels « froids » associés au faciès schiste vert.

Par ailleurs, les zones déjà foliées présentant un réseau interconnecté constitué d'une phase faible avec une forte SPO, permet de faciliter la formation de bandes de cisaillement. Ainsi, à l'échelle du prisme orogénique les zones de cisaillement ou roches aux textures héritées possédant ces caractéristiques permettent la distribution de la déformation le long de nombreux cisaillements pouvant fonctionner sur la base de GBS sur les plans <001> des muscovites (Niemeijer and Spiers, 2005). La prépondérance de micaschistes Paléozoïques à proximité des grandes structures de la Zone Axiale souligne également cette tendance. En effet, une faille affaiblie par un processus de séricitisation peut permettre la localisation de la déformation et éviter la formation de nouvelles structures à proximité (Wibberley, 1999).

Est-il plus efficace d'affaiblir les roches de surface par une circulation de fluide ou par l'augmentation des conditions thermiques ? D'un côté, les échantillons de Maladeta suggèrent que l'augmentation de la température permet l'observation d'un plus grand nombre de processus actifs notamment sur la déformation des quartz. Cependant, l'hydratation des roches (e.g. massif de Bielsa) affaiblit les roches de manière plus efficace puisque cette dernière a pour effet : (i) la déstabilisation d'une phase résistante au profit d'une phase faible (permettant le développement de GBS et la super-plasticité des micas) ; (ii) l'accentuation de processus de recristallisation dynamique (migration de joint de grains). Cependant, ce type d'assemblage dont la déformation est accommodée par les phyllosilicates est également tributaire du taux de déformation. En effet, pour une forte vitesse de déformation (> 1µm/s) les muscovites ne peuvent plus accommoder la déformation par GBS et déformation plastique, mais forment des flux cataclastiques (Niemeijer and Spiers, 2005). En conséquence, l'hydratation peut permettre à la roche d'adopter un comportement à régime majoritairement ductile pour de faibles conditions P-T (Bauer et al., 2000). Au regard de l'importance que ce minéral peut avoir dans les processus de déformation des roches de surface, une étude plus poussée de la déformation des micas pourrait-être intéressante.

Synthèse

Les processus d'accommodation de la déformation dans les massifs de Bielsa et de Maladeta sont majoritairement tributaires des circulations de fluides hydrothermaux (permettant l'apparition d'un processus de séricitisation), ainsi que de la pétrologie initiale.

Dans Bielsa, les échantillons provenant des zones de cisaillement comprennent une plus grande fraction de phyllosilicates (20–50%) organisés en agrégats interconnectés (favorisé par une circulation hydrothermale). Ainsi, les roches de ce massif permettent l'accommodation d'une grande partie de la déformation sur ces minéraux (notamment par GBS, et cisaillement).

Dans Maladeta, la faible fraction de micas blancs (< 10%) et les conditions de plus haut degrés (T ~ 300°C) mènent à une plus large diversité de processus d'accommodation. Les plus courants sont (i) la recristallisation dynamique (BLG, SGR, GBM), (ii) l'intense déformation plastique des quartz, mais également (iii) la fracturation des feldspaths.

A l'instar des zones de cisaillement de Bielsa, l'assemblage Quartz-Muscovite (et la forte fraction de phyllosilicates) observable dans les roches Paléozoïques facilite l'accommodation de la déformation sur les micas blancs.

Ainsi, la lithologie associée aux roches de la Zone Axiale des Pyrénées a pu permettre une distribution de la déformation lors des phases de raccourcissement Alpines les plus lentes. Ces déformations sont principalement associées au cisaillement et au glissement entre les phyllosilicates, puisque ces dernières sont inhérentes au faciès schiste vert observé dans ce type de prisme orogénique.

5 K-Ar ages of small-sized white micas, Western Axial Zone, Pyrenees: a new in-situ approach

M. Waldner[1], S. Scaillet[2], N. Bellahsen[1], B. Dubacq[1], F. Mouthereau[3], C. Rosenberg [1]

[1] Sorbonne Université, CNRS-INSU, Institut des Sciences de la Terre de Paris, ISTeP UMR 7193, F-75005 Paris, France

[2] Université d'Orléans, ISTO, UMR 7327, 45071 Orléans, France

[3] Université Toulouse III – Paul Sabatier, Laboratoire GET, UMR 5563, Toulouse, France

(*corresponding author : maxime.waldner@upmc.fr)

Abstract

The Pyrenean Axial Zone was structured under green schist facies metamorphic conditions (< 300-350°C) most likely both during Variscan and Alpine orogeny. Moreover, deformation axes were very similar during both shortening events. Thus, the amount of Variscan vs Alpine shortening is difficult to decipher. In rocks deformed in such context, metamorphic phases (e.g., white micas) are usually very small in size, around 50 µm or less. conventional $^{40}Ar/^{39}Ar$ dating of such small minerals is complicated by argon recoil. We present a new in situ K-Ar approach by (i) argon acquisition by UV laser ablation and (ii) normalization of an average density of potassium into clusters to ablated volumes (coupling SEM and microprobe acquisitions). Five white mica-rich samples from the Bielsa granodiorite (western Axial Zone, Bielsa unit) located below the Gavarnie thrust were dated. Bielsa unit has been shortened in a distributed mode during the alpine orogeny and contains several phyllonitic reverse shear zones. Samples from non-deformed plutonic basement rocks provide in situ K/Ar ages on white micas mainly around 260-270 Ma. These ages mainly date the beginning of feldspar breakdown reactions during post magmatic cooling and confirm their pre-Alpine age. In deformed samples, micas provide partially reset younger in situ ages ranging from 260 Ma to ca60 Ma. This strongly suggests that the analyzed shear zones are Alpine in age and that they affected rocks metasomatosed during late-Variscan times. .This study first demonstrates the feasibility of in situ K/Ar dating of very small-sized (<50 µm) micas and illustrates the considerable potential for such an approach in the thermal-structural analysis of upper crustal rocks. It also shows that an early phases of low-T metasomatism affected the basement of the Axial Zone and controlled the mode of shortening during the Alpine cycle.

Keywords: Methodology, K-Ar in situ, argon, Pyrenees, small-sized white micas

5.1 Introduction

Green schist facies is a ubiquitous metamorphic facies in orogenic wedge. However, it is still often under-evaluated in structural reconstructions because of the small size of metamorphic phases that complexifies the geochronological approaches. Moreover, brittle-ductile conditions associated to such orogen could enhance fault or even shear zones development by LT-metasomatism (Handy, 1989). Indeed, brittle-ductile conditions suggest huge amount of retrogressed phyllosilicates leading to a weakening of basement by their coalescence into connected aggregates (Handy, 1994; Handy et al., 1999). These low grade shear zones could underwent in a large range of retrogressed plutonic massif (A. M. McCaig et al., 2000; McCaig, 1987; Monie et al., 1994; Wayne and McCaig, 1998) and therefore they have to be taken into account into deformation of orogenic prism. In a context of strong inheritance, the timing of each tectonic structure could be difficult to estimate without geochronological control.

$^{40}Ar/^{39}Ar$ on white mica dating provide metamorphism (Clauer, 2013; Dong et al., 1997), deformation (Skipton et al., 2017; Wang et al., 2016) and fault activity timing (Viola et al., 2013; Campani et al., 2010) at relatable conditions (T < 350°C). Such phyllonitic shear zones induce various microstructures coupled to a significant reduction of grain-size.

The main issue is a process known as "argon recoil" which avoid small-sized white micas dating (< 50 µm; Dong et al., 1995; McDougall et al., 1999). During irradiation, this process causes the loss of at least 10 % argon (depends of orientation of white micas) and therefore artificially increases the calculated ages (Clauer et al., 2012). ^{40}K-^{40}Ar and $^{40}Ar/^{39}Ar$ encapsulated methods (suggested by Dong et al., 1995; Foland et al., 1992; McDougall et al., 1999; Seidemann, 1976; Smith et al., 1993) avoid this recoil, but do not permit in situ dating of micro-structures. Therefore, a new ^{40}K-^{40}Ar in situ methodology without irradiation is explored by replacing conventional chemical analysis of potassium ^{40}K-^{40}Ar by an estimation combining SEM and microprobe measurements.

The study takes place into Bielsa granodioritic massif emplaced at ca. 305±5 Ma into paleozoic (meta-)sediments (Pik et al., in prep). The pluton is covered by Permo-Triassic and directly Cretaceous (Fig. 57b). However, the lack of Jurassic cover prevents for any precise thermochronological reconstruction of this area between emplacement and Upper Cretaceous onset of Pyrenean deformation. A large (geo-)thermochronological dataset is available (AFT, ZFT, (U-Th)/He on apatite and zircon, $^{40}Ar/^{39}Ar$ on biotite/K-Feldspar (Bellahsen, Submitted; Jolivet et al., 2007 ;Pik et al., in prep) and records a complex Alpine history in Bielsa. Thermometer on chlorite and RSCM data on sedimentary cover suggest that Bielsa never exceeded ca 300 °C after its

emplacement. The successive hydrothermal and tectonic events (Cochelin et al., 2018; Maurel et al., 2008) allowed the development of low grade phyllonitic reverse shear zones in plutonic massifs from Axial Zone which could be associated to Alpine deformation (Abd Elmola et al., 2018b; A. M. McCaig et al., 2000; McCaig and Miller, 1986; Wayne and McCaig, 1998). Near Urdiceto lake on Bielsa, folded Permo-Triassic is surrounded in plutonic basement by a network of phyllonitic shear zones (Fig. 57c) highlighting similar kinematics and orientation (van Staal et al., 2001). Therefore, the western Axial Zone of Pyrenees could be considered as a well suited area to initiate the development of K-Ar in situ. On this basis, we aim to highlight (re-)activation of alpine phyllonitic shear zones from western Axial Zone (Wayne and McCaig, 1998) to export a valuable tool usable on main debated Pyrenean structures.

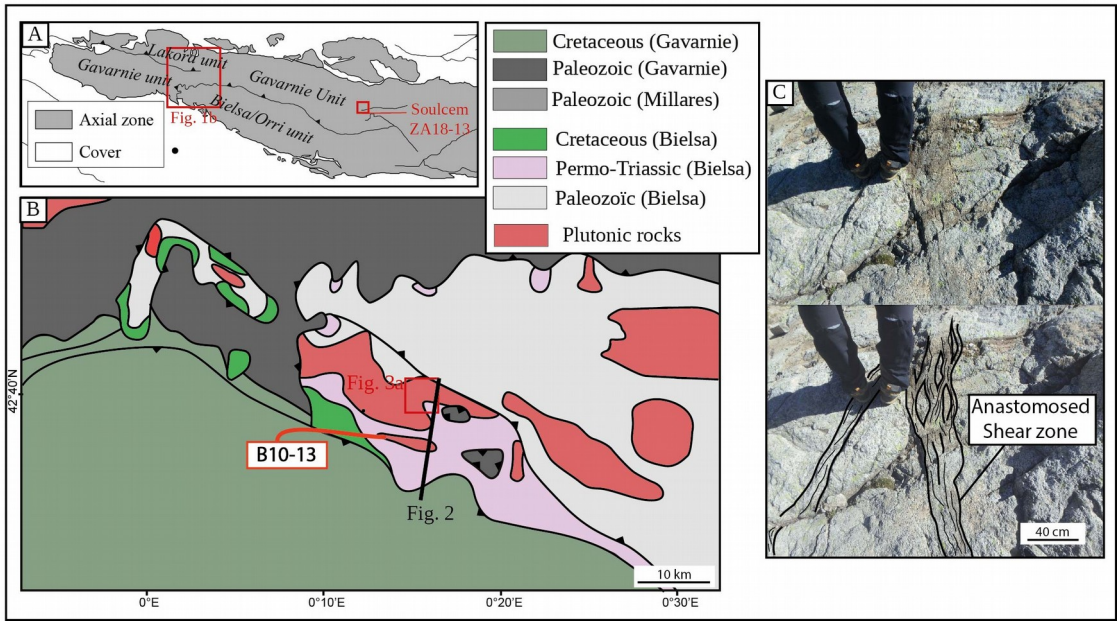


Figure 57: Geological field context: (A) Axial zone of Pyrenees comporting the major thrusts and tectonic units (Bielsa & Soulcem location); (B) Bielsa structural map (Urdiceto Lake location); (C) Centimetre-scale anastomosed shear zones

5.2 Geological setting

The Axial Zone of Pyrenees was formed during Alpine and Variscan deformations (Fig. 57a). After an rifting event during Mesozoic times, with a hyper-thinning of the crust around 90-110 Ma (Clerc and Lagabrielle, 2014; de Saint Blanquat et al., 2016; Golberg and Leyreloup, 1990; Lagabrielle et al., 2010; Masini et al., 2014; Vacherat et al., 2016), Therefore, the association of structures to a specific compression is strongly debated (Cochelin et al., 2018; Mouthereau et al., 2014; Muñoz, 1992b). At ca. 83 Ma, the collision between Iberian and European plates induced the formation of an asymmetric doubly vergent orogenic wedge (e.g., Mouthereau et al., 2014; Muñoz, 1992b). During upper Cretaceous times, the rift inversion occurred in the present-day North

Pyrenean Zone. Subsequently, the rift margin was shortened, in particular in the Axial Zone, where the Iberian margin started to shorten during late Cretaceous-early Paleogene times (Waldner et al., Submitted). The AZ deformed as an antiformal stack propagating toward the south and composed of several tectonic units (Bellahsen et al., 2019; Espurt et al., 2019; Jolivet et al., 2007c; Teixell et al., 2018). Those units are mostly composed of Paleozoic (meta-)sediments intruded by late Carboniferous/early Permian granodioritic plutons (Denèle et al., 2009; Laumonier et al., 2004).

The Western Axial Zone is divided into two main tectonic units (from north to south): Lakhora, the Gavarnie (including a Lakhora sub-unit) and the Guarga unit (including the Bielsa and the -Millarès sub-units). The Pic du Midi thrust and the Eaux-Chaudes shear zones defined the establish the border between Lakhora sub-unit in the northern and part of Gavarnie units (Fig. 57a). However, the easternmost part of these structure could by prolongated as a network of LT-mylonitic shear zones into Neouvielle pluton (Lamouroux et al., 1979). Moreover, Rb-Sr studies on mineralic veins highlight show that the Eaux Chaudes shear zone is Alpine in age deformation and fluid flows (ca. 48±2 Ma; Wayne and McCaig, 1998) into those mylonites. Below the Gavarnie thrust, the Bielsa-Millarès unit is part of the Guarga unit and mostly composed of a late variscan granodioritic massif (Bielsa massif) surrounded by Paleozoic rocks and covered by -Triassic “redbeds” and Cretaceous limestones. This unit is cut in two distinct sub-units respectively named Bielsa and Millarès (Fig. 57b ; Casas, 2003). . According to published data from (Casas, 2003), a thrust is probably located just below Bielsa unit without reaching the surface. Bielsa and Millarès were also part of an older unit named Guarga (Labaume et al., 1985) before the activation of Bielsa thrust at early Miocene (Jolivet et al., 2007c).

Thermostructural evolution of Bielsa is described by a large thermochronological and geochronological dataset especially related to last stages of Alpine deformation. After emplacement of Bielsa pluton at ca. 305 Ma (Pik et al., in prep), the Permo-Triassic magmatic cooling is suggested by partial reset of Ar-Ar on K-feldspar or biotites between 202 and 284 Ma (Jolivet et al., 2007c) and potentially ZFT ages between 143 and 161 Ma (Bellahsen et al., 2019). During the mid-Cretaceous rifting, the unit may have experienced a hotter-than-normal geotherm. According to the gap of Jurassic deposits, a shallow depth is assumed from late Triassic to late Cretaceous transgression (Jolivet et al., 2007c). The unit was then buried below the Gavarnie unit at around 40 Ma (Abd Elmola et al., 2018a; Bellahsen et al., 2019), which induced maximal temperatures below 200°C orup to 250°C (Bellahsen et al., 2019; Jolivet et al., 2007b). At temperature peak, the shortening was distributed as attested by km-scale folds of the basement top and subsequently localized on crustal ramps that exhumed the unit (Bellahsen et al., 2019). The final cooling stage of Bielsa is attested by highlighted by AFT data from 20 to 11 Ma and successively lead by Guarga

thrusts and Bielsa thrust (Jolivet et al., 2007b). The Permo-Triassic cover could have been folded during an internal deformation of the Unit induced by syn-exhumation tilting of Bielsa (Casas, 2003). According to Bellahsen et al (2019), folds could instead be considered as a genetic link between steep faults in basement and the cover interface antiforms (the latter may localize close to the former; Fig. 58; Bellahsen et al., 2019).

In shear zones and thrusts, fluid flows occurred with were largely studied on the southernmost units (Lacroix et al., 2014; A.M McCaig et al., 2000b; Wayne and McCaig, 1998). Petrographic analysis and inclusions suggest fluid circulations at maximal temperatures of 300 – 350 °C in the western Axial Zone (Henderson and McCaig, 1996). The origin of these fluids is probably originated from related to crystallization of marine halite according to high ratio of Br/Cl (Banks et al., 1994; A. M. McCaig et al., 2000; Wayne and McCaig, 1998). These hyper salted brines were possibly driven by a seismic pumping (Sibson et al., 1975) and a pressure differential related to connected porosity induced by deformation (A. M. McCaig et al., 2000). According to Pb-Zn deposits and fluid inclusions in Bielsa, brines were probably stocked and circulated into folds of lower Triassic and Cretaceous (A.M McCaig et al., 2000b). During the extension rifting, brines were pumped into basement fractures and veins (thanks to dilatancy; McCaig et al., 2000). while new marine fluids penetrated the rocks. Finally, fluids were expelled at onset of Alpine collision (A.M McCaig et al., 2000a). However, the density of salted brines suggests a fluids stayed in fault system and enhanced metasomatism during the whole deformation (A. M. McCaig et al., 2000).

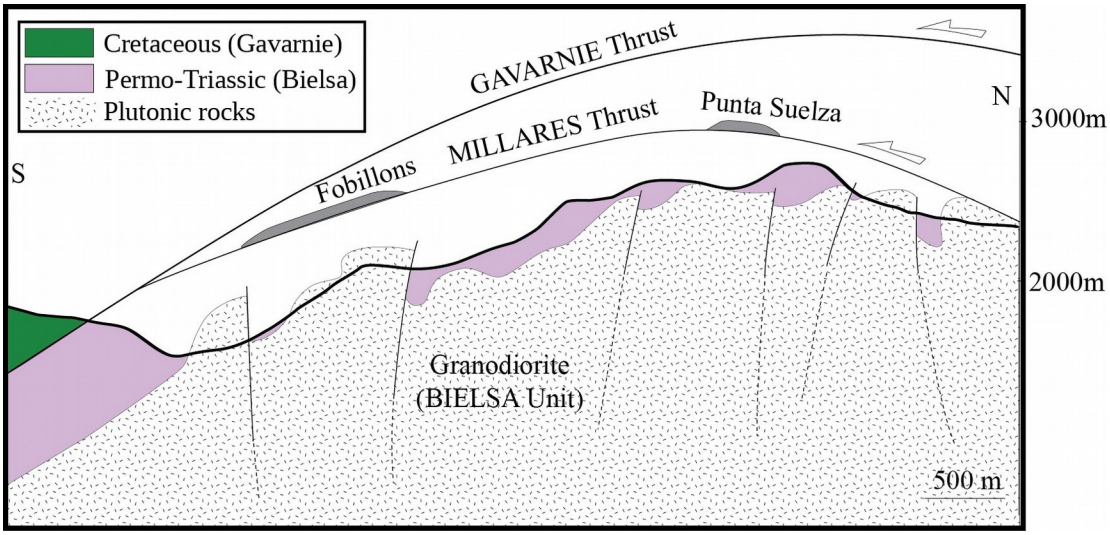


Figure 58: Cross-section of Bielsa Unit (readapted from Bellahsen et al., 2019): Formation of folded Permo-Triassic

5.3 Sampling and analytical approach

The plutonic massifs and Paleozoic metasedimentary basement from Pyrenean Axial Zone comports a significant amount of phyllonitic shear zones. In Bielsa massif, network of shear zones show aggregates of small-sized white micas (< 50 µm) which therefore complicates conventional

$^{40}Ar/^{39}Ar$ dating due to Argon recoil. Thus, K-Ar in situ dating aims to constrain the last activation of those distributed deformation with a direct textural control.

5.3.1 Sampling

The K-Ar in situ approach (on fine-grained white micas) requires samples with pure aggregates (continuous under analyzed surface) to avoid shooting other minerals such as chlorites or feldspars. At least 60 spots (Ø = 100 µm) were ablated to ensure a robust statistical analysis of the results. Moreover, we selected samples with a homogeneous mica chemical composition.

Five samples were selected from the Bielsa on altered granodioritic basement from Bielsa and on millimetre to metre-scale anastomosed shear zones network. As expected, folded Permo-Triassic suggests post-Variscan deformation of surrounding reverse shear zones (Fig. 59a).

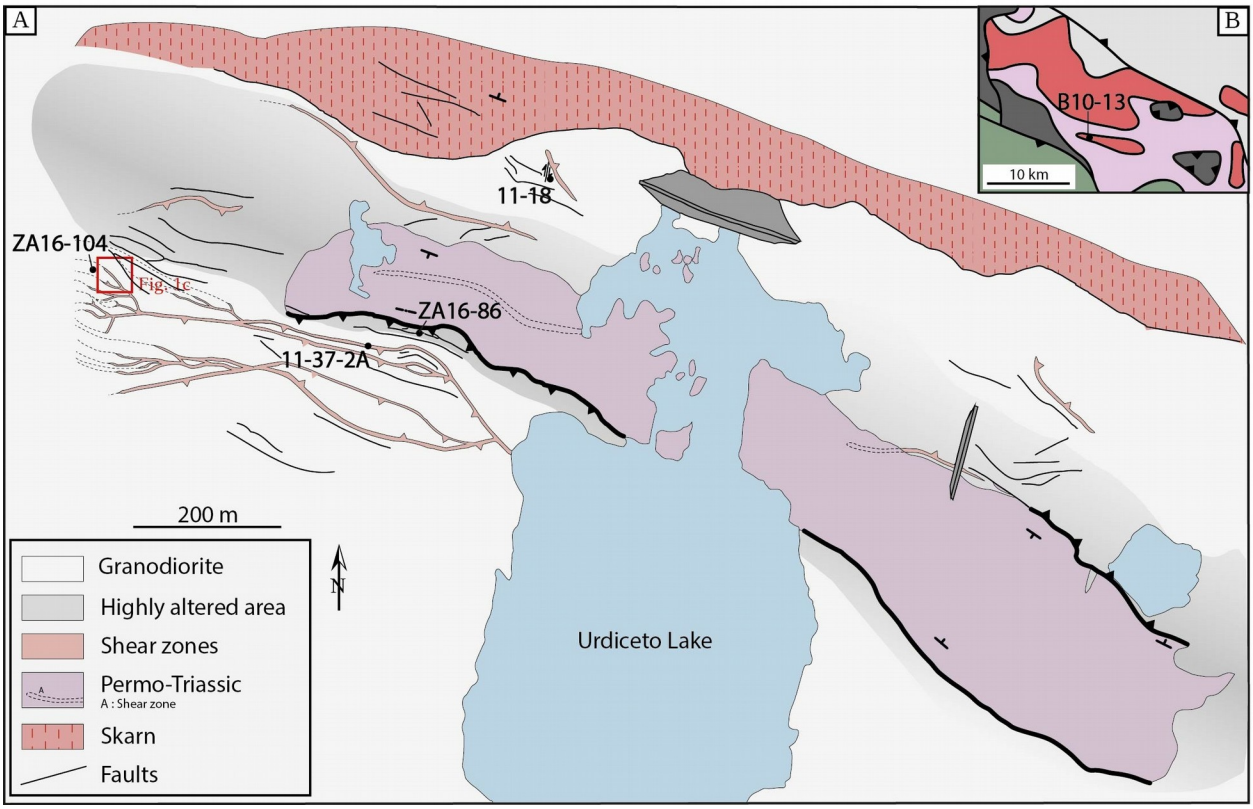


Figure 59: Local structural map & Sample location: (A) Urdiceto Lake comporting folded Permo-Triassic associated to network of phyllonitic reverse shear zones; (B) Location of B10-13 in the basement near a Permo-Triassic contact in the valley

The assemblage usually consists of quartz, altered feldspars, white micas and chlorite. Various textures were selected: (i) slightly altered and deformed granodiorite; (ii) phylonite I, which contain clusters of fine grained white micas; (iii) phyllonite II showing wide range of elongated white micas. LT-metasomatism under green schist conditions induces a destabilization of feldspars into small-sized white micas. According to statistical estimation of grainsize distribution (Fig. 60) combining optical microscopy on 200 grains and a numerical treatment of photographs, the samples show two populations: one small sized from 2 to 15 µm and a larger sized one with variable ranges

depending on the microstructures. Considering an average aspect ratio of ~ 0.4 (estimated by imageJ software), the largest white micas represent between than 75 and 93% of the volume of clusters in each sample. However, some samples contain micas mostly associated with chlorites which preclude K-Ar in situ dating (Fig. 61afh), but enable chlorite-phengite thermobarometry.

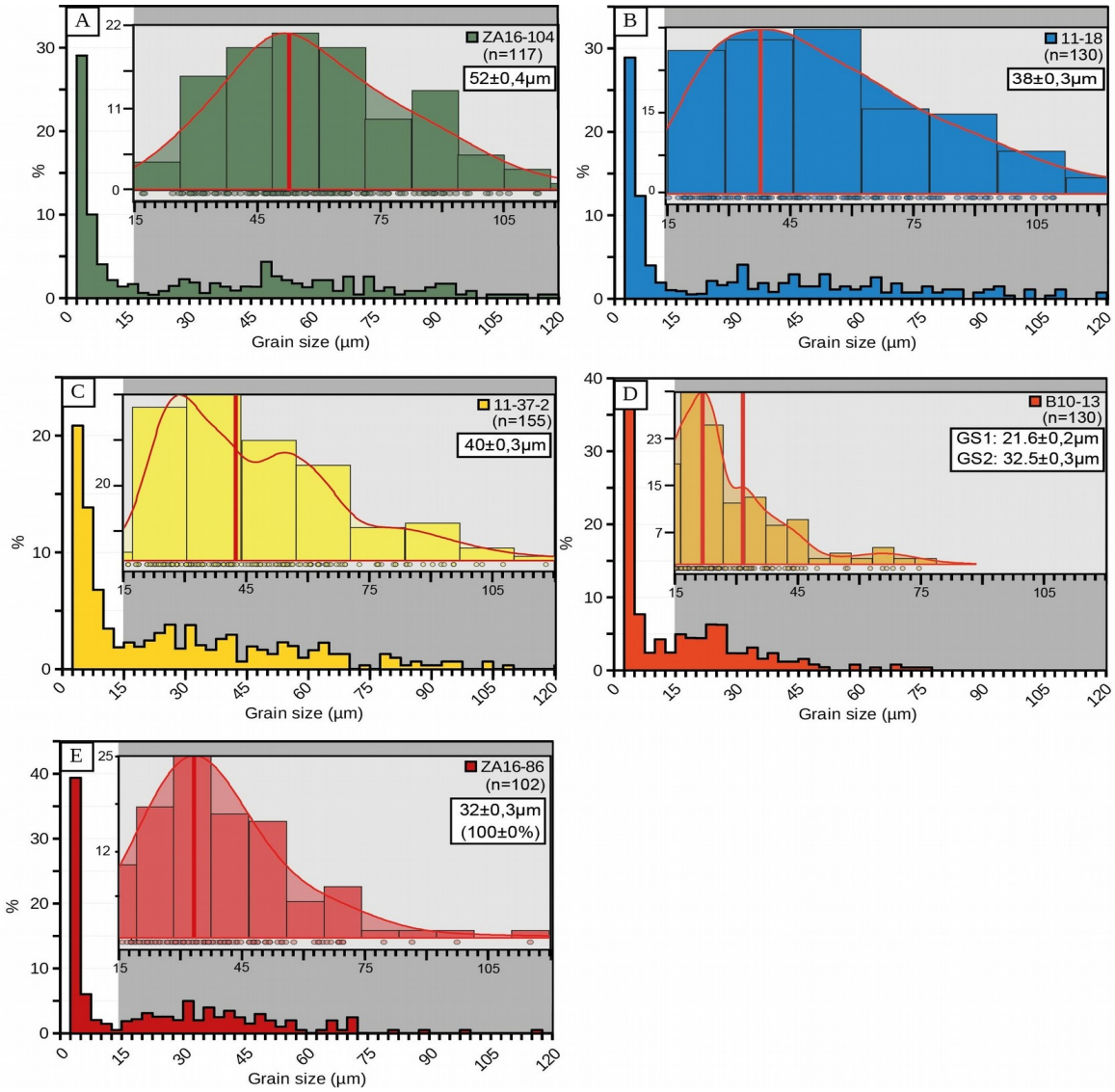


Figure 60: Estimation of grain size distribution: (A) ZA16-104 ; (B) 11-18 ; (C) 11-37-2 ; (D) B10-13 ; (E) ZA16-86

Less deformed rocks are represented by ZA16-104 and sampled in granodioritic Bielsa basement (Fig. 59a). It is located SW of the fold of Triassic cover crossing Urdiceto lake (Urdiceto syncline; Bellahsen et al., 2019). In this sample, feldspars are partly altered into phyllosilicates. Few deformation is highlighted by crystallized calcite in fractures and cataclased quartz (Fig. 61a). The mineralogic assemblage comports few chloritized biotites. Small sized white micas were formed into destabilized feldspar which are still observable behind large muscovites aggregates (approx. 26% of the rock). Some shear bands can be observed into white micas clusters (Fig. 61b) and a large range of grain size is observable from 2 to 120 µm with a mean size of 52 µm.

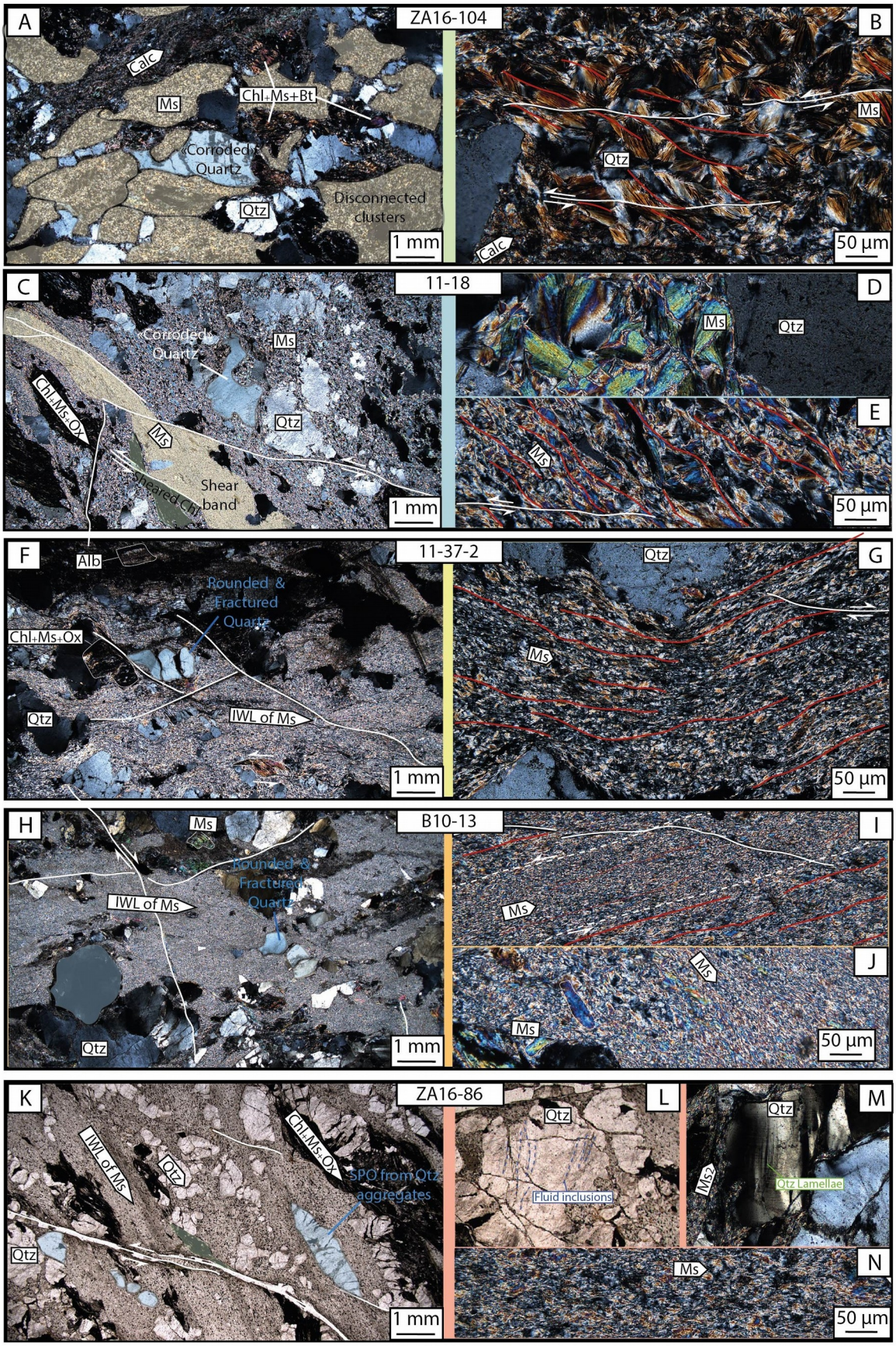


Figure 61: Sampled textures from Urdiceto lake, Bielsa : (A) General texture of ZA16-104 with angular quartz, muscovite and few/no deformation; (B) Zoom of ZA16-104 large muscovites which are oriented and sheared; (C) General texture of 11-18; (D) Zoom on 11-18 large muscovites; (E) Zoom on 11-18 small oriented muscovites; (F) General texture of 11-37-2; (G) Zoom on 11-37-2 small sheared and oriented muscovites; (H) General texture of B10-13; (I) Localised deformation with decrease of grain size into B10-13 interconnected weak layers (IWL); (J) Two grain size populations of muscovites; (K) General texture of ZA16-86; (L) Zoom on fluid inclusions in large rounded quartz; (M) Lamellae on large quartz from phyllonites I; (N) Zoom on ZA16-86 small oriented and sheared

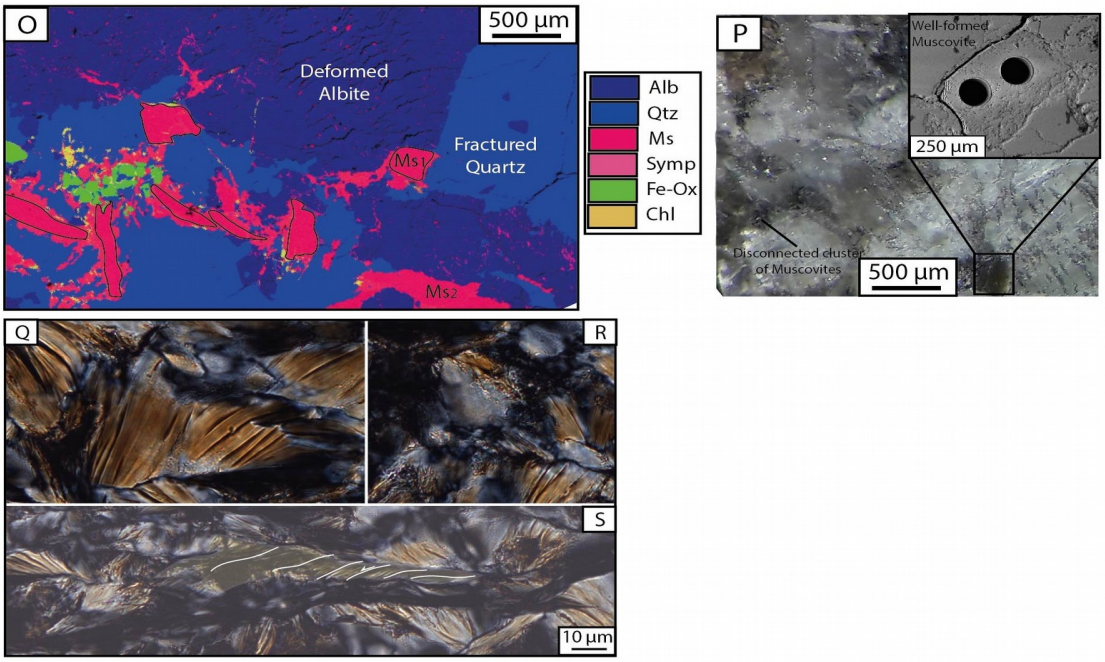


Figure 61: Sampled textures from Soulcem granite : (A) Elemental map (MeB) showing global texture of ZA18-13 with two types of muscovites; (B) Aggregates and well-formed muscovite

The sample 11-18 is a slightly more deformed granodiorite located into another faulted area North of the Urdiceto syncline (Fig. 61a). The assemblage is similar to the previous sample with a higher amount of phyllosilicates. The "corroded shape" of quartz suggests a significant alteration (Fig. 61c) and a stronger deformation is attested by schistosity and shear zones in phyllosilicates and oxides. Moreover, millimeter scale aggregates of white micas are slightly connected and represent ~ 30% of the rock. Muscovites grain size populations are in the same range than sample ZA16-104, i.e., between 2 and 120 µm with a lower average size of 38 µm due to a decrease of grain size into some shear bands (Fig. 61d).

Phyllonites I such as ZA16-86 are defined by interconnected weak layer (IWL; Handy, 1994) formed by clusters of phyllosilicates (mostly white micas) and punctuated by aggregates of large rounded quartz. The schistosity is marked by phyllosilicates and the strong SPO of quartz aggregates (Fig. 61k). The largest ones often contain fluid inclusions (Fig. 61l) and sometimes strong internal deformation (such as lamellae structures; Fig. 61m). Primary biotites, amphiboles and most of feldspars are completely destabilized. The sample ZA16-86 is located into a highly altered area surrounding Urdiceto syncline (Fig. 59a). The matrix consist of large interconnected aggregates of white micas, representing around 58% of the sample. This phyllonite I has smaller grain size with a range from 2 to 60 µm with an average at 32 µm (Fig. 60n).

11-37-2 was sampled into the network of shear zone in the south of Urdiceto syncline (Fig. 59a). Quartz are mostly rounded, but could look also corroded and fractured like in altered

basement. However, deformation consists of schistosity, and therefore deformation is also highlighted by shearing of large muscovites, low SPO of quartz aggregates (Fig. 61f) and some bulging in quartz. Moreover, despite few resisting feldspars, cluster of white mica are connected and represent a significant fraction of the rock (~ 43%). The range of mica grain size is between the range of ZA16-86 and ZA16-104 (2 to 100 µm) with a low average around 40 µm (Fig. 61g).

The last sample from Bielsa (B10-13) was sampled into the highly-altered area near a fold of Permo-Triassic (Parzan syncline) located 6 kilometers to the West of Urdiceto Lake (Fig. 59b). The texture is close from to the one of sample ZA16-86 but without chlorites. However, quartz are larger, fractured and rounded, but do not strongly mark the schistosity. The rock seems to accommodate deformation by its extremely large aggregates of white mica (representing ~ 63% of the sample) comporting shear bands. Grain size is strongly reduced to an average between 21,6 and 32,5 µm. By sampling B10-13, we aim to generalize our geochronological dating to the whole unit.

An extra sample, ZA18-13, was dated in order to validate the approach followed here. This sample is from prospected into the pluton of Soulcem (Fig. 57a) and will be treated separately. In this pluton, This tardi-Variscan granitic pegmatite was emplaced into metasedimentary basement. Rb-Sr dating was performed on muscovite and K-Feldspar with ages respectively at 294.4±2,8 Ma and 271,.9±2 Ma, respectively (Majoor, 1988). These rocks also underwent Alpine compression deformation in the and correspond to the western extremity of a distributed transversal inversereverse left-lateral sinistral shear zone supposed to be linked to the Merens fault (McCaig, 1984) dated around 60 Ma by Ar/Ar on muscovites (Maurel, 2003; McCaig and Miller, 1986) reactivating the Merens shear zone (McCaig and Miller, 1986). Therefore, these rocks gave us an opportunity of dating two populations of white micas associated to Soulcem emplacement and Alpine mylonitization. . Unfortunately white micas represent a small fraction of the rock (Fig. 61op) estimated to 6 % with two population (differing by grain size; Fig. 61op). However, two populations could be identified: (i) small aggregates comporting fine grained white micas (< 50 µm) regularly associated to chlorite and small Fe-oxides; (ii) well-formedlarge white micas from (100 to 400 µm) long.

5.3.2 Analytical approach

$^{40}K/^{40}Ar$ in situ methodology requires three measurements: (i) potassium content, (ii) argon content, and (iii) ablated volume. Two analysis sessions on the five samples were performed. A disk 10-mm large and 3 mm-thick was drilled in each polished sample section oriented parallel to the XZ plane.

5.3.2.1 Chemical analysis

The chemical composition of phyllosilicates (white micas for geochronology and thermobarometry and chlorites for thermobarometry) is obtained by coupling scanning electron microscopy (SEM) and microprobe acquisition.

Scanning electron microscopy (SEM) was performed on a Zeiss Supra 55VP device associated to a SSD detector PTG Sahara allowing imaging and elemental mapping in energy-dispersive spectroscopy mode. A fine elemental cartography (800x600 px ; 1 px ~ 2,1 µm²) was performed to detect potential problematic minerals (in particular such as chlorites or prehnite which could also trap secondary fluids in order to avoid ablating them) or potential zonation into clusters and therefore evaluate potassium disparity (K-Maps).

Electron probe micro-analyses were obtained on a Cameca SX-5 apparatus (Camparis service, Sorbonne University, Paris, France). About 30 punctual analysis were acquired in classical analytical condition (15 kV acceleration voltage and 10 nA beam size in wavelenght-dispersive spectroscopy mode). Microprobe was calibrated thanks to diopside (Ca, Mg, Si), MnTiO3 (Mn, Ti), orthoclase (K, Al), Fe2O3 (Fe), albite (Na) and Cr2O3 (Cr) standards. Chemistry of white micas is divided into relative end-members fractions (with associated mass and volumes), which allows an estimation of potassium density in the analysed clusters.

5.3.2.2 Argon acquisition by laser ablation

Both two analysis sessions, argon acquisition is performed on a mass spectrometer (ISTO, Orléans) and mainly follows Ar/Ar in situ methodology. Samples are cleaned and put into boreholes under vacuum. Clusters of white mica are shot several times (from 50 to 100 spots, depending of suitable area) by UV laser. During the second session, a replaceable stool is added to the montage to avoid accumulation of sublimed material under the borehole. During the first session, this material reduced the efficiency of laser ablation and induced a drastic reduction of argon signal. The laser is calibrated to shot between 800 to 600 times (~ 40s) per ablation spot to preserve a good ratio between aperture and depth of each pit. The released gas is purified and isotopes of argon are analyzed into the mass spectrometer. Contrary to methods involving irradiation, the timing of acquisition can be reduced by avoiding measurement of ^{39}Ar and ^{37}Ar. The size of ablation spot was also adjusted (from several 125x125 µm to Ø=100 µm during the second session).

During each argon acquisition, calibration of Argon signal (conversion to an Argon content) is performed by total fusion of 15 to 17 weighted sanidines as known standard (2017: Alter Creek sanidine; 2018: Fish Canyon sanidines) thanks to a CO_2 laser. The standard deviation linked to the

conversion is fixed at 10% (overestimated) for the following results. The induced propagated error will be smoothed by the multiplicity of analysis on a same sample.

5.3.2.3 Ablated volume estimates and age calculation

The conversion of potassium density into a molar content for each ablation spot requires an estimation of ablated volumes. Two devices were used: Pheonix Nanotom M (ISTO, Orléans) and Keyence VHX-5000 (ENS, Paris). The nanotomographic analysis permits a numerical reconstruction of complex volumes by X-Ray without destruction. This method is commonly used to estimate internal multiscale fracturation or porosity. Therefore, ablation spots are isolated from air to facilitate volume estimation with CT-3D software. For this purpose, samples are returned and fixed on an alumina plot. The low density of alumina avoids artifacts due to a strong contrast of density. To maintain a good ratio between acquisition time and precision, voxel size was fixed at 5 μm^3. After few corrections, volumes are acquired by ImageJ and CT-3D softwares. Reconstruction of samples by nanotomography also helps to evaluate the continuity of aggregates under their surface by observing the variation of density. The numerical microscopy reconstructs volumes by a compilation of pictures with a large range of focus with a step of 0.8µm between each photograph.
After corrections on samples and standards, argon signals and potassium content are converted into molar value relative to each ablation spot. Finally, $^{40}Ar/^{40}K$ ratio permits the calculation of 50 to 100 in situ ages per sample with an error propagated through acquisition steps.

5.4 Results

5.4.1 Chemical composition

To reduce potential deviation on potassium estimates, chemical measurements on same sample of each session were not merged (Table 1). Therefore, the improvements on analytical method permitted to lower the dispersion for XMg (~ 2%), Si content (~ 1.5%) and volumetric mass of potassium (~ 1,6%).

In phyllosilicates, XMg seems to be anti-correlated to strain (marked by texture; Table 1). In white micas, a gradual decrease of XMg (50-60 %) is observed from ZA16-104 granodiorite (XMg ~ 0.7) to B10-13 and ZA16-86 (XMg ~ 0.4) sampled in shear zones. Into chlorite from those samples, A slightly lower decrease of XMg is also observed (from 0.5 to 0.3) and highlights a similar relative gain of Fe (17-60%) and loss of Mg (30-43 %) for both phyllosilicates during deformation and alteration process. Moreover, ZA16-86 is slightly out of the trend with a XMg lower than expected. The sample from Soulcem pegmatite also shows muscovite with clearly the lowest Si content and XMg ratio.

Table. K-Ar Total chemical results on muscovites

Sample	11-18	ZA16-104	11-37-2	B10-13	ZA16-86	ZA18-13	ZA16-104	11-37-2	B10-13	ZA16-86	Me
Session	1	1	1	1	1	2	2	2	2	2	9
SiO2	48,35	48,71	47,34	48,21	48,05	47,27	48,79	47,37	48,17	47,91	
TiO2	0,05	0,10	0,17	0,13	0,05	0,02	0,10	0,16	0,12	0,05	
Al2O3	32,19	33,93	33,43	33,72	33,65	33,43	33,68	33,35	33,61	33,54	
Cr2O3	0,01	0,01	0,01	0,00	0,00	-0,02	0,01	0,01	0,00	0,00	
FeO	1,21	1,38	2,05	1,53	2,71	1,48	1,36	2,00	1,54	2,61	
MnO	0,03	0,01	0,02	0,01	0,01	0,02	0,01	0,02	0,01	0,02	
MgO	1,74	1,25	1,50	1,03	0,89	0,30	1,26	1,47	1,03	0,87	
CaO	0,02	0,06	0,02	0,04	0,03	0,09	0,07	0,03	0,05	0,03	
Na2O	0,12	0,15	0,17	0,14	0,23	0,71	0,16	0,17	0,15	0,27	
K2O	8,56	10,46	9,53	10,69	10,35	10,95	10,48	9,62	10,76	10,22	
Total	92,28	96,07	94,24	95,51	95,98	94,25	95,93	94,19	95,45	95,51	
Si	3,26	3,20	3,17	3,19	3,18	3,19	3,21	3,17	3,19	3,18	
Ti	0,00	0,01	0,01	0,01	0,00	0,00	0,00	0,01	0,01	0,00	
Al	2,56	2,63	2,64	2,63	2,63	2,66	2,61	2,63	2,63	2,63	
Cr	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	
Fe	0,07	0,08	0,12	0,09	0,15	0,08	0,07	0,11	0,09	0,14	
Mn	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	
Mg	0,18	0,12	0,15	0,10	0,09	0,03	0,12	0,15	0,10	0,09	
Ca	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,01	0,00	0,00	0,00	
Na	0,02	0,02	0,02	0,02	0,03	0,09	0,02	0,02	0,02	0,03	
K	0,74	0,88	0,81	0,90	0,87	0,94	0,88	0,82	0,91	0,87	
X Mg	0,716	0,625	0,576	0,547	0,375	0,27	0,62	0,57	0,54	0,37	
Density	2,857	2,864	2,872	2,861	2,876	2,87	2,86	2,87	2,86	2,87	
mV(K)	0,210	0,247	0,230	0,254	0,246	0,26	0,25	0,23	0,26	0,24	

Table 1: Representative analysis of phyllosilicates (K-Ar in situ)

Table. Thermobarometry Total chemical results

Sample	11-18	ZA16-104	11-37-2	B10-13	ZA16-86	ZA16-99	Sample	11-18	ZA16-104	11-37-2	B10-13	ZA16-86
Mineral	Muscovite						Mineral	Chlorite				
SiO2	46,6	48,5	47,6	48,0	47,9	49,8	SiO2	27,1	26,4	25,3	24,5	25,2
TiO2	0,1	0,1	0,1	0,7	0,1	0,1	TiO2	0,1	0,1	1,6	0,0	0,1
Al2O3	31,0	33,7	33,8	33,5	33,7	31,4	Al2O3	21,6	20,7	21,3	22,4	23,1
Cr2O3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	Cr2O3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
FeO	2,5	1,7	2,2	1,5	2,8	2,1	FeO	22,3	25,7	26,3	31,5	30,0
MnO	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	MnO	0,6	0,4	0,3	0,1	0,0
MgO	2,1	1,4	1,4	1,0	0,9	1,4	MgO	13,8	13,6	12,0	7,7	8,6
CaO	3,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	CaO	1,6	0,1	0,0	0,2	0,0
Na2O	0,4	0,1	0,2	0,1	0,2	0,8	Na2O	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
K2O	6,7	10,3	9,8	10,7	10,4	7,7	K2O	0,1	0,1	0,1	0,4	0,6
Total	92,5	95,9	95,2	95,7	96,0	93,4	Total	87,4	87,1	87,0	86,9	87,7
Si	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,3	Si	2,8	2,8	2,7	2,7	2,7
Ti	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	Ti	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0
Al	2,5	2,6	2,6	2,6	2,6	2,5	Al	2,6	2,6	2,7	2,9	2,9
Cr	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	Cr	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Fe	0,2	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	Fe	2,0	2,3	2,4	2,9	2,7
Mn	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	Mn	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0
Mg	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	Mg	2,2	2,2	1,9	1,3	1,4
Ca	0,2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	Ca	0,2	0,0	0,0	0,0	0,0
Na	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	Na	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
K	0,6	0,9	0,8	0,9	0,9	0,7	K	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1
XMg	0,63	0,62	0,55	0,55	0,37	0,58	XMg	0,50	0,49	0,44	0,30	0,34

Table 1: (Continuation) Representative analysis of phyllosilicates (Thermobarometry)

Contrary to XMg, the estimate of potassium concentration into clusters of white mica is not impacted by a textural variation (Fig. 62a). However, the fraction of pyrophyllite (and therefore vacancies) is anti-correlated with potassium concentration. Increasing pyrophyllite fraction linearly decreases potassium content of white micas *(*following volumetric mass of potassium calculated as *– 2.75E-3 %Py + 0.275* with %Py the fraction of pyrophyllite; *Fig. 62a)*. Volumetric mass of potassium is estimated at ca. 0.275 g/cm3 for a muscovitic end-member. However, the pyrophyllite fraction varies between 0 and 35% and can therefore decrease the concentration of potassium up to ca. 0.18 g/cm^3 in samples from Bielsa.

Ternary compositional diagram of white micas allows to discuss evolution of volumetric mass of potassium (%Prl) and also to deduce global P-T conditions (%Cel). The white micas clearly show a muscovitic composition (Fig. 62b). We can consider them as illites close to a phengitic composition (Dubacq et al., 2010), but associated to low P-T grades. Minerals from 11-37-2 and ZA18-13 seem to be slightly more dispersed with lower fraction of muscovitic end-member equitably divided between celadonite and pyrophyllite, which could induce potassium heterogeneities.

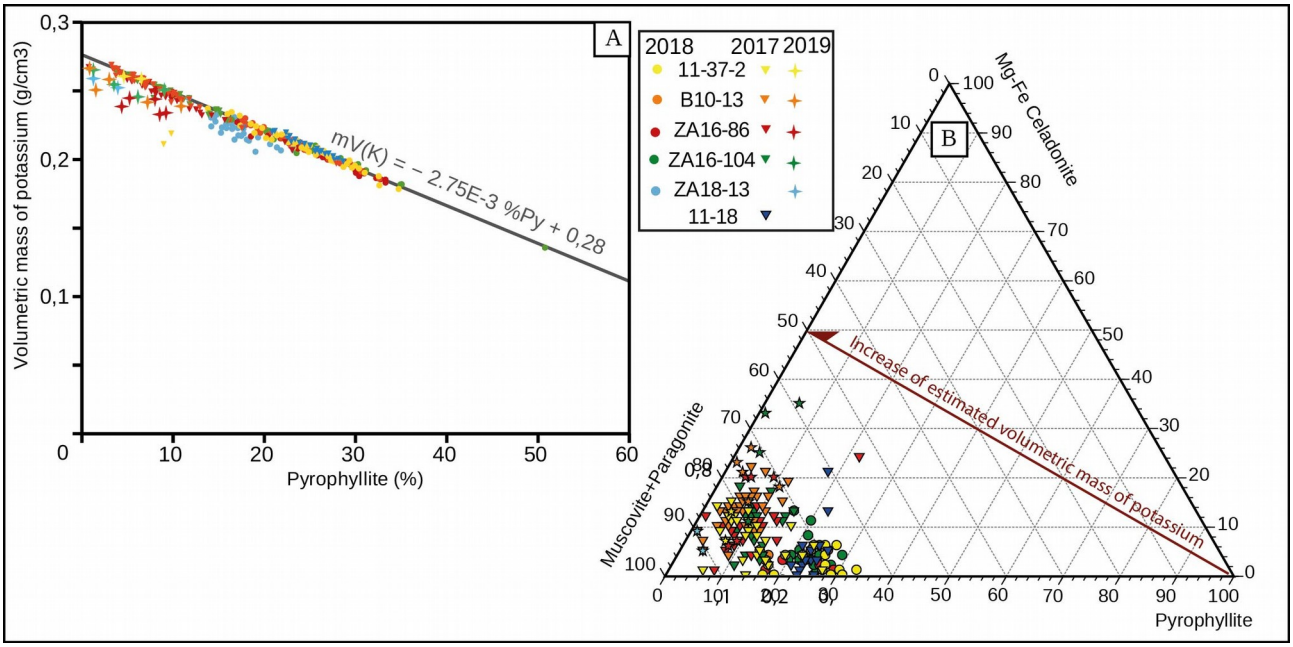


Figure 62: Composition of white micas: (A) Influence of pyrophyllite content (vacancies) on volumetric mass of potassium; (B) Ternary compositional diagram of white micas

5.4.2 Ablated volume estimates

$^{40}K/^{40}Ar$ in situ geochronology requires precise estimates of ablated volumes which directly impact both argon and potassium estimations. As explained previously, control of laser ablation was improved during the second session of measurement and permitted to decrease the laser intensity (from 1500cps to 800-600cps). Therefore the regular measurements estimate volumes between 8 10^5 and 1 10^6 µm³ (Fig. 63ace) with an ablated depth around 120±40 µm (Fig. 64a).

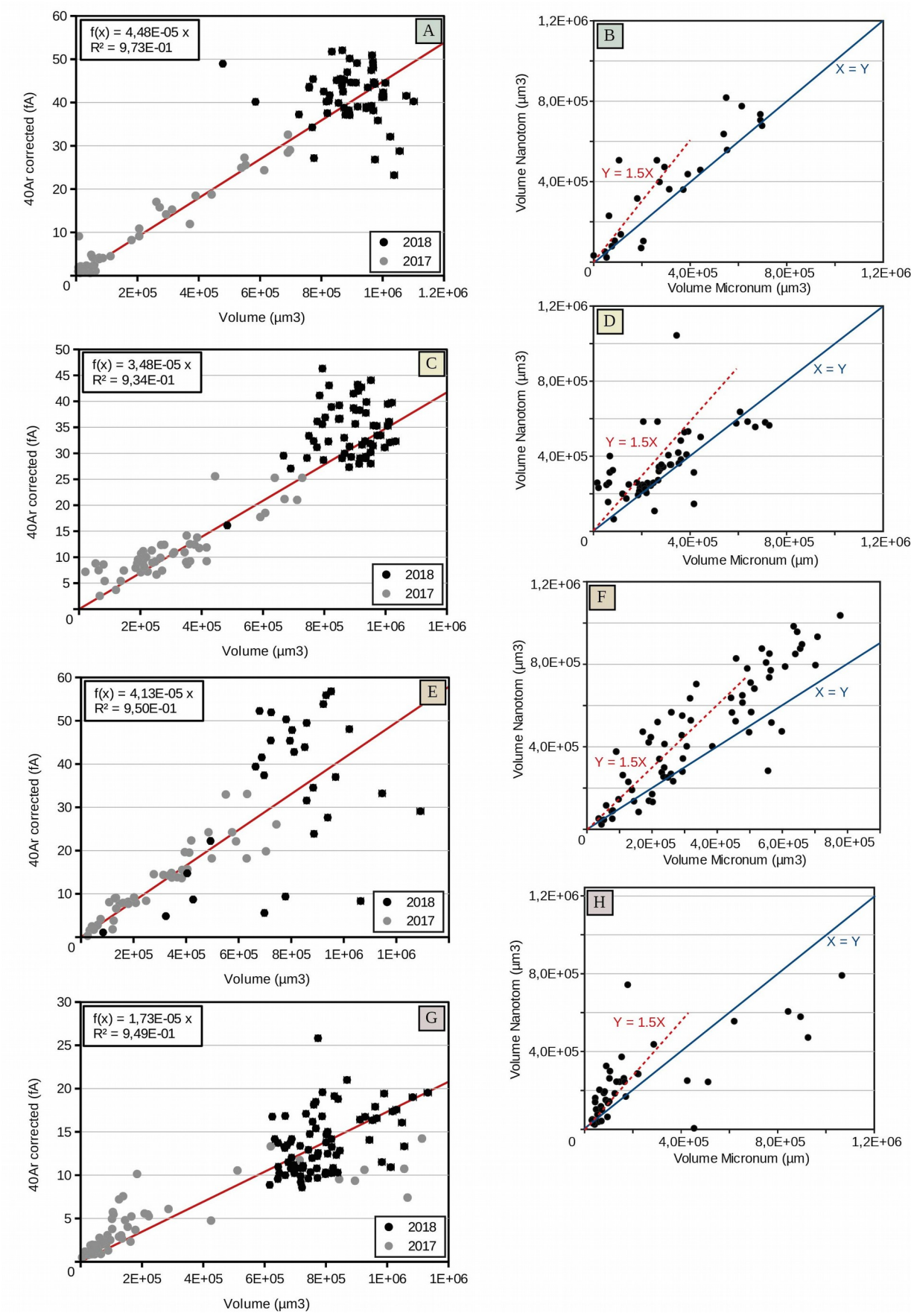


Figure 63: Volume estimation and devices comparison: Corrected released 40Ar (fA) vs estimated volumes by numerical microscopy (left); Comparison nanotomography vs numerical microscopy vablated volume estimations (right); (AB) ZA16-104; (CD) 11-37-2; (EF) B10-13; (GH) ZA16-86

Numerical microscopy gives evaluation of ablated volume marked by a clear correlation with released argon (^{40}Ar ~ 8-12 10^{-21} moles/µm^3) and therefore show a relative homogeneity in Argon repartition. However, ZA16-86 shows lower value (ca. 3,94 10^{-21} moles/µm^3). An eventual misestimation on volume estimates due to the darker color of the sample is possible, but the variation could be due to a lower argon content in deformed samples. This hypothesis is also supported by the strong dispersion of argon signal relative to estimated volumes in B10-13 (Fig. 63c). This dispersion is still observable after improvements on ablation control and could be explained by an effective variation of argon concentration through the sample.

Nanotomographer shows the aggregates of white mica are continuous under the surface. The nanotomographer results also show higher volume estimations (~ +33%; Fig. 63bdf) compared to numerical microscopy data. However, numerical microscope and SEM imaging show conic spit bottoms (Fig. 64a), contrary to nanotomographer which seems to assume flat bottoms probably induced by a too large voxel size (Fig. 64b). Therefore it seems to confirm the nanotomographic overestimation. Numerical microscope will be used for volume estimates.

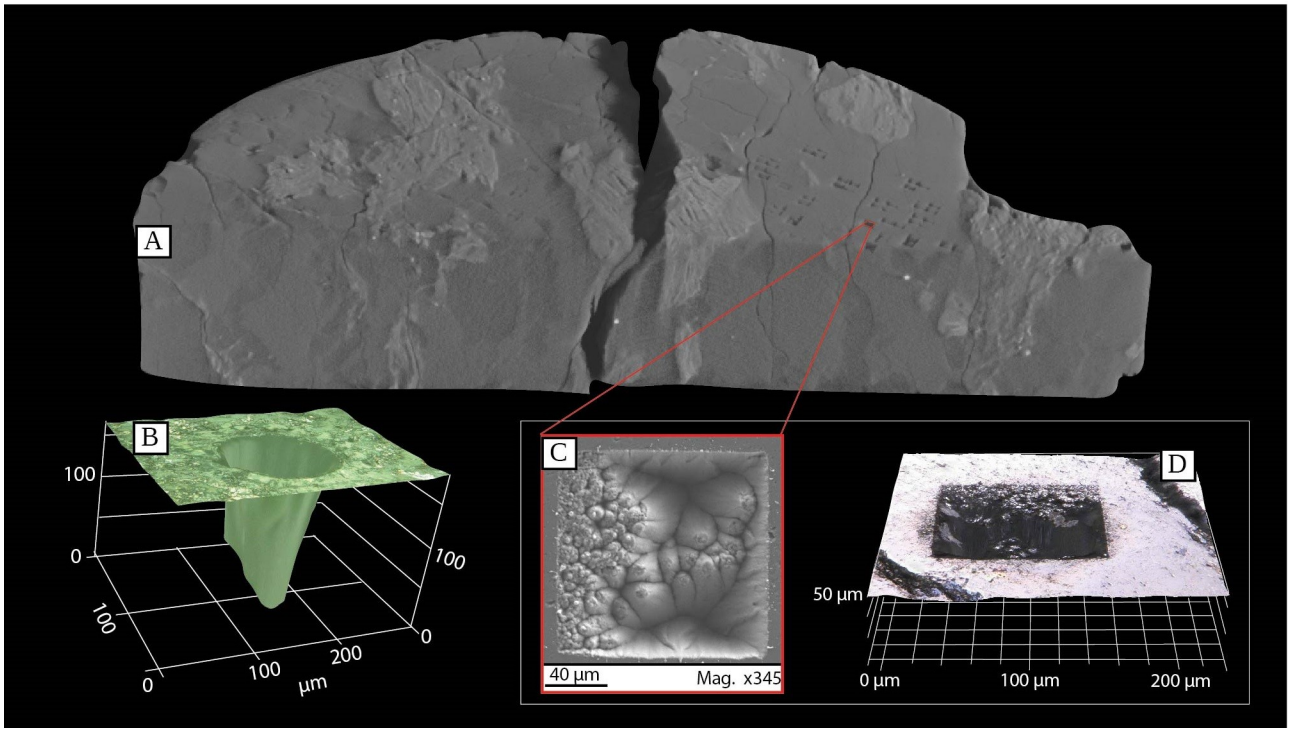


Figure 64: Volumetric reconstructions : (A) Estimation of aggregates continuity at depths; (B) Well ablated conic spot (by Numerical microscope); (C) Irregular ablated spot (by MEB imaging); (D) Irregular ablated spot (by Numerical microscope)

The evolution of theoretical error from numerical microscope Keyence VHX-5000 acquisitions was obtained by repetitive analysis on different spot sizes (about 20 analysis per spot). The optical characteristics relative to ablated material (reflectivity, contrast..) could influence volume estimates. Therefore, the measurements are performed directly on samples. Relative error on volume estimation is almost constant for volumes higher than 2 10^5 µm³, but drastically

increases under this value. The strong irregularities observed on small spots could complicate numerical reconstructions and therefore explain misestimation (Fig 64c). As previously suggested, the error also seems to depend of analyzed material and its optical characteristics (Reflectivity, brightness or contrast). According to our dataset, an average error (standard deviation) in function of measured volume is estimated at $2\sigma = 5\ 10^{-2}\ V^{0,913}$ µm *(with V the estimated volume)*.

5.4.3 Thermobarometry

Multi-equilibrium thermobarometry is performed on previously described Chl-Phg assemblages (Fig. 65a, c, f, h). from four samples with different textures: (i) altered granodiorite (ZA16-104, 11-18); (ii) phyllonites I (B10-13 ; 11-37-2). The shallow depth suggested by thermochronological history of Bielsa (Jolivet et al., 2007; Bellahsen et al., 2019) allows to fix an expected pressure between 1.4 – 2 kbar.

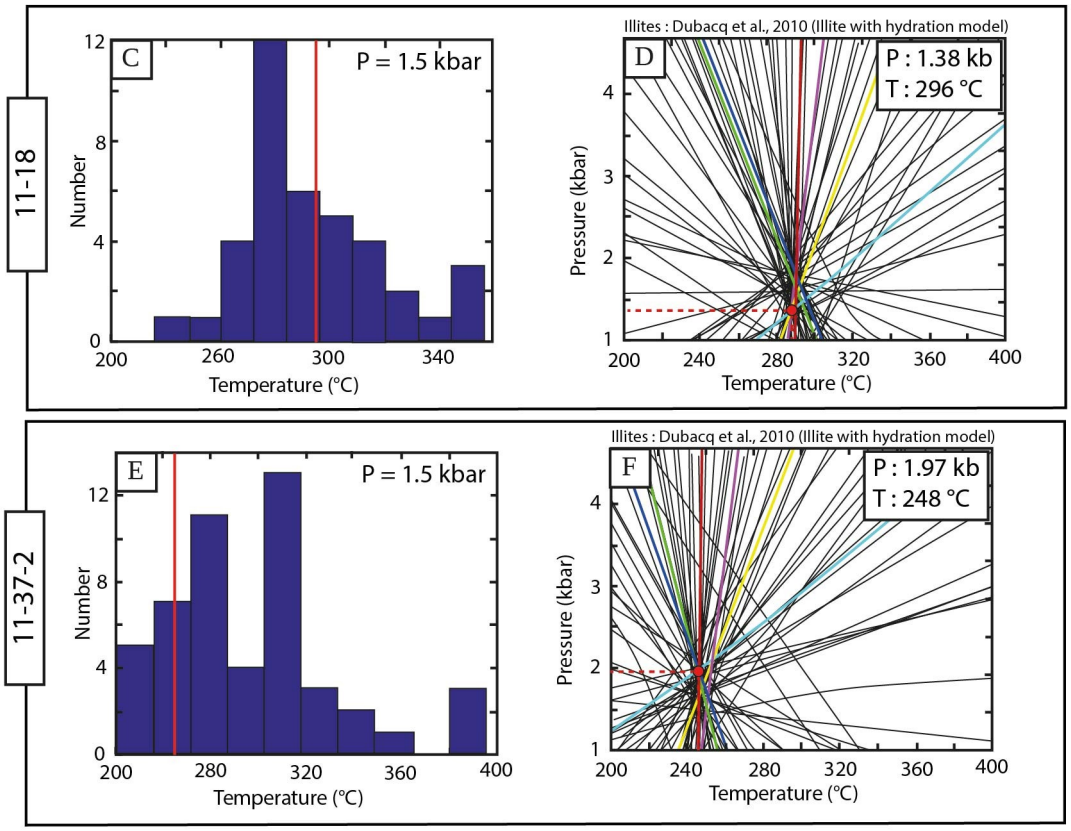


Figure 65: P-T estimations (Chl-Phg thermobarometry; Dubacq et al., 2010): Histogram of temperatures according to chlorite thermometry (left) ; P-T estimation according to Chlorite-Phengite assemblage (Dubacq et al., 2010) ; (AB) ZA16-104 ; (CD) 11-18 (EF) 11-37-2 ; (GH) B10-13

Under these pressure conditions, the most stable equilibrium between chlorites and muscovites is calculated for each sample and define expected P-T conditions. Into altered basement (11-18) the formation of white micas is estimated between 296±50 °C (Fig. 65a, b). The sample from altered shear zones (such as B10-13 or ZA16-86) shows approximately the same results with a

temperature of ca. 278±50 °C. The mylonitic sample from anastomosed shear zones (11-37-2) gives a slightly lower temperature of 248±50°C (Fig. 65c, d) with a large range between 200 and 360°C (Fig. 65c). As expected, crystallization of white mica underwent at similar P-T condition estimated between 1.4 and 2 kbar with a temperature at ca. 280±50 °C. This method will further help to interpret the origin of K-Ar in situ ages (crystallization vs. cooling).

5.4.4 In situ K-Ar ages

Grain size variability could induce variable closure temperature and therefore increase the dispersion. To overcome the dispersion, data are plotted by different ways using MSWD-test and binomial law from Radialplotter software (Vermeesch, 2009) to determine potential populations. As shown on Fig. 66, a strong decrease of dispersion is observed from first to second session and low ablated volumes induce a strong deviation on K-Ar dating. Therefore, small-sized spots were not considered. The location of each age is reported in appendices (Fig. 73, 74, 75, 76, 77 & 78).

The less altered granodiorite represented by ZA16-104 (Fig. 66c) show the largest population of ages (~90%) centered on a peak at ca. 276.4±4.9 Ma during the second session and the trend is confirmed by results from the first session (263±5.9 Ma). Despite the lower dispersion (~ 18%) during the second session, confirms the first results and also suggests a younger peak at ca. 164±12 Ma (pop. ~ 10%; MSWD ~ 1)

The slightly altered and fractured granodiorite (11-18) was only dated during the first analytical session (Fig. 66a). One main peak containing 55% of the ages is identified at ca. 262±15Ma (MSWD ~ 1.2) on 33 spots and confirms the Permian population from ZA16-104.

The sample from shear zone network (11-37-2) shows slightly younger Triassic ages (Fig. 66d). Both sessions show dispersed ages (see appendice Fig. 73) between Jurassic and the emplacement of Permian times (or even emplacement of Bielsa massif at ca. 305±5 Ma; Pik et al., in prep). During the second session the range of ages is centered on a peak at 222.8±4.6 Ma with a low dispersion at ca. 8%. During the first session, the binomial low (Radialplotter) support two populations 184±10 Ma (pop. ~ 40%) and 253±11 Ma (pop. ~ 55%). However, the low ablated volume enhance the dispersion therefore the central age of 219±4,6Ma could be considered.

In shear zones from the altered area close to the Permo-Triassic contact, ZA16-86 phyllonite shows the youngest age populations compared to previous samples and dispersed from Mid- to Late-Mesozoic times. The second session shows results supporting two Cretaceous peaks (Fig. 66f). at ca. 90.4±2.3Ma (pop. ~ 65.5%) and 128.5±6.6 (pop. ~ 34,5%) which could be merged into one population at ca. 105.3±2.6 Ma. While the first session contains many low ablated volumes producing dispersed results especially on oldest populations. Therefore, only the youngest peak at

66.7±2.9 Ma (pop. ~ 17%) could be considered. Furthermore, quartz containing fluid inclusion from phyllonites I (such as ZA16-86 and 11-37-2) were ablated and show a ^{40}Ar signal close to those from white micas (see appendice Fig. 75, 77).

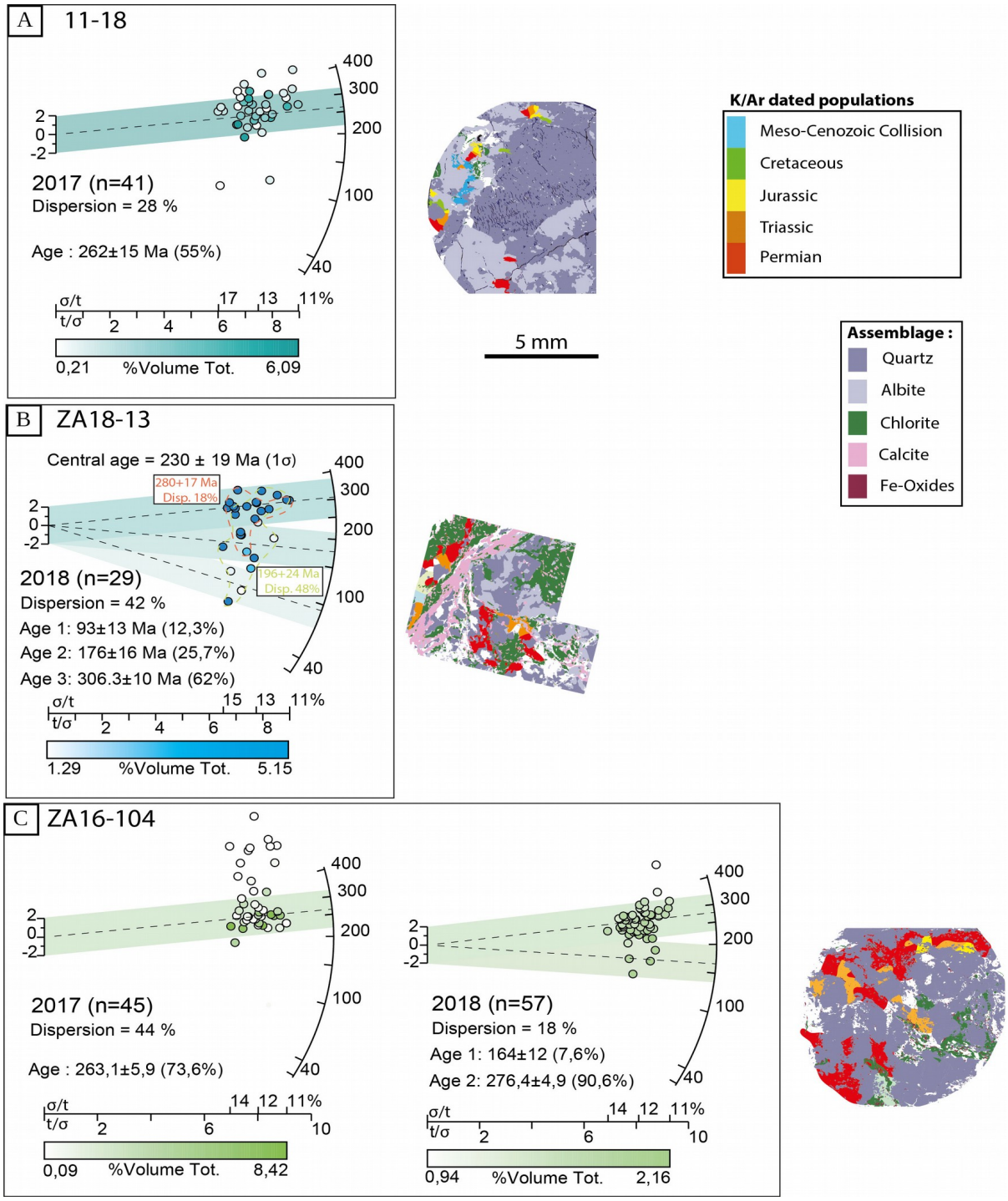
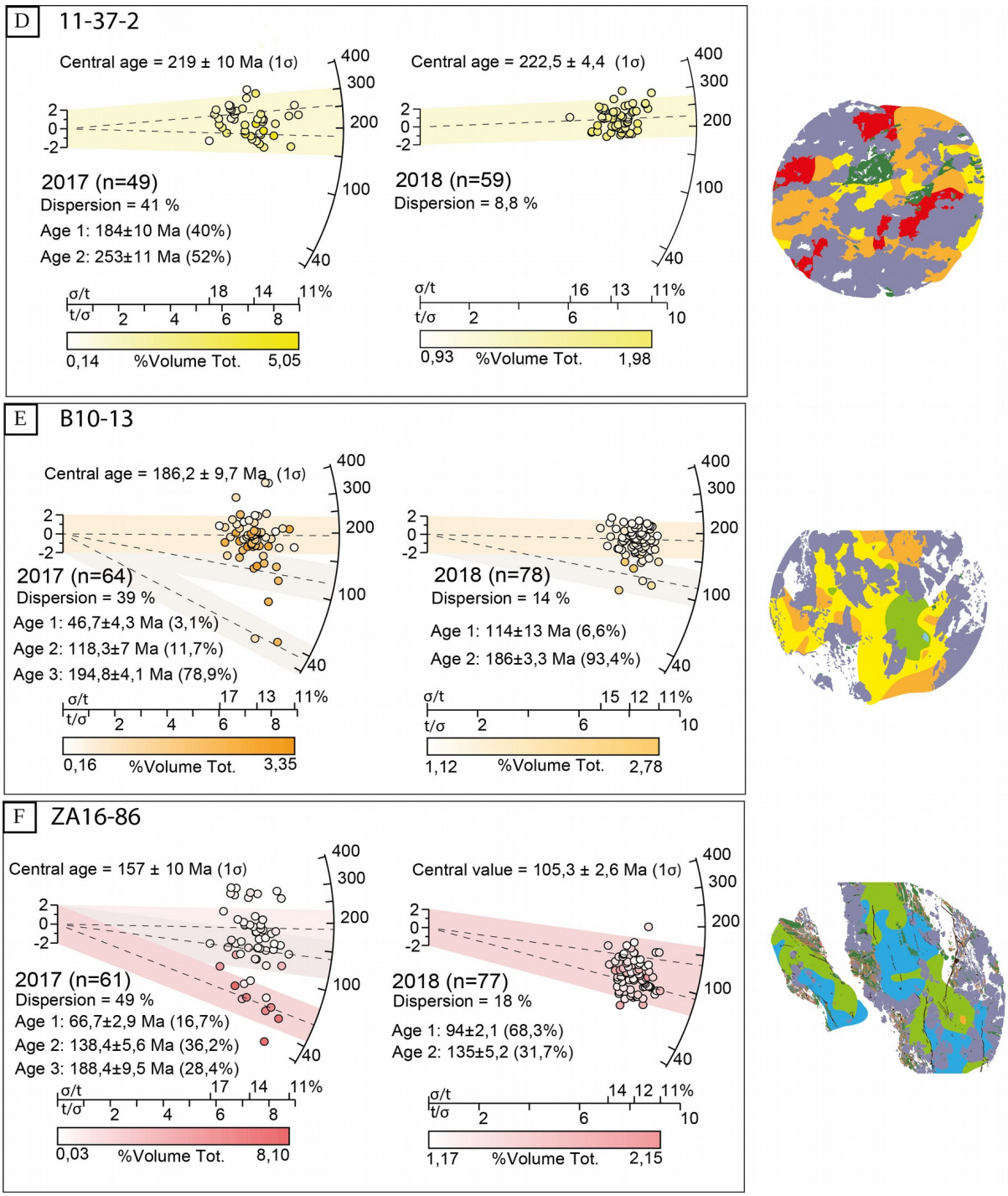


Figure 66: Radialplot of K-Ar in situ ages (from both 2017/2018 analytic sessions) and location of the main populations on samples; (A) 11-18 ; (B) ZA18-13 ; (C) ZA16-104; (D) 11-37-2; (E) B10-13; (F) ZA16-86. Ablated volume per dated spot is represented by a colorimetric scale in each point representing a measured ablation pit. The populations of ages and their relative confidence intervals determined by Radialplotter software (Vermeesh et al., 2009) are respectively represented by dashed lines and the colored part.

The phyllonite B10-13, close to Parzan syncline, shows intermediate results between the ages of samples 11-37-2 and ZA16-86 with two main Jurassic (pop. ~ 90%) and Cretaceous (pop. ~ 10%) peaks. During the second session, those are respectively dated at 186±3.3 Ma and 114±13 Ma, and at 194.8±4.1 Ma and 118.3±7 Ma (Fig. 66e).



Figure

Figure 66: (Continuation) Radialplot of K-Ar in situ ages (from both 2017/2018 analytic sessions) and location of the main populations on samples; (A) 11-18 ; (B) ZA18-13 ; (C) ZA16-104; (D) 11-37-2; (E) B10-13; (F) ZA16-86. Ablated volume per dated spot is represented by a colorimetric scale in each point representing a measured ablation pit. The populations of ages and their relative confidence intervals determined by Radialplotter software (Vermeesh et al., 2009) are respectively represented by dashed lines and the colored part.

The sample from Soulcem pegmatite (ZA18-13) only comports few ablation spot (32) due to the lack of muscovites. Recorded ages show a strong dispersion (~ 60%) between 68 and 396 Ma (Fig. 66b). Unfortunately, only 23 spots are younger than the dated formation of Soulcem (Majoor, 1988). However, the low size of muscovite clusters could have induced an ablation of other minerals (such as quartz or chlorite). Therefore only the largest white micas are considered and show a population of ages at 280±17 Ma some Myrs after the granitic emplacement (see appendice Fig. 78). However, a significant fraction of ablation pit show a Meso-Cenozoic range of ages up to ca 60 Ma (Fig. 66b).

5.5 Discussion

5.5.1 Robustness of in-situ K-Ar ages

At this state of development, the new K-Ar insitu protocol is approximately as efficient as conventional Ar-Ar on small white micas. It avoid the loss of ca. 10% of argon content by "argon recoil" whereas the propagated error caused by the numerous measurements makes it slightly less accurate than conventional protocol. However, the major sources of deviation are identified and their acquisition may be improved: (i) the estimation of ablated volume and (ii) the conversion between argon signal and content.

Estimation of ablated volume is one of the two main sources of deviation by impacting both argon signal and potassium content analysis on each spot. Moreover, small irregular pits could also increase relative error. Therefore, $^{40}K/^{40}Ar$ in situ dating requires to choose the most accurate device between numerical microscopy and nanotomographer. Nanotomographer and numerical microscopy with 3D digital scanning shows a good reproducibility with a relative error of ca. 1.5 % for high volumes (> $2 \cdot 10^5$ µm^3). However, volumes below $2 \cdot 10^5$ µm^3 are not considered due to the strong error. According to Hulsbosch et al (2019) numerical microscope reduces uncertainties by avoiding estimation of pit as cylinder (Halter et al., 2002) which usually induces an overestimation with a factor of ca. 1.77±0.22. A similar variation with a factor of ca. 1.5 (~ 33 % higher; Fig. 63b, d, f) is observed with nanotomographer and SEM imaging of ablated spots seems to confirm the conic shape of ablation pit's bottom (Fig. 64d). These elements highlight the nanotomographer overestimation on ablated volumes estimates.

The misestimation of nanotomographer is certainly linked to the sharp resolution fixed (5µm^3 voxels) to reduce the acquisition timing which easily reaches two days per samples including corrections. Timing of acquisition linked to numerical microscope allows to fix Z-step at only 0.8 µm (distance between two pictures). Moreover, an estimation of error could be rapidly acquired and

oversteps the misestimation associated to sample optical characteristics. Therefore, numerical microscopy is certainly the most efficient tool to acquire ablated volumes. However, imaging of continuity of aggregates at depth is only estimated by nanotomographer (at least ~ 1 mm deep, except on ZA18-13; Fig. 64a), which is useful for samples with small clusters of muscovites.

The second main source of deviation is the calibration of the spectrometer's sensibility. Several standard minerals were chosen (see above). Their ablation was supposed to bring a linear correlation between argon signal and their weight. The correlation was observed but not as well constrained as expected. However, this unexpected deviation is offset by (i) very low blanks signal with an ambient noise controlled between each measurement, (ii) the large amount of analyzed spot on each sample, and (ii) a daily control of spectrometer deviation thanks to known air volumes analyzed each night by the spectrometer. Thus, the uncertainties on the argon signal conversion was fixed to 10 % and is probably overestimated.

Estimated potassium content, and therefore K-Ar dating, is also dependent of SEM and microprobe calibration, as attested by the variation of potassium between the two sessions (ca. 11.7%). However, during each session, estimated potassium content seems to be well constrained with a variation of ca. 1,6 %. Nevertheless, successive SEM or Microprobe analysis, especially at high magnifications, could affect the chemical estimates Flude et al. (2013) by (i) an eletro-migration and therefore a loss of potassium, (ii) and a potential implantation of atmospheric argon during sample charging

ZA18-13 shows K/Ar age around 280±17 Ma (located on large muscovites from 100 to 400 µm long; Fig. 66f; see appendice Fig. 78). This is consistent with published Rb-Sr dating on muscovites at 294,4±2,8 Ma (Majoor, 1988). Thus, this strongly suggests that the approach developed here is robust and provides reliable ages. These ages are interpreted as cooling ages, at least for the largest grains. The gradual decrease of K-Ar ages with muscovite size could be linked to a reset during an alpine event as also recorded by previous Ar-Ar dating around 60 Ma (Maurel, 2003; McCaig and Miller, 1986).

5.5.2 Formation of phyllonitic shear zones & involved processes

In the Bielsa basement, the rocks first experienced a LT-metasomatism with the destabilisation of feldspar into small white micas (from 2 to 120 µm; Fig. 61). The formation of LT-phyllonitic shear zones are usually led by a combination of fluid circulation and deformation (Fig. 67 ; McCaig and Miller, 1986; Oriolo et al., 2018). LT-Metasomatism most likely occurred during Permo-Triassic times (see below). Subsequently, Interconnected weak layers of mica developed

thanks to deformation (Fusseis and Handy, 2008; Handy, 1994; Handy et al., 1999) due to to Alpine shearing and fracturing. The growth of mica finally permitted the development of phyllonites (with a mica matrix surrounding fractured quartz).

Chloritization of biotites and amphiboles, relics of Fe-oxides, sericitization of feldspar and calcite precipitation (Fig. 61) attest for significant fluid circulations. Moreover, in deformed samples, quartz contains many fluid inclusions (Fig. 61l; as in shear zones from Neouvielle; Jolivet et al., 2007; Wayne and McCaig, 1998). This confirms that hydrothermal fluid circulations (from 250 to 550 °C) occurred (Beamud et al., 2011; Cochelin et al., 2018; Jolivet et al., 2007b; A. M. McCaig et al., 2000; Oliva-Urcia, 2018) and attributed to Mesozoic times. Moreover, argon acquisitions on quartz from phyllonites I show a significant argon content, similar to muscovites records. Therefore, it could support an argon circulation induced by fluids flow.

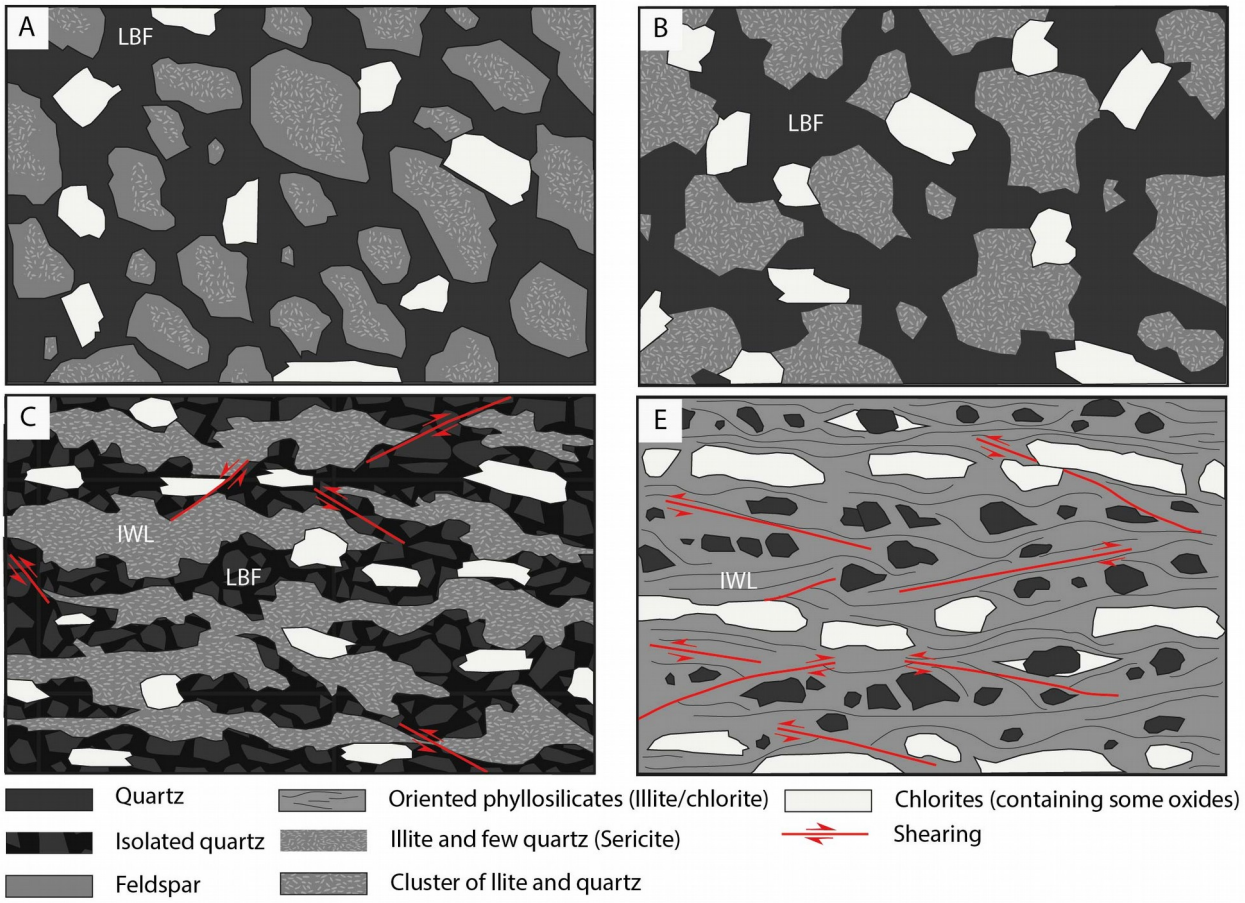


Figure 67: Textural evolution of samples from Urdiceto lake: (A) Granodiorite ; (B) Altered granodiorite: Alteration progress and feldspar vanish ; (C) Phyllonite I : deformation connect muscovite clusters which form interconnected weak layers ; (E) Phyllonite II

As suggested previously, Bielsa records a complex thermo-structural history mostly linked to Alpine compression (Bellahsen et al., 2019; Casas, 2003; Jolivet et al., 2007; Pik et al., in prep). The strain is attested at different scale by our set of samples, from folded Permo-Triassic to

fractured basement (Fig. 61a) and shear bands (Fig. 61c, i) into micas. However, micas also accommodate the strain by a strong internal deformation deduced from ondulose extinction (Fig. 61p). The aggregates also deform by sliding on <001>. This may lead to cataclasis (Fig. 61q). Moreover, recrystallization is also sometimes suggested by small-sized muscovites with a low aspect ratio (close to 1) surrounding the largest grains. These deformations could indirectly lead to a complex disparity of $^{40}K/^{40}Ar$ ages by modifying characteristics of protolith (like texture or assemblage) and therefore involving small scale processes (such as argon loss and inheritance).

Argon inheritance could artificially produce older ages by reincorporation of radiogenic argon from destabilised K-bearing minerals (such as feldspars). Moreover, the lack of preferential path for fluid circulation (such as connected porosity due to deformation) may enhance this process by stagnation of remaining argon (Smye et al., 2013). In Bielsa, this process may have happened in the altered basement. Indeed, only few deformation and destabilized feldspars is observed and isolated clusters of muscovite record older ages than connected ones (see appendice Fig. 73). This might thus be explained by the reincorporation of radiogenic argon from altered K-feldspar.

On the opposite, argon loss, producing younger ages, can occur in deformed rocks (Itaya and Takasugi, 1988). Indeed, strain produces small crystal defects and modifies argon diffusion (Cosca et al., 2011; Dunlap and Kronenberg, 2001; Mulch et al., 2002). Moreover, the deformation also enhances fluid circulation and therefore may inhibit argon reincorporation by evacuating radiogenic argon from destabilised minerals (Cumbest et al., 1994; Kelley, 2002; Smye et al., 2013). Argon loss also occurs during the retrogression and the re-equilibration of higher condition celadonite causing a decrease of Mg and an increase of Si. Therefore, the substitutions involved by those reactions could also induce an argon loss (Kula et al., 2010; Scaillet et al., 1992). In the Bielsa massif, samples from shear zones record young K/Ar ages (between 90 and ~230 Ma). This might be explained by argon loss during progressive phyllonitisation of shear zones (Fig. 67c, d, e): the connected aggregates of white micas, which may witness localized fluid circulation, provide the youngest ages (see appendice Fig. 75, 76, 77). Moreover, argon loss is also suggested by the decrease of XMg recorded into the most deformed samples, especially into highly altered area (ZA16-86; Table 1).

5.5.3 Cooling vs cristallisation ages

The closure temperature of muscovite is mostly controlled by grain size and cooling rate (Dodson, 1973; Harrison et al., 2009). However, low pressure conditions (Fig. 65) may imply a higher D_0 (~ 60) which decreases the closure temperature of ca. 20°C (Harrison et al., 2009; Liang, 2017). After the emplacement of the Bielsa pluton (at around 305 Ma, Pik et al., in prep; Airaghi et

al., submitted), the rocks are at the surface (attested by the Triassic deposits overlying the plutonic rocks; Fig. 68b). This is followed by an isothermal evolution at shallow depth until mid-Cretaceous times. Then, the crust might have been heated up due to thinning related to the rifting event in the North Pyrenean Zone (Bellahsen et al., 2019). Then, the rocks are heated up to 250°C at around 30 Ma. The massif is exhumed by Guarga and Bielsa thrusts at a cooling rate around 5-10 °C/Ma (Bellahsen et al., 2019; Jolivet et al., 2007b).

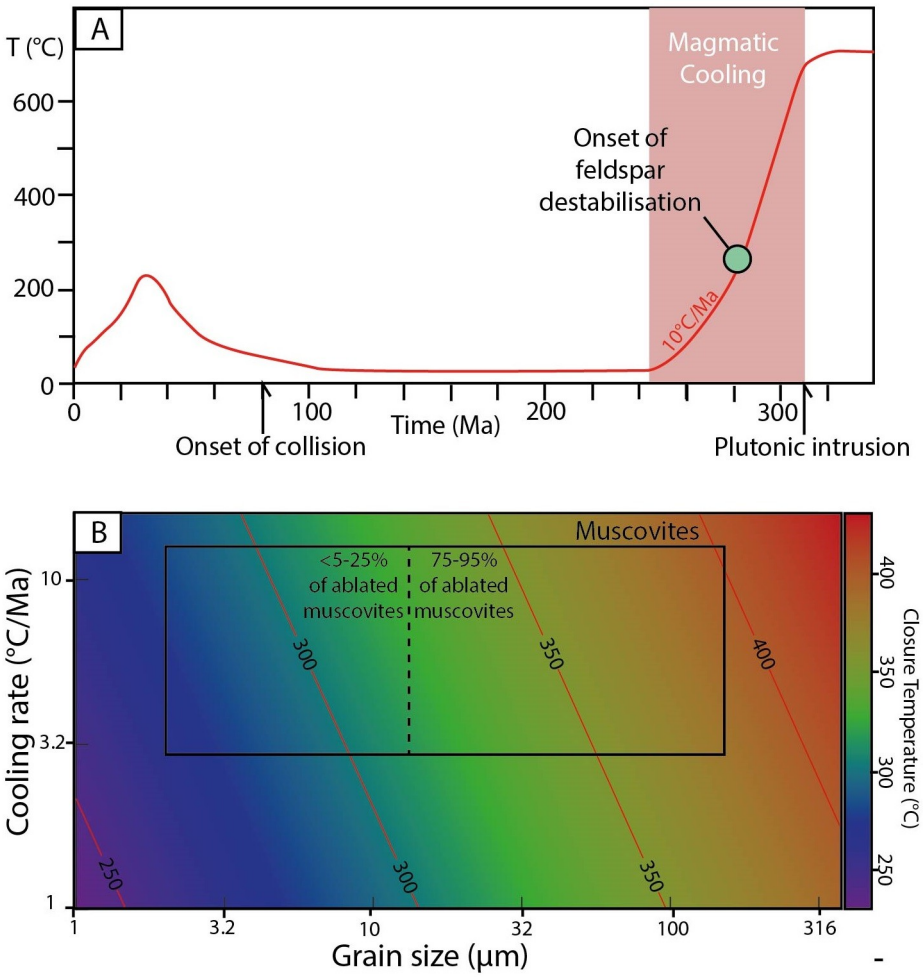


Figure 68: Determination of K-Ar in situ ages significance: (A) Thermochronological evolution of Bielsa (readapted from Jolivet , 2007) ; (B) Estimation of Closure Temperature (readapted from Dodson 1973)

Considering a range of cooling rate of 5 to 10 °C/Ma and grain-size between 2 and 120 µm, the closure temperature may range between 250 and 380°C (Fig. 68a). According to thermobarometric data on large phyllosilicates from Bielsa rocks (Fig. 65), the formation of muscovite may have taken place at ca. 280±50 °C (and 1.5 kbar). Most of the analyzed samples (> 75% of clusters) consist of white micas with sizes around 15 to 120 µm (Fig. 60); the closure temperature may be between 325 and 400°C. While the remaining small-sized population between 2

to 15 µm long, mostly located into shear bands (Fig. 61c, i), only represent from ~10 to 25% of clusters (Fig. 60) and is associated with closure temperature from 270 to 330 °C. Thus, the ages can be interpreted as crystallization ages with a small part of the closure temperature window suggesting cooling ages.

5.5.4 Geological interpretations

The K-Ar in situ crystallization ages in the undeformed granodioritic basement (ZA16-104 & 11-18) constrain the destabilization of feldspars in white micas around 270 Ma, i.e., until ~75 Ma after the plutonic emplacement (at around 305 Ma; Airaghi et al., submitted). Indeed, the low dispersion (MSWD ~ 1 – 1.2) of data does not suggest a partial reset (Fig. 66ab; see appendice Fig. 73). However, it should be noted that inheritance of argon from feldspar destabilisation could not be avoided (McDonald et al., 2018). Our dataset suggest that the alteration started just after the emplacement of the Bielsa pluton and lasted during its cooling.

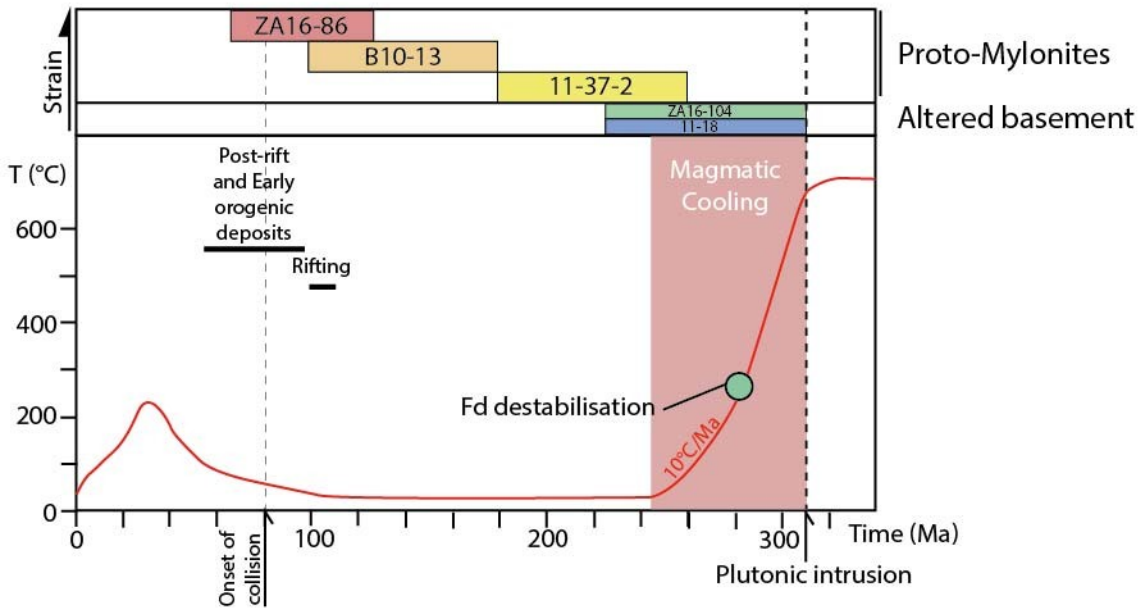


Figure 69: Interpretation of K-Ar records vs cooling history (Thermochronological history of Bielsa readapted from Jolivet, 2007 and Bellahsen et al., 2019)

Deformed samples (11-37-2, ZA16-86, B10-13) have dispersed ages from 270 to 90 Ma, i.e., before the onset of Alpine convergence at 83 Ma (Fig. 69). The ages around 270 Ma may correspond to LT metasomatism as for undeformed samples. The younger ages support a partial reset of the K/Ar system (Fig. 66) caused by either the mid-Cretaceous rifting or the Alpine shortening. Such partial reset has also been proposed for Ar-Ar data on biotites and feldspars in the same area (Jolivet et al., 2007b). During upper Cretaceous to Neogene times, the shortening led to

the release of warm fluids trapped into the crust possibly influenced by Cretaceous normal faulting (McCaig, 1988; McCaig et al., 2000; McCaig & Wickham, 1987). This shortening is characterized by distributed deformation that, at small scale, connected muscovite clusters forming IWL in shear zones especially in altered zone below the basement top (e.g. Urdiceto synform, Fig. 59) with higher permeability. In these zones, the high permeability allowed to evacuate the argon released as a consequence of crystal defects due to deformation or argon loss by reequilibration and substitution (Fig. 70; Table 1). The fluids therefore avoid the reincorporation of argon in new micas.

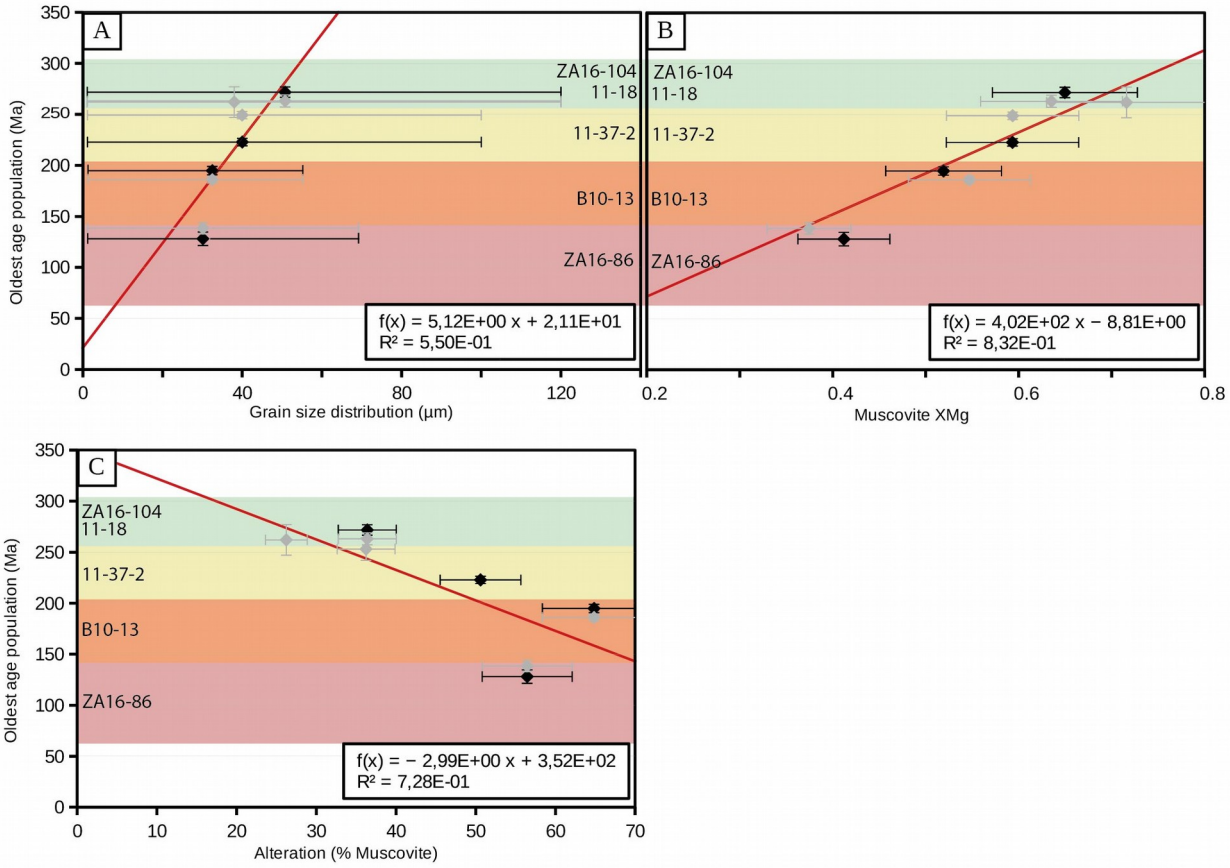


Figure 70: Potential origin of K-Ar variation (involving XMg, Alteration, Grain size) : (A) K-Ar in situ oldest population vs. grain size distribution ; (B) K-Ar in situ oldest population vs. XMg of muscovites ; (C) K-Ar in situ oldest population vs. muscovite fraction

Thus, the less deformed samples permits to estimate the early destabilization of feldspar-to-mica around 265±40 Ma. This age was already identified by biotite Ar-Ar dating (Jolivet et al., 2007) and also U-Pb on several minerals (such as Titanite, Monazite or zircon). Nevertheless, a Meso-Cenozoic population is also identified and interpreted as a partial reset probably associated to an Argon loss caused by Alpine compression. Moreover, this population was also confirmed in several massifs by Rb-Sr (McCaig & Miller, 1986), white mica Ar-Ar (Elmolah et al., 2019; Wayne & McCaig, 1998) and U-Pb (on titanite, monazite..; Airaghi et al., in review) dating until ~40 Ma.

5.6 Conclusion

New in situ K-Ar ages on clusters of small white micas (< 50µm) provide constrain on the fluid and deformation evolution of the Bielsa massif. These results are also consistent with published data in the same area (Airaghi et al., submitted; Bellahsen et al., 2019; Jolivet et al., 2007; Pik et al., in prep) and coupled to Chl-Phg thermobarometry. The pluton experienced a significant LT metasomatism event associated with the destabilization of K-feldpars in white micas from Bielsa emplacement to ca 230 Ma. Opening of K-Ar systems seem mostly associated to fluid circulation and formation of Alpine shear zone.

Acknowledgments

This study was funded by Orogen, tripartite project (Total, BRGM, CNRS). We thank F. Duval and A. Mottolese from Argon platform (ISTO, Orleans), but also L. Arbaret for his help councerning nanotomographer imaging. We acknowledge D. Deldicque (ENS, Paris) for his explanations relative to numerical microscopy. We also thank N. Rividi, M. Fialin and O. Boudouma for their help respectively with Microprobe (Camparis) and MEB (ISTeP, Paris) and J. Barbarand for interesting advices.

References

Abd Elmola, A., Buatier, M., Monié, P., Labaume, P., Trap, P., Charpentier, D., 2018. 40Ar/39Ar muscovite dating of thrust activity: a case study from the Axial Zone of the Pyrenees. Tectonophysics 745, 412–429. https://doi.org/10.1016/j.tecto.2018.09.004

Beamud, E., Muñoz, J.A., Fitzgerald, P.G., Baldwin, S.L., Garcés, M., Cabrera, L., Metcalf, J.R., 2011. Magnetostratigraphy and detrital apatite fission track thermochronology in syntectonic conglomerates: constraints on the exhumation of the South-Central Pyrenees: South-Central Pyrenees magnetostratigraphy and thermochronology. Basin Research 23, 309–331. https://doi.org/10.1111/j.1365-2117.2010.00492.x

Bellahsen, N., Submitted. A completer.

Boulvais, P., Ruffet, G., Cornichet, J., Mermet, M., 2007. Cretaceous albitization and dequartzification of Hercynian peraluminous granite in the Salvezines Massif (French Pyrénées). Lithos 93, 89–106. https://doi.org/10.1016/j.lithos.2006.05.001

Boutin, A., de Saint Blanquat, M., Poujol, M., Boulvais, P., de Parseval, P., Rouleau, C., Robert, J.-F., 2016. Succession of Permian and Mesozoic metasomatic events in the eastern Pyrenees with emphasis on the Trimouns talc–chlorite deposit. Int J Earth Sci (Geol Rundsch) 105, 747–770. https://doi.org/10.1007/s00531-015-1223-x

Cashman, K.V., Ferry, J.M., 1988. Crystal size distribution (CSD) in rocks and the kinetics and dynamics of crystallization. Contr. Mineral. and Petrol. 99, 401–415. https://doi.org/10.1007/BF00371933

Cochelin, B., Lemirre, B., Denèle, Y., de Saint Blanquat, M., Lahfid, A., Duchêne, S., 2018. Structural inheritance in the Central Pyrenees: the Variscan to Alpine tectonometamorphic evolution of the Axial Zone. Journal of the Geological Society 175, 336–351. https://doi.org/10.1144/jgs2017-066

Cosca, M., Stunitz, H., Bourgeix, A.-L., Lee, J.P., 2011. 40Ar∗ loss in experimentally deformed muscovite and biotite

with implications for 40Ar/39Ar geochronology of naturally deformed rocks. Geochimica et Cosmochimica Acta 75, 7759–7778. https://doi.org/10.1016/j.gca.2011.10.012

Cumbest, R.J., Johnson, E.L., Onstott, T.C., 1994. Argon composition of metamorphic fluids: Implications for 40Ar/39Ar geochronology. GSA Bulletin 106, 942–951. https://doi.org/10.1130/0016-7606(1994)106<0942:ACOMFI>2.3.CO;2

Dodson, M.H., 1973. Closure temperature in cooling geochronological and petrological systems. Contributions to Mineralogy and Petrology 40, 259–274. https://doi.org/10.1007/BF00373790

Dubacq, B., Vidal, O., De Andrade, V., 2010. Dehydration of dioctahedral aluminous phyllosilicates: thermodynamic modelling and implications for thermobarometric estimates. Contributions to Mineralogy and Petrology 159, 159–174. https://doi.org/10.1007/s00410-009-0421-6

Dunlap, W.J., 1997. Neocrystallization or cooling? 40Ar/39Ar ages of white micas from low-grade mylonites. Chemical Geology 143, 181–203. https://doi.org/10.1016/S0009-2541(97)00113-7

Dunlap, W., Kronenberg, A., 2001. Argon loss during deformation of micas: constraints from laboratory deformation experiments. Contributions to Mineralogy and Petrology 141, 174–185. https://doi.org/10.1007/s004100000217

Flude, S., Sherlock, S.C., Lee, M.R., Kelley, S.P., 2013. Disturbance to the 40Ar/39Ar system in feldspars by electron and ion beam irradiation. Chemical Geology 355, 1–12. https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2013.07.003

Handy, M.R., 1994. Flow laws for rocks containing two non-linear viscous phases: A phenomenological approach. Journal of Structural Geology 16, 287–301. https://doi.org/10.1016/0191-8141(94)90035-3

Harrison, T.M., Célérier, J., Aikman, A.B., Hermann, J., Heizler, M.T., 2009. Diffusion of 40Ar in muscovite. Geochimica et Cosmochimica Acta 73, 1039–1051. https://doi.org/10.1016/j.gca.2008.09.038

Hulsbosch, N., Boiron, M.-C., Thomas, R., Van Daele, J., Dewaele, S., Muchez, P., 2019. Evaluation of the petrogenetic significance of melt inclusions in pegmatitic schorl-dravite from graphic tourmaline-quartz assemblages: Application of LA-ICP-QMS analyses and volume ratio calculations. Geochimica et Cosmochimica Acta 244, 308–335. https://doi.org/10.1016/j.gca.2018.10.023

Itaya, T., Takasugi, H., 1988. Muscovite K-Ar ages of the Sanbagawa schists, Japan and argon depletion during cooling and deformation. Contributions to Mineralogy and Petrology 100, 281–290. https://doi.org/10.1007/BF00379739

Jolivet, M., Labaume, P., Monié, P., Brunel, M., Arnaud, N., Campani, M., 2007. Thermochronology constraints for the propagation sequence of the south Pyrenean basement thrust system (France-Spain): PROPAGATION OF THE SOUTH PYRENEAN PRISM. Tectonics 26, n/a–n/a. https://doi.org/10.1029/2006TC002080

Kelley, S., 2002. Excess argon in K–Ar and Ar–Ar geochronology. Chemical Geology 188, 1–22. https://doi.org/10.1016/S0009-2541(02)00064-5

Kirschner, D.L., Cosca, M.A., Masson, H., Hunziker, J.C., 1996. Staircase 40/Ar39Ar spectra of fine-grained white mica: Timing and duration of deformation and empirical constraints on argon diffusion. Geology 24, 747. https://doi.org/10.1130/0091-7613(1996)024<0747:SAASOF>2.3.CO;2

Kula, J., Spell, T.L., Zanetti, K.A., 2010. 40Ar/39Ar analyses of artificially mixed micas and the treatment of complex age spectra from samples with multiple mica populations. Chemical Geology 275, 67–77. https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2010.04.015

Liang, Y., 2017. Effect of pressure on closure temperature of a trace element in cooling petrological systems. Contributions to Mineralogy and Petrology 172. https://doi.org/10.1007/s00410-016-1327-8

Majoor, F.J.M., 1988. A geochronological study of the Axial Zone of the central Pyrenees, with emphasis on variscan events and alpine resetting.

Marsh, H.W., Balla, J.R., McDonald, R.P., 1988. Goodness-of-fit indexes in confirmatory factor analysis: The effect of sample size. Psychological Bulletin 103, 391–410. https://doi.org/10.1037/0033-2909.103.3.391

Maurel, O., 2003. L'exhumation de la zone Axiale des Pyrénées orientales : une approche thermo-chronologique multi-methodes du rôle des failles.

Maurel, O., Monié, P., Pik, R., Arnaud, N., Brunel, M., Jolivet, M., 2008. The Meso-Cenozoic thermo-tectonic evolution of the Eastern Pyrenees: an 40Ar/39Ar fission track and (U–Th)/He thermochronological study of the Canigou and Mont-Louis massifs. International Journal of Earth Sciences 97, 565–584. https://doi.org/10.1007/s00531-007-0179-x

McCAIG, A.M., 1984. Fluid-rock interaction in some shear zones from the Pyrenees. Journal of Metamorphic Geology 2, 129–141. https://doi.org/10.1111/j.1525-1314.1984.tb00292.x

McCaig, A.M., Wayne, D.M., Rosenbaum, J.M., 2000. Fluid expulsion and dilatancy pumping during thrusting in the Pyrenees: Pb and Sr isotope evidence. Geological Society of America Bulletin 112, 1199–1208. https://doi.org/10.1130/0016-7606(2000)112<1199:FEADPD>2.0.CO;2

McDonald, C.S., Regis, D., Warren, C.J., Kelley, S.P., Sherlock, S.C., 2018. Recycling argon through metamorphic reactions: The record in symplectites. Lithos 300-301, 200–211. https://doi.org/10.1016/j.lithos.2017.11.028

McDonald, C.S., Warren, C.J., Mark, D.F., Halton, A.M., Kelley, S.P., Sherlock, S.C., 2016. Argon redistribution during a metamorphic cycle: Consequences for determining cooling rates. Chemical Geology 443, 182–197. https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2016.09.028

Monie, P., Soliva, J., Brunel, M., Maluski, H., 1994. Les cisaillements mylonitiques du granite de Millas (Pyrenees, France); age Cretace 40 Ar/ 39 Ar et interpretation tectonique. Bulletin de la Société Géologique de France 165, 559–571.

Mulch, A., Cosca, M., Handy, M., 2002. In-situ UV-laser 40Ar/39Ar geochronology of a micaceous mylonite : an example of defect-enhanced argon loss. Contributions to Mineralogy and Petrology 142, 738–752. https://doi.org/10.1007/s00410-001-0325-6

Oliva-Urcia, B., 2018. THIRTY YEARS (1988-2018) OF ADVANCES IN THE KNOWLEDGE OF THE STRUCTURAL EVOLUTION OF THE SOUTH-CENTRAL PYRENEES DURING THE CENOZOIC COLLISION, A SUMMARY.

Oriolo, S., Wemmer, K., Oyhantçabal, P., Fossen, H., Schulz, B., Siegesmund, S., 2018. Geochronology of shear zones – A review. Earth-Science Reviews 185, 665–683. https://doi.org/10.1016/j.earscirev.2018.07.007

Pik, R., In prep. A compléter.

Poujol, M., Boulvais, P., Kosler, J., 2010. Regional-scale Cretaceous albitization in the Pyrenees: evidence from in situ U–Th–Pb dating of monazite, titanite and zircon. Journal of the Geological Society 167, 751–767. https://doi.org/10.1144/0016-76492009-144

Reddy, S.M., Potts, G.J., 1999. Constraining absolute deformation ages: the relationship between deformation mechanisms and isotope systematics. Journal of Structural Geology 21, 1255–1265. https://doi.org/10.1016/S0191-8141(99)00032-2

Scaillet, S., 2000. Numerical error analysis in 40Ar/39Ar dating. Chemical Geology 162, 269–298. https://doi.org/10.1016/S0009-2541(99)00149-7

Scaillet, S., Feraud, G., Ballevre, M., Amouric, M., 1992. and [(Mg,Fe)Si-Al2] compositional control on argon behaviour in high-pressure white micas: A continuous laser-probe study from the Dora-Maira nappe of the internal western Alps, Italy. Geochimica et Cosmochimica Acta 56, 2851–2872. https://doi.org/10.1016/0016-7037(92)90364-O

Scaillet, S., Guillou, H., 2004. A critical evaluation of young (near-zero) K–Ar ages. Earth and Planetary Science Letters 220, 265–275. https://doi.org/10.1016/S0012-821X(04)00069-X

Vidal, O., De Andrade, V., Lewin, E., Munoz, M., Parra, T., Pascarelli, S., 2006. P-T-deformation-Fe3+/Fe2+ mapping at the thin section scale and comparison with XANES mapping: application to a garnet-bearing metapelite from the Sambagawa metamorphic belt (Japan): P-T-DEFORMATION-FE3+/FE2+ MAPPING. Journal of Metamorphic

Geology 24, 669–683. https://doi.org/10.1111/j.1525-1314.2006.00661.x

Vidal, O., Parra, T., 2000. Exhumation paths of high-pressure metapelites obtained from local equilibria for chlorite-phengite assemblages. Geological Journal 35, 139–161. https://doi.org/10.1002/gj.856

Wang, F., Shi, W., Guillou, H., Zhang, W., Yang, L., Wu, L., Wang, Y., Zhu, R., 2019. A new unspiked K-Ar dating approach using laser fusion on microsamples. Rapid Communications in Mass Spectrometry 33, 587–599. https://doi.org/10.1002/rcm.8385

Wayne, D.M., McCaig, A.M., 1998. Dating fluid flow in shear zones: Rb-Sr and U-Pb studies of syntectonic veins in the Néouvielle Massif, Pyrenees. Geological Society, London, Special Publications 144, 129–135. https://doi.org/10.1144/GSL.SP.1998.144.01.09

Wibberley, C., 1999. Are feldspar-to-mica reactions necessarily reaction-softening processes in fault zones? Journal of Structural Geology 21, 1219–1227. https://doi.org/10.1016/S0191-8141(99)00019-X

Wibberley, C.A.J., 2005. Initiation of basement thrust detachments by fault-zone reaction weakening. Geological Society, London, Special Publications 245, 347–372. https://doi.org/10.1144/GSL.SP.2005.245.01.17

5.7 Méthodologie K-Ar in situ

5.7.1 Estimation de la concentration en potassium

Comme décrit dans l'article ci-dessus, l'estimation de la concentration en potassium des agrégats de muscovites passe par l'utilisation conjointe d'imagerie MEB et d'une série d'analyses ponctuelles à la microsonde. La cartographie des agrégats permet d'évaluer l'homogénéité de la répartition du potassium. Dans le cas où celle-ci varie localement, il faut moyenner la valeur de potassium (%wgtOx) pour chaque spot d'ablation et calibrer cette dernière avec des analyses ponctuelle locales à la microsonde. Cependant, pour une répartition homogène du potassium, le calcul se simplifie.

Dans le cas de Bielsa, les muscovites sont homogènes à l'échelle des cartographies MEB d'une résolution de ~2x2µm (la taille minimale des grains ; Fig. 71). Les légères variations locales peuvent être associées à du bruit (due à la résolution des cartes MEB) ou encore une variation à plus fine échelle. Dans les deux cas, celles-ci sont moyennées sur l'échelle correspondant aux spots d'ablation. De plus, d'après les autres cartographies élémentaires réalisées simultanément (Fe, Mg, Mn, Si, Al), les agrégats ne contiennent pas de phase accessoire (prehnite, chlorite, quartz..) hydratée autres que les micas blancs.

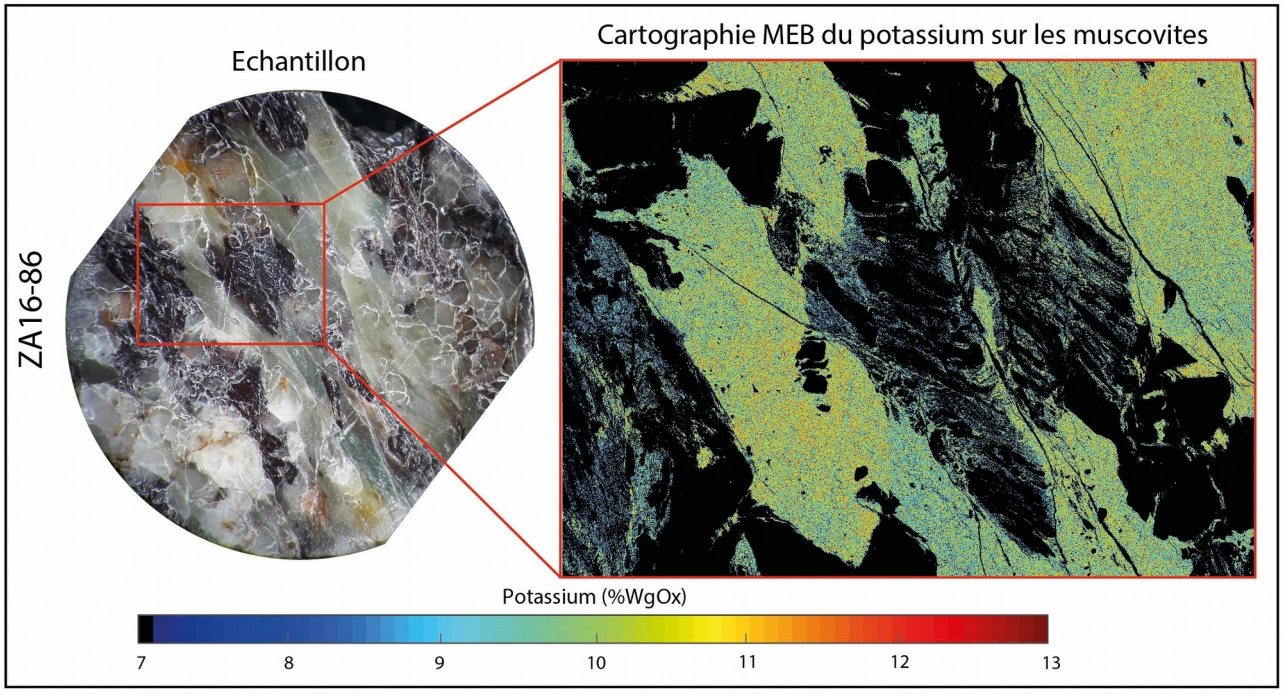


Figure 71: Illustration de la disparité du potassium dans les agrégats de muscovite

Cette homogénéité compositionnelle permet d'estimer la masse volumique (assimilée à une concentration massique) de potassium contenue dans les agrégats. Pour cela, la composition

moyenne des analyses ponctuelles à la microsonde est divisée par le volume moyen des mailles des pôles. Ce volume de maille moyen est déterminé sur la base de (Holland and Powell (2011), et dépend donc de la fraction en muscovite, pyrophyllite et céladonite contenue dans les micas blancs. Les volumes sont convertis en cm^3/mole pour une unité structurale et normalisés en fonction des proportions en pôles purs. Enfin, pour obtenir la masse de potassium correspondant au volume de micas blancs ablaté, la valeur en potassium (dans la formule structurale) déterminée par la microsonde est multipliée par sa masse molaire, puis divisée par la valeur moyenne de maille.

5.7.2 Contrôle de l'ablation au laser UV

Comme évoqué précédemment dans l'article, le contrôle et l'estimation des volumes d'ablation est la donnée essentielle permettant la datation au K-Ar in situ. La profondeur et la régularité des ablations au laser UV a pu être améliorée durant la seconde session d'analyse par la mise en place d'un filtre entre le hublot et l'échantillon. Ce dernier permet d'éviter la baisse drastique de l'efficacité de l'ablation laser en empêchant l'accumulation de matériel sublimé sur la face interne du hublot au cours des analyses successives. En effet, le filtre (et le tabouret qui le supporte) est démontable, nettoyable et remplaçable entre deux sessions d'analyse.

Durant cette seconde session, la précision et reproductibilité du microscope numérique a pu être contrôlée par la variation du nombre de coups effectués par le laser UV sur chaque spot d'ablation. Le nombre de coup est initialement fixé à 800 afin d'éviter un rapport ouverture/profondeur des spots trop faibles, qui pourraient compliquer l'estimation des volumes. De plus, le laser décroît en efficacité au-dessus de cette valeur. Pour une ablation laser à 800 cps, les volumes estimés restent relativement réguliers avec des valeurs entre 8 10^5 et 1 10^6 µm³ (Fig. 72a). Cependant, dans l'optique de limiter l'erreur sur l'estimation des volumes (Fig. 72b), en augmentant le ratio ouverture/profondeur de chaque spot, le réglage du laser est passé à 400 coups. Ces réglages montrent une dispersion plus faible des âges (Fig. 72b) et contraignent les volumes à une gamme entre 6 10^5 et 7,5 10^5 µm³ (Fig. 72a), toujours supérieure aux 2 10^5 µm³ recommandés. Par ailleurs, les ablations effectuées sur l'échantillon ZA16-86 montrent de plus grands volumes ablatés par rapport à ceux des autres échantillons, quel que soit le réglage du laser. Ceci peut s'expliquer par une plus grande efficacité du laser sur ces échantillons (porosité ou chimie différente), ou encore par une erreur dans l'estimation du microscope numérique liée aux caractéristiques optiques de l'échantillon (couleur, contraste, réflectivité…). Cet échantillon étant plus sombre et ne comportant pas de variation chimique notable par rapport aux autres, la seconde hypothèse est privilégiée.

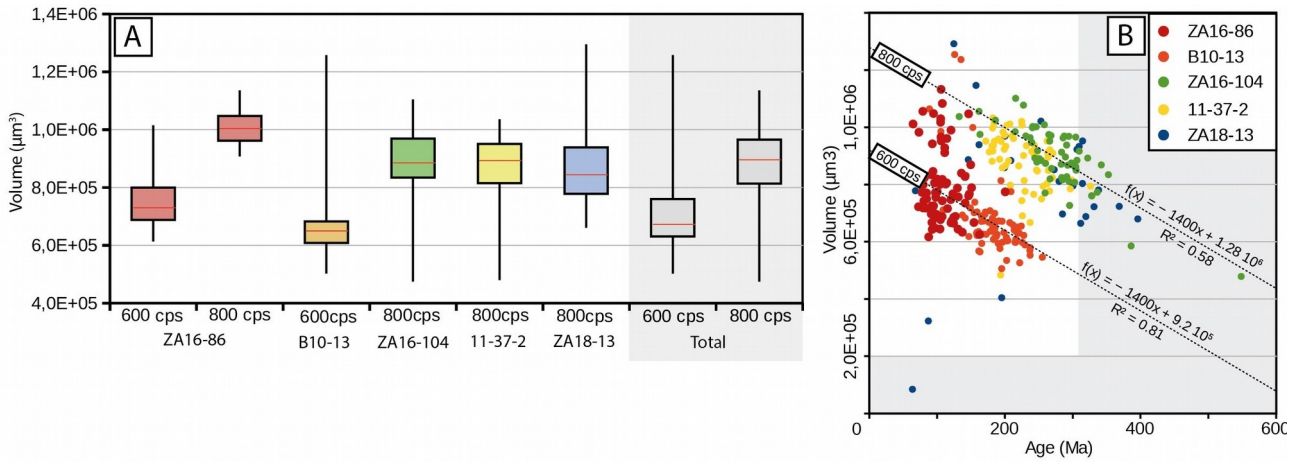


Figure 72: Illustration du contrôle de l'ablation au laser UV : (a) Estimation du volume ablaté en fonction de l'échantillon et de la durée d'ablation; (b) Relation entre l'estimation du volume ablaté et l'age K-Ar in situ calculé

5.7.3 Calibration de la sensibilité du spectromètre de masse

Afin de convertir les signaux (fA) délivrés par le spectromètre de masse en une teneur molaire utilisable, l'utilisation d'un échantillon standard à la chimie connue est nécessaire. Pour cela, plusieurs méthodes ont été testées : (i) Fusion totale de population de sanidine d'Alter Creek ; (ii) Fusion totale de sanidine Fish Canyon Tuff ; (iii) Utilisation des valeurs d'air comme un spike de valeur et volume contrôlée ; (iv) Ablation in situ d'une muscovite précédemment étudiée au Ar-Ar in situ.

La méthode la plus couramment utilisée est celle qui consiste en la fusion totale de standard au laser CO_2, et dans notre cas de sanidines d'Alter Creek (2017 ; Tableau. 2a) et de Fish Canyon (2018 ; Tableau. 2b). Malheureusement, la concordance entre la masse des échantillons et les signaux reste perfectible et pourrait être liée à un écart de mesure sur la masse des échantillons utilisés. De plus, cette méthode reste contraignante puisqu'elle nécessite la mesure journalière de ces échantillons et un changement de laser régulier. L'ablation sur une muscovite déjà datée et de chimie totale connue n'a malheureusement pas permis d'améliorer les premiers résultats malgré l'utilisation de spots de différentes tailles. La forte réflectivité du mica mesuré (supérieure à celle des agrégats de muscovite de Bielsa) affecte probablement les estimations de volume du microscope numérique.

Par conséquent, l'utilisation des airs (le protocole journalier consistant à la mesure du contenu en argon connu de différents volumes d'air, afin de contraindre une éventuelle dérive des analyses durant la nuit) comme un spike pour estimer de la sensibilité du spectromètre de masse reste la solution la plus simple. En effet, nos échantillons ne nécessitant pas la mesure de l'^{39}Ar, la mesure des concentrations en argon dans l'air suffit à convertir les signaux du spectromètre en valeurs molaire pour ^{36}Ar et ^{40}Ar.

Table. Dataset Standards ACR – 2017

#	Mass (µg)	$^{36}Ar/m$ (fA/µg)	± 1σ	$^{40}Ar/m$ (fA/µg)	± 1σ	%40Ar* %	± 1σ	$^{40}Ar^*/^{40}K$	^{40}K (mol)	$^{40}Ar^*$ (mol)	$^{40}Ar/^{40}Ar^*$ (fA/mol)
N76.MS1 – ACR-Std											
1	1,06E+06	9,40E-02	5,81E+00	6,00E+01	3,70E+03	53,6	8,7	1,65E-03	3,18E-13	5,25E-16	8,15E-18
2	9,85E+05	4,39E-02	5,15E-01	4,32E+01	5,06E+02	70,0	13,2	1,65E-03	2,72E-13	4,49E-16	1,13E-17
3	8,13E+05	2,65E-02	1,55E-01	6,89E+01	4,04E+02	88,7	14,4	1,65E-03	4,60E-13	7,60E-16	7,09E-18
4	7,75E+05	1,64E-02	1,42E-01	3,27E+01	2,82E+02	85,2	12,1	1,65E-03	2,72E-13	4,48E-16	1,49E-17
5	9,99E+05	4,27E-02	4,68E-01	5,16E+01	5,65E+02	75,6	7,7	1,65E-03	2,74E-13	4,52E-16	9,47E-18
6	1,24E+06	3,54E-02	2,96E+00	6,35E+01	5,31E+03	83,5	10,7	1,65E-03	2,15E-13	3,56E-16	7,69E-18
7	1,25E+06	7,03E-03	-1,97E-02	4,11E+01	-1,17E+02	95,0	9,5	1,65E-03	3,24E-13	5,34E-16	1,19E-17
8	6,73E+05	4,92E-03	1,93E-02	3,02E+01	1,17E+02	95,2	12,9	1,65E-03	4,34E-13	7,17E-16	1,62E-17
9	6,22E+05	6,48E-03	-3,46E-01	2,62E+01	-1,40E+03	92,7	12,6	1,65E-03	4,66E-13	7,70E-16	1,86E-17
10	8,32E+05	8,77E-03	-1,25E-02	3,19E+01	-4,61E+01	91,9	13,2	1,65E-03	2,98E-13	4,91E-16	1,53E-17
11	6,19E+05	1,37E-02	-1,89E-01	3,05E+01	-4,21E+02	86,7	14,5	1,65E-03	4,32E-13	7,13E-16	1,60E-17
12	6,08E+05	3,19E-02	4,73E-01	4,89E+01	7,25E+02	80,7	15,0	1,65E-03	4,50E-13	7,43E-16	9,99E-18
13	6,43E+05	1,75E-02	1,28E-01	3,97E+01	2,89E+02	87,0	11,0	1,65E-03	4,38E-13	7,23E-16	1,23E-17
14	5,98E+05	2,20E-02	-5,26E-01	3,59E+01	-8,60E+02	81,9	9,1	1,65E-03	5,63E-13	9,30E-16	1,36E-17
15	6,72E+05	-4,02E-06	2,75E-04	2,59E+01	2,32E-01	100,0	18,0	1,65E-03	3,91E-13	6,46E-16	1,88E-17
16	6,67E+05	1,13E-02	-5,47E-01	2,77E+01	-1,34E+03	87,9	12,5	1,65E-03	3,04E-13	5,01E-16	1,76E-17
17	6,37E+05	5,81E-03	1,61E-01	2,57E+01	7,09E+02	93,3	19,2	1,65E-03	2,28E-13	3,76E-16	1,90E-17

Table. Dataset Standards FCS – 2018

#	Mass (µg)	$^{36}Ar/m$ (fA/µg)	± 1σ	$^{40}Ar/m$ (fA/µg)	± 1σ	%40Ar* %	± 1σ	$^{40}Ar^*/^{40}K$	^{40}K (mol)	$^{40}Ar^*$ (mol)	$^{40}Ar/^{40}Ar^*$ (fA/mol)
N175.MS1 – FCS-Std											
1	6,20E+01	1,10E-05	5,16E-06	2,02E+00	7,27E-01	99,8	10,4	1,65E-03	1,83E-11	3,03E-14	2,42E-16
2	4,80E+01	1,75E-05	1,09E-05	1,98E+00	9,37E-01	99,7	10,3	1,65E-03	1,42E-11	2,35E-14	2,47E-16
3	6,40E+01	8,58E-06	1,13E-05	1,90E+00	2,26E+00	99,9	12,6	1,65E-03	1,89E-11	3,13E-14	2,58E-16
4	2,20E+01	1,50E-05	-7,98E-06	2,19E+00	-1,58E+00	99,8	21,1	1,65E-03	6,51E-12	1,07E-14	2,23E-16
5	2,80E+01	7,00E-06	6,15E-06	1,97E+00	7,46E-01	99,9	8,2	1,65E-03	8,28E-12	1,37E-14	2,47E-16
6	4,40E+01	1,23E-05	-3,91E-07	3,00E+00	-5,74E-01	99,9	15,6	1,65E-03	1,30E-11	2,15E-14	1,63E-16
7	3,20E+01	1,99E-06	5,40E-06	1,22E+00	-1,21E-01	100,0	16,6	1,65E-03	9,47E-12	1,56E-14	4,01E-16
8	3,40E+01	2,50E-05	1,22E-05	2,69E+00	8,94E-01	99,7	5,6	1,65E-03	1,01E-11	1,66E-14	1,82E-16
9	4,60E+01	8,23E-06	1,87E-05	2,23E+00	4,04E+00	99,9	14,1	1,65E-03	1,36E-11	2,25E-14	2,19E-16
10	3,20E+01	1,15E-05	1,18E-06	2,67E+00	-7,85E-01	99,9	14,0	1,65E-03	9,47E-12	1,56E-14	1,83E-16
11	3,40E+01	8,33E-06	3,94E-06	8,19E-01	1,29E-01	99,7	17,4	1,65E-03	1,01E-11	1,66E-14	5,97E-16
12	2,60E+01	1,97E-05	-5,55E-06	3,61E+00	-1,74E+00	99,8	10,8	1,65E-03	7,69E-12	1,27E-14	1,35E-16
13	5,00E+01	1,19E-05	4,53E-06	1,08E+00	3,29E-01	99,7	8,3	1,65E-03	1,48E-11	2,44E-14	4,52E-16
14	5,60E+01	4,10E-06	5,07E-06	7,80E-01	5,17E-01	99,8	9,6	1,65E-03	1,66E-11	2,74E-14	6,27E-16
15	1,40E+01	3,97E-06	8,11E-06	1,67E+00	3,88E-01	99,9	13,6	1,65E-03	4,14E-12	6,84E-15	2,93E-16

Tableau 2: Données provenant des standard utilisés pour calibration de sensibilité du spectromètre de masse (datation au K-Ar in situ)

5.7.4 Localisation des spots d'ablation

Un des intérêts principaux du développement de la méthode K-Ar in situ est la possibilité d'un contrôle textural sur les micas fins, et donc de pouvoir observer l'évolution spatiale des âges dans les échantillons. Des populations d'ages avec une localisation précise sur les échantillons ont pu être identifiés. Chaque âge calculé est basé sur un ratio $^{40}Ar/^{40}K$ moyenné sur une population de micas fins (~ 20 – 55 µm) contenue dans un volume entre 3.10^5 et 10^6 µm³ (> 100 grains de micas blancs). Ces éléments en font une donnée robuste, mais certains éléments peuvent néanmoins localement corrompre les résultats d'un spot isolé.

Comme discuté plus haut, plusieurs tailles de grains associés à différentes températures de fermeture peuvent être ablatés simultanément et causer le calcul d'un âge de mélange. De plus, l'argon est mesuré pour chaque volume et sera directement influencé par les phases ablatées, à l'inverse du potassium dont la teneur sera estimée en considérant un volume uniquement constitué de micas blancs (forte teneur en argon). Ainsi, l'ablation involontaire d'un autre minéral, tel que la chlorite, produira un âge artificiellement plus jeune, puisque le signal en 40Ar de la chlorite est 5 à 6 fois inférieur à celui des mica blancs (Fig. 73, 75, 77). Cependant, la présence d'inclusion fluides chargées en ^{40}Ar dans les quartz de certaines phyllonites I (ZA16-86 ; 11-37-2 ; B10-13 ; voir article) montrent un signal en argon similaire à celui des micas blancs (Fig. 75, 76, 77). Ces biais montrent la nécessité d'un contrôle 3D textural préalable (Nanotomographie ; Fig. 64). Il reste possible de discuter certains points concernant : la localisation et la gamme des âges K-Ar, la répartition de ces populations de même âge, le signal en ^{40}Ar associé aux autres phases (Quartz, Chlorite, Albite), et les causes éventuelles permettant d'expliquer les âges incohérents.

La granodiorite altérée ZA16-104 (Fig. 73) à proximité du synforme d'Urdiceto (Fig. 59) comporte des agrégats de muscovite (d'au moins 200 – 800 µm de large) permettant une large couverture de la surface par les ablations (> 60 spot/échantillon). Cependant, les agrégats datés restent relativement petits et peu connectés, voir isolés. Certains âges (> 305 Ma ; Fig. 73) correspondent à des périodes antérieures à la mise en place de massif et ne sont donc pas considérés. Les zones concernées par ces mesures sont dans certaines zones suggérant l'ablation involontaire de quartz. En dehors des datations plus anciennes que l'emplacement du massif, la gamme d'âge est majoritairement Permo-Trias. Les âges Permiens sont situés dans les agrégats isolés ou peu connectés, tandis que les spots d'âge Trias sont dans les zones montrant plus de connections avec les autres agrégats de mica (favorisant la circulation de fluides). Quelques âges de

ZA16-104 correspondent au Jurassique, voir au Crétacé, mais situés dans des zones riches en quartz, chlorite et oxydes de fer.

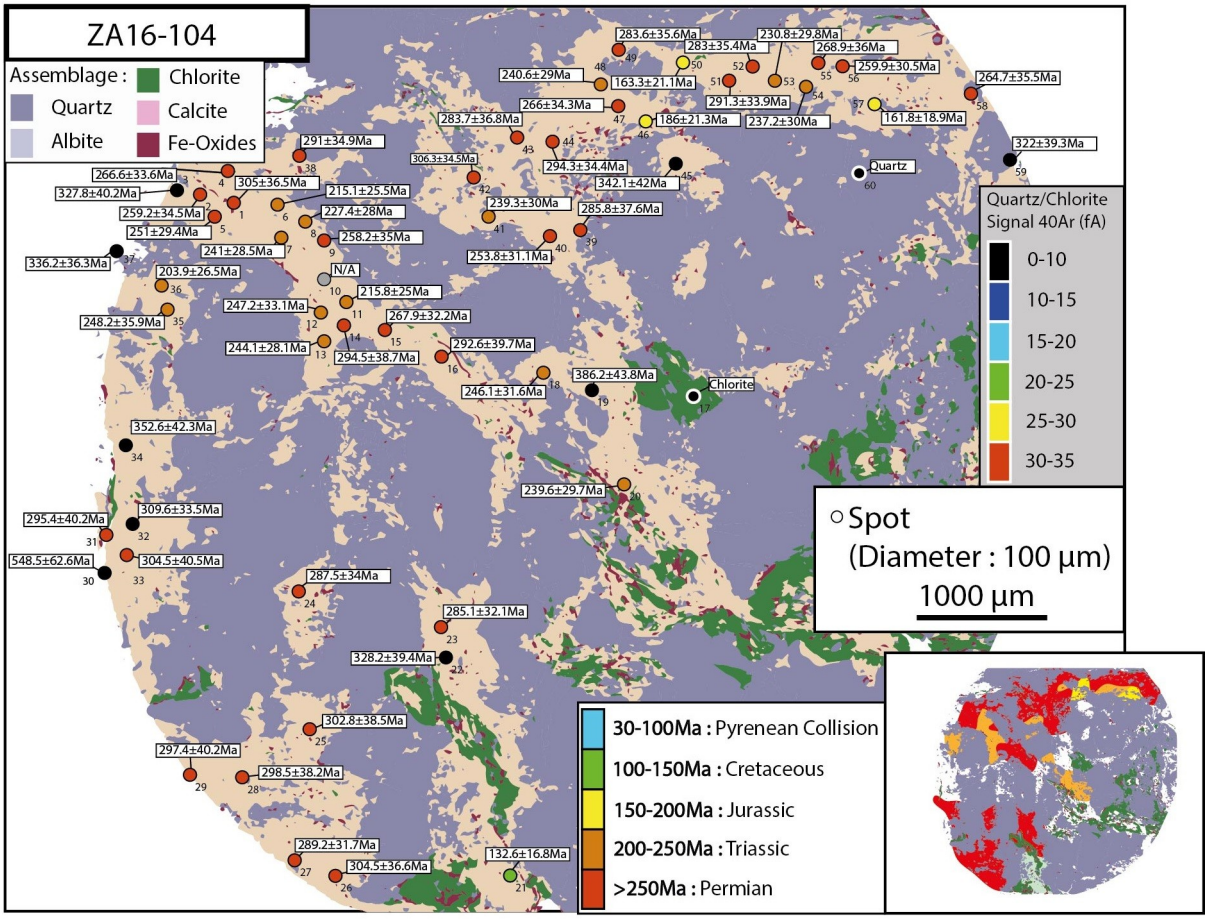


Figure 73: Localisation des ages K-Ar in situ sur ZA16-104 : Estimation de population d'ages et comparaison des signaux provenant des muscovites avec ceux des autres phases (Chl/Qtz)

Le second échantillon (11-18 ; Fig. 74) correspond à une granodiorite altérée. Les agrégats de micas blancs sont d'une taille inférieure à ceux des autres échantillons. En effet, le matériel sublimé venant altérer l'efficacité du laser, la largeur des spots a dû être accrue afin de conserver un signal en argon acceptable. Cependant, l'imagerie au nanotomographe permet d'écarter l'hypothèse d'une ablation involontaire de calcite, chlorite, feldspath ou quartz. Ce qui pourrait être le cas pour les rares âges Crétacé et Jurassique obtenus qui se concentrent à proximité de la fracture remplie de calcite et chlorite. En revanche, les âges anormalement vieux (Carbonifère) et Permo-Trias sont spatialement répartis de façon homogène dans l'échantillon. La dispersion temporelle des populations d'âges peut s'expliquer par un faible nombre d'ablation.

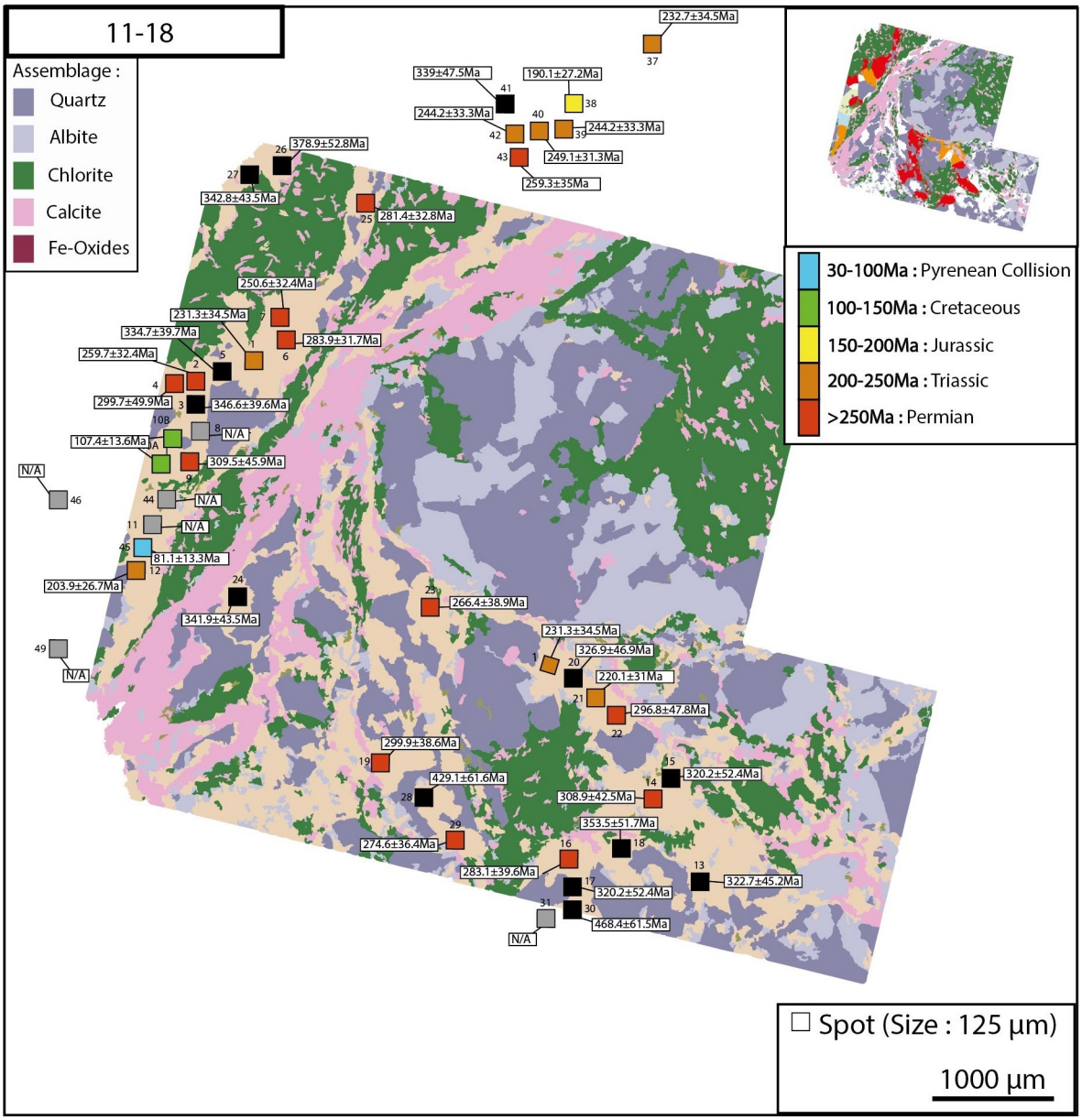


Figure 74: Localisation des ages K-Ar in situ sur 11-18 : Estimation de population d'ages et comparaison des signaux provenant des muscovites avec ceux des autres phases (Chl/Qtz)

La phyllonite I provenant de la zone de cisaillement à une dizaine de mètres du contact Permo-Trias (11-37-2 ; Fig. 75) a de larges agrégats de micas blancs qui ont permis une bonne répartition des ablations sur l'échantillon. Par ailleurs, ces derniers ne contiennent pas d'autres minéraux et aucun âge n'est plus ancien que la période Permo-Trias. La gamme d'âge comprend des datations entre le Permien et Jurassique. Les âges les plus jeunes sont en général situés dans les agrégats les plus larges et interconnectés, tandis que les âges Permiens sont localisés dans les zones isolées. Compte tenu de la taille des plages de micas, l'ablation de chlorite ou quartz est peu probable. Comme indiqué plus haut, les quartz sont riches en inclusions fluides et montrent de fort signaux en ^{40}Ar (similaire aux muscovites soit ~ 35 fA ; Fig. 75).

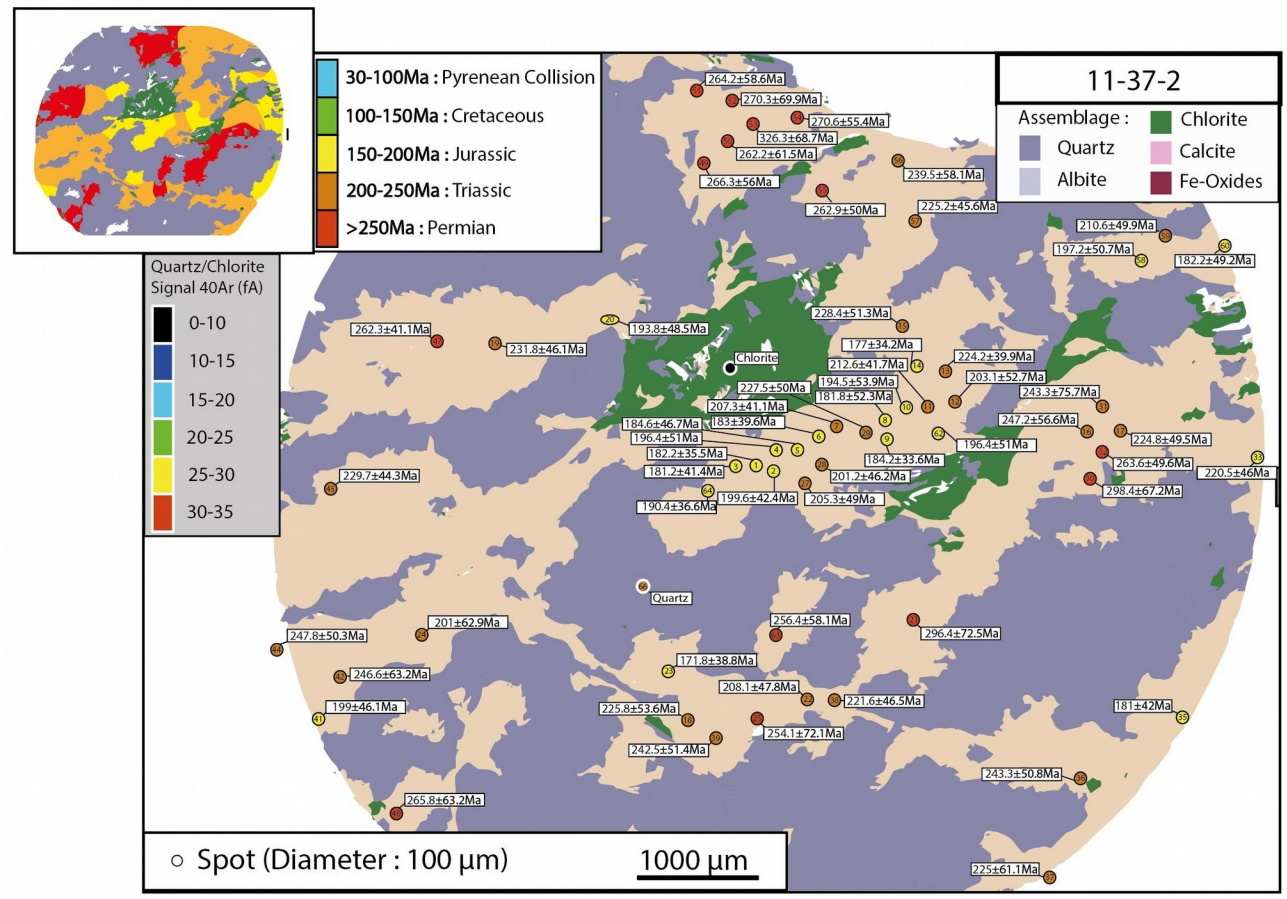


Figure 75: Localisation des ages K-Ar in situ sur 11-37-2 : Estimation de population d'ages et comparaison des signaux provenant des muscovites avec ceux des autres phases (Chl/Qtz)

A l'instar de 11-37-2, la seconde phyllonite I possède de larges agrégats purs en muscovite et permettant une bonne répartition des ablations sans trop risquer l'ablation d'autres phases (B10-13 ; Fig. 76). La gamme d'âge comporte des âges entre Trias et Crétacé. Les âges Trias sont localisés dans les agrégats les plus fins et fermés, tandis que les âges Jurassiques et surtout Crétacés sont majoritairement situés dans l'agrégat le plus vaste. La variation spatiale entre les populations de mêmes âges sont cohérentes et montrent une tendance au rajeunissement dans les zones les plus connectées.

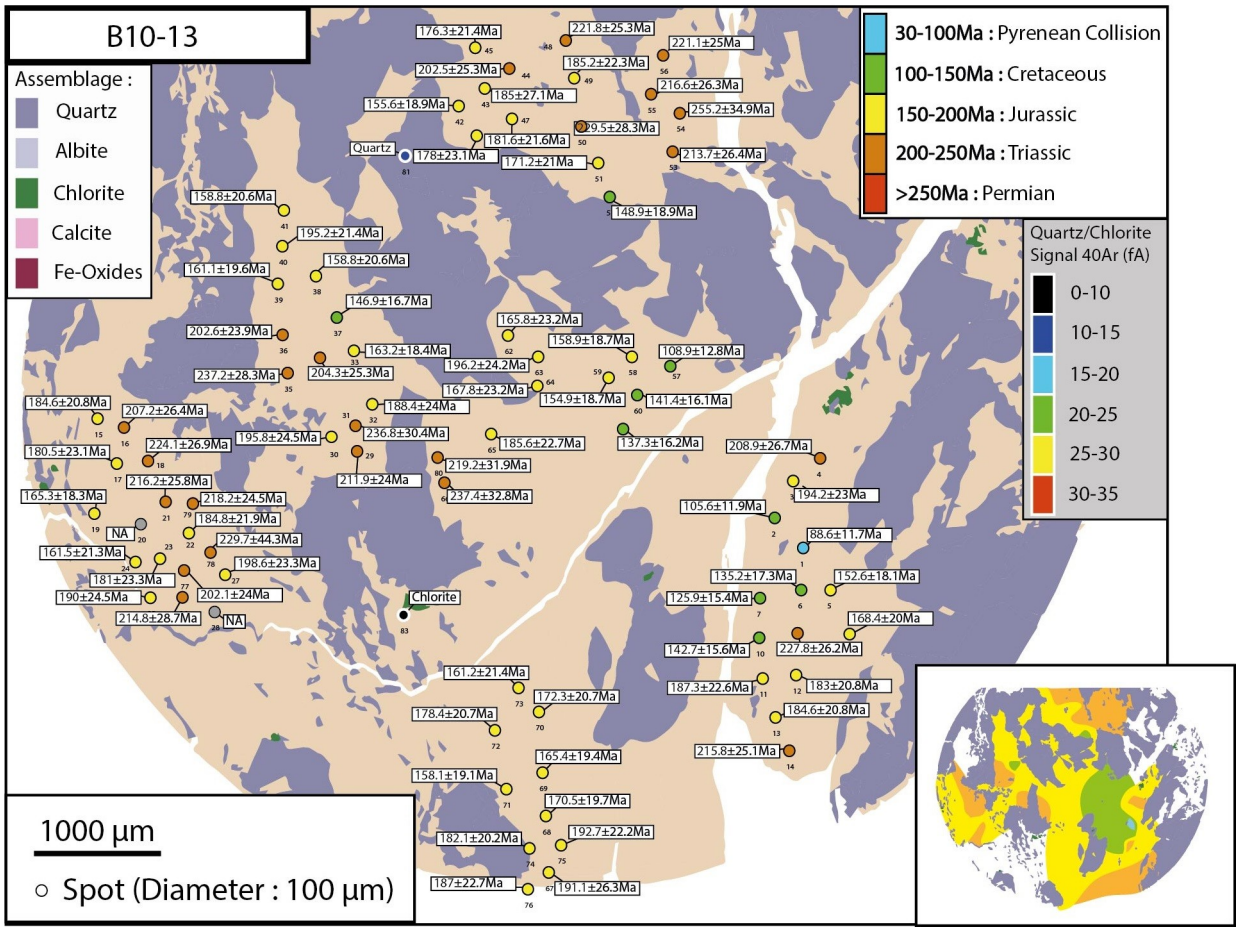


Figure 76: Localisation des ages K-Ar in situ sur B10-13 : Estimation de population d'ages et comparaison des signaux provenant des muscovites avec ceux des autres phases (Chl/Qtz)

La dernière phyllonite est située à proximité du contact avec le Permo-Trias dans une zone très altérée (Fig. 59). Cette roche (ZA16-86 ; Fig. 77) comporte des agrégats similaires aux phyllonites I précédemment décrites. Encore une fois, la fraction significative de chlorite et d'inclusion fluides dans les quartz de cet échantillon met en évidence la nécessité d'un contrôle préalable de la pétrographie via l'utilisation du nanotomographe.. Cet échantillon définie la gamme d'âge la plus jeune mesurée à Bielsa avec des ages entre Crétacé supérieur et inférieur, ainsi qu'un spot unique isolé correspondant au Trias. Les populations d'age Cependant, une grande fraction de la population du Crétacé supérieur est située à proximité des fractures.

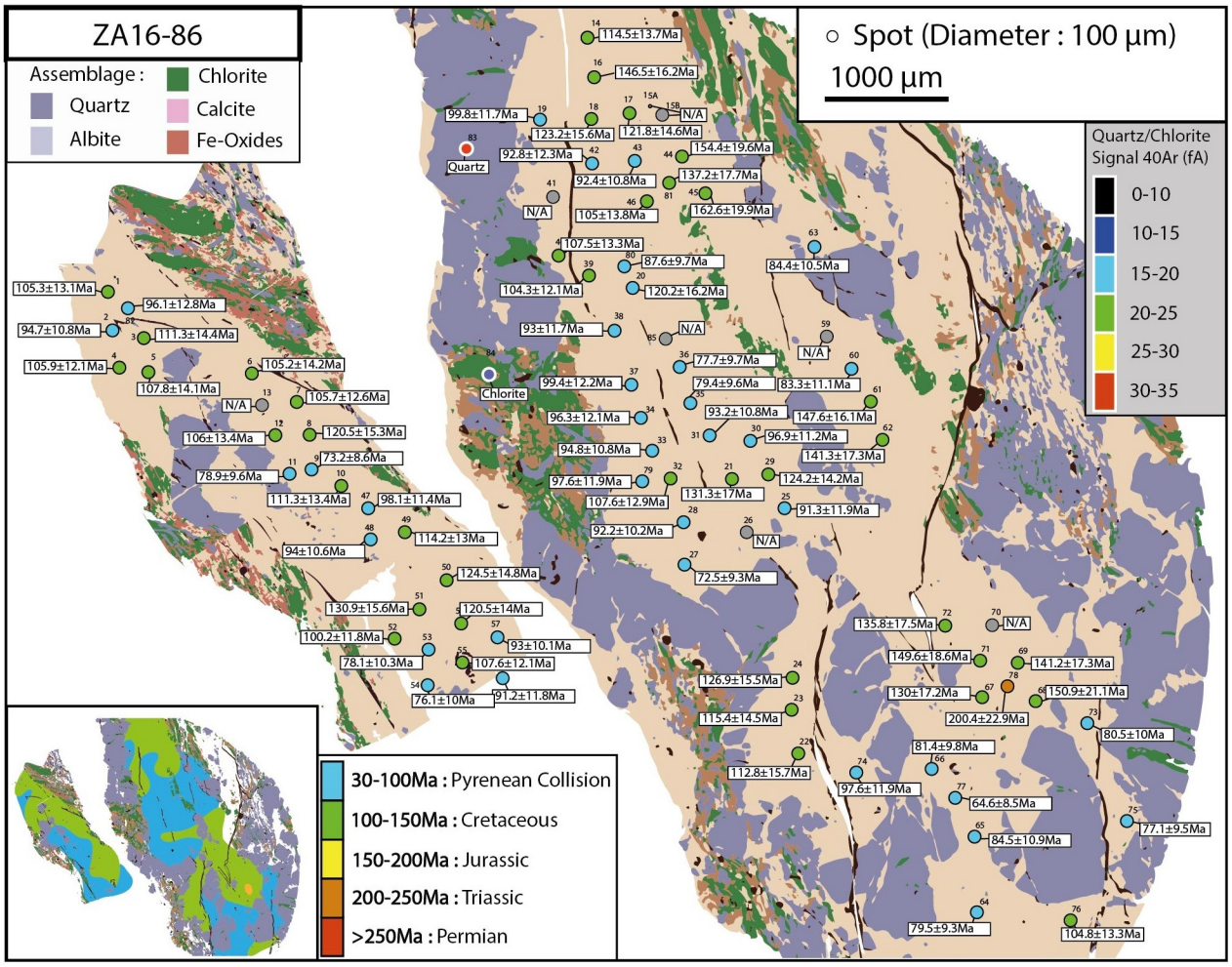


Figure 77: Localisation des ages K-Ar in situ sur ZA16-86 : Estimation de population d'ages et comparaison des signaux provenant des muscovites avec ceux des autres phases (Chl/Qtz)

Le cas de l'échantillon ZA18-13 (Fig. 78) du granite de Soulcem (Fig. 57) est plus complexe, puisqu'il ne contient que 6 % de muscovite dont seulement une partie est contenue dans des agrégats assez conséquents pour subir une ablation laser. Ceci dénote donc une forte probabilité d'ablation de phases supplémentaires, les plus probables étant l'albite et le quartz. Ces phases montrent un signal daté au Crétacé supérieur, donc pourraient provoquer un rajeunissement. Malgré ce paramètre, 10 spots d'ablation sur la trentaine effectuée correspondent à des âges antérieurs aux datations Rb-Sr sur muscovite sur le massif de Soulcem (294,4±2,8Ma ; Majoor, 1988). Au sein des fins agrégats de micas blancs les ages varient entre le Permien et le Crétacé supérieur. Tandis que les micas de plus grande taille montrent plus clairement des ages Permiens.

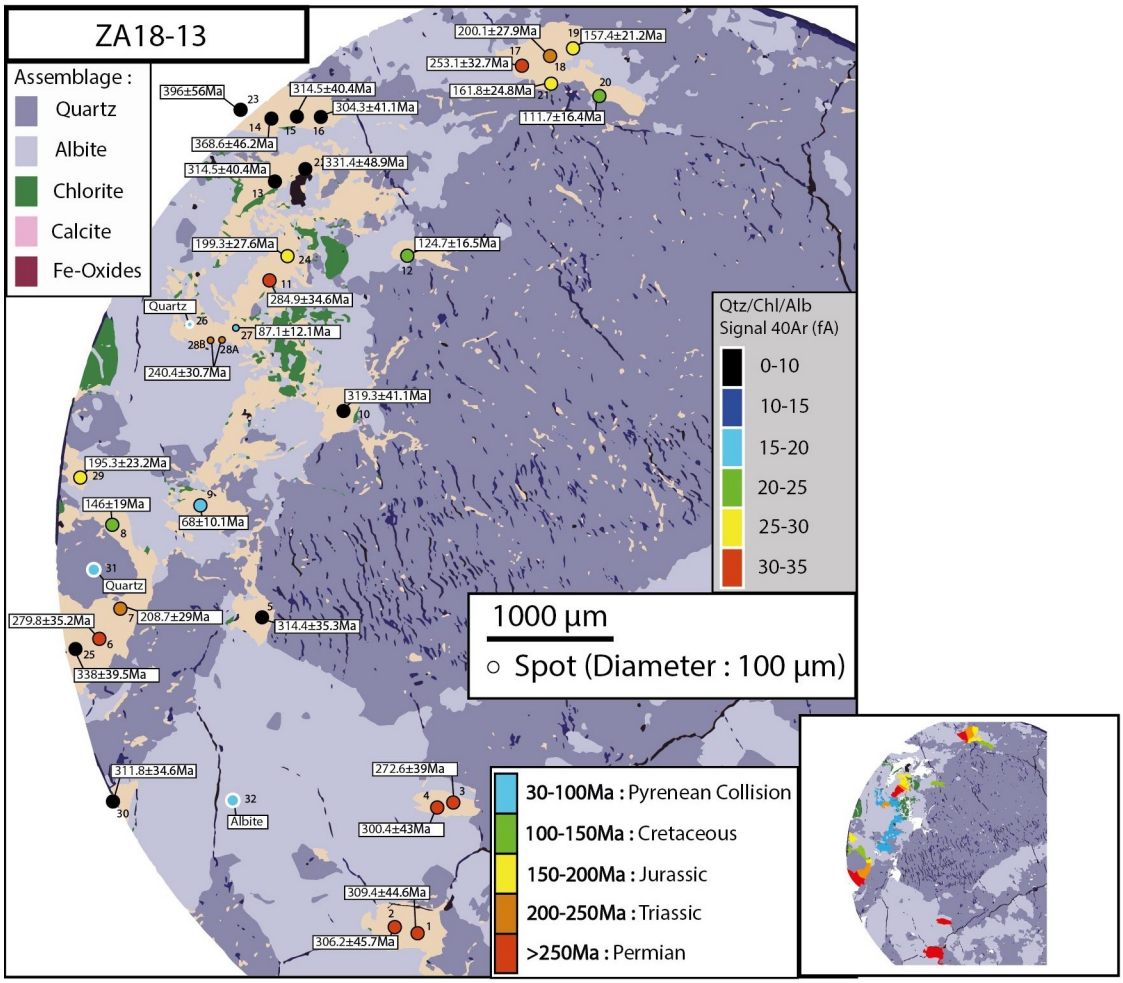


Figure 78: Localisation des ages K-Ar in situ sur ZA18-13 : Estimation de population d'ages et comparaison des signaux provenant des muscovites avec ceux des autres phases (Chl/Qtz)

En résumé, la localisation des ages permet de tirer quelques interprétations intéressantes au-delà d'un age simplement moyenné. En premier lieu, la répartition spatiale des ablations montre des transitions graduelles entre les différentes populations d'ages sont graduelles. Par ailleurs, les ages les plus jeunes (Crétacé) sont rassemblés au centre des agrégats les plus larges et connectés, tandis que les ages les plus anciens (Permien) sont majoritairement localisés dans les agrégats isolés.

6 The role of thermal and structural inheritance and Alpine collisional wedge evolution: constraints from new LT thermochronological data from the Axial Zone, Central Pyrenees

Maxime Waldner[1], Nicolas Bellahsen[1], Frederic Mouthereau[2], Matthias Bernet[3], Raphael Pik[4], Claudio Rosenberg[1], Melanie Balvay[3]

[1] Sorbonne Université, CNRS-INSU, Institut des Sciences de la Terre Paris, UMR 7193, F-75005, Paris, France

[2] Géosciences Environnement Toulouse, Université de Toulouse, CNRS, IRD, UPS, CNES, 31400 Toulouse, France

[3] Université Grenoble Alpes, ISTerre, 38000 Grenoble, France

[4] CRPG, UMR 7358 CNRS-Université de Lorraine, BP20, 15 rue Notre-Dame des Pauvres, 54500 Vandoeuvre-lès-Nancy, France

(*corresponding author : maxime.waldner@upmc.fr)

Key points

- Early Mid-Cretaceous cooling suggests a significant denudation of the Axial Zone during rifting
- Relatively low orogenic cooling rates (5-10 °C/Myrs) from 70 to 40 Ma suggest significant distributed shortening (~ 20 km) during this period
- Increase of cooling/exhumation rates (≥ 30 °C/Myrs and 800 m/Myrs) centered on Maladeta is caused by the activation of the Rialp crustal ramp

Abstract

The Pyrenees have been deformed during three phases: the Variscan orogeny and the Mesozoic rifting induced a structural and thermal inheritance that may have controlled the kinematics of the Meso-Cenozoic collision between Iberia and Europe. In this study, we present

new low-temperature (LT) thermochronological zircon fission track and (U-Th)/He data and structural observations to constrain the thermal history of the Axial Zone and its shortening sequence during the Alpine collision. The dataset collected along the ECORS profile suggests two collisional cooling phases. The early stage of Alpine shortening (from 70 to 40 Ma) is characterized by a low rate of cooling/exhumation in the whole Axial Zone around 5-10 °C/Myrs and 200±50 m/Myrs. During this phase, a distributed deformation occurred within the whole Axial Zone. Between 40 to 20 Ma, a phase with cooling rates around 30 °C/Myrs and exhumation at > 800 m/Myrs is recorded only in the Maladeta massif. As much lower denudation rates are recorded further North and South, this suggests a symmetric exhumation in the Axial Zone. Thus, these results show that the Axial Zone experienced 2 modes of shortening: (i) a continuous distributed stage of shortening from Upper Cretaceous to mid-Eocene questioning the Paleocene quiescence phase and (ii) a stage of localized underplating with the activity of the last crustal ramp.

Keywords: Collision, Exhumation, Sequential restoration, Thermal inverse modelling, Thermicity

6.1 Introduction

The Pyrenean mountain belt is an asymmetric Alpine doubly-vergent collisional wedge (Beaumont et al., 2000; Choukroune, 1989; Muñoz, 1992; Roure et al., 1989; Seguret, 1972; Mouthereau et al., 2014; Vergés et al., 1995; Teixell, 1996) linked to the closure of Early Cretaceous rift system (**Fig. 79**; Lagabrielle et al., 2010; Olivet, 1996; Vielzeuf and Kornprobst, 1984). The rifting started during Triassic times, lasted during Jurassic-early Cretaceous times, and involved strike-slip deformation (Olivet, 1996; Srivastava et al., 1990; Tugend et al., 2015). The mid-Cretaceous rifting post-dated the Variscan orogeny which strongly deformed rocks currently outcropping in the Axial Zone (AZ). Thus, the Early Cretaceous rifting event and the Variscan structural inheritance may have controlled Alpine shortening (Cochelin et al., 2018). Convergence started at around 83 Ma (Olivet, 1996), only few Myrs after extreme crustal thinning and mantle exhumation at around 110-90 Ma (Clerc and Lagabrielle, 2014; de Saint Blanquat et al., 2016; Golberg and Leyreloup, 1990; Lagabrielle et al., 2010; Masini et al., 2014; Vacherat et al., 2016). Such an event had a profound thermal effect on the later shortening in the North Pyrenean Zone (NPZ; Ternois et al., 2019; Vacherat et al., 2016, 2014) and possibly in the AZ (Bellahsen et al., 2019).

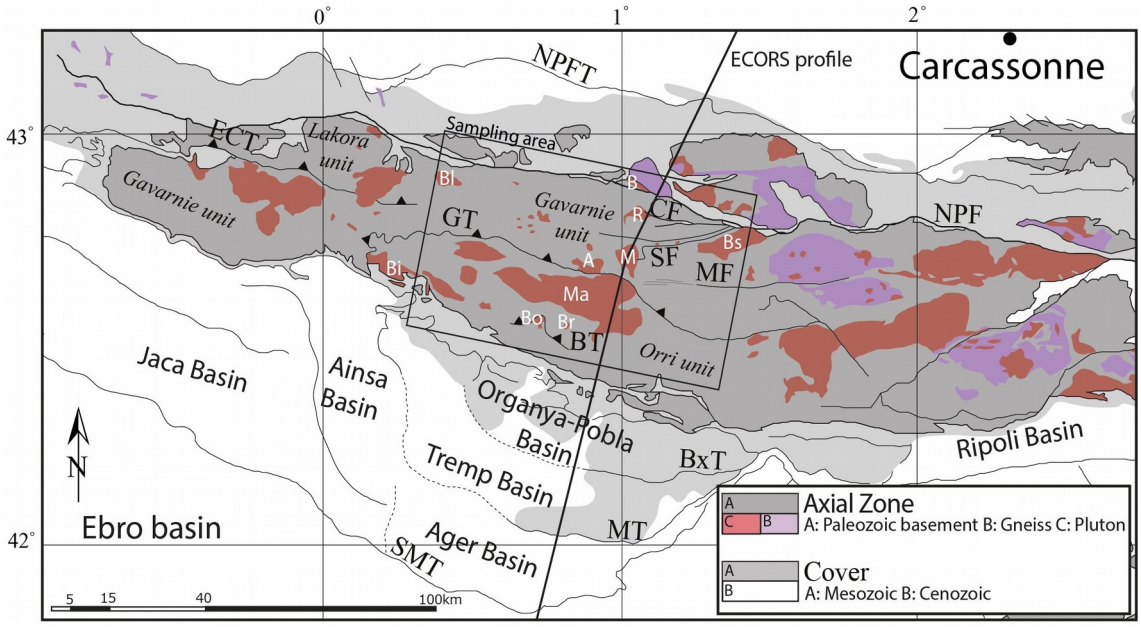


Figure 79: Structural map of Pyrenees presenting major tectonic structures (Units, thrusts), plutonic/metamorphic massifs, main southern basins. NPFT: North Pyrenean Frontal Thrust; NPF: North Pyrenean Fault; ECT: Eaux-Chaudes Thrust; GT: Gavarnie Thrust; CF: Couflens Fault; MF: Merens Fault; BT: Bono Thrust; BxT: Boixoll Thrust; MT: Montsec Thrust; SMT: Sierra Marginales Thrust; A: Arties; B: Bethmale; Bi: Bielsa; Bl: Bordere-Lourons; Bo: Bono; Br: Barruera; Bs: Bassies; E: Erill; M: Marimanya; Ma: Maladeta ; R: Riberot.

The Alpine shortening started in the NPZ and subsequently propagated to the AZ and the external zones. In the South Pyrenean Zone (SPZ) basins (filled by Meso-Cenozoic sediments), the timing and amount of shortening of each major structure are well defined and thus provide constraints for the AZ structures. The classical interpretation of the ECORS deep reflection profile suggests the development of an antiformal stacking in the AZ (Roure et al., 1989; Munoz, 1992; Mouthereau et al., 2014). The deepest part of the crustal root of the orogen is now well constrained by recent tomographic images (Chevrot et al., 2014a, 2014b, 2018). Recent contributions quantified the Alpine shortening throughout the mountain belt between 71 and 111 km (Erdős et al., 2014; Espurt et al., 2019; Grool et al., 2018; Mouthereau et al., 2014; Teixell et al., 2018). This shortening is especially accommodated along the Gavarnie thrust as supported by modelling of Ar multidiffusion domains on feldpars (Metcalf et al., 2009). However, a recent structural study (Cochelin et al., 2018) proposed a very small amount of Alpine shortening in the AZ, arguing for a mainly Variscan deformation. This restoration supposes a limited tilting in the northern AZ, and therefore suggest that the “classic” antiformal stack model must be refined. However, this reconstruction did not consider the exhumation sequence documented by thermochronological studies which are consistent with dominant south-migrating deformation onwards Late Cretaceous (**Fig. 80**; Fitzgerald et al., 1999; Gibson et al., 2007; Sinclair et al., 2005; Whitchurch et al., 2011). These data show that significant denudation around 8 km occurred in the AZ with a peak between

ca. 35 and 30 Ma, implying that the crust had been strongly shortened during the Alpine convergence. The onset of cooling is constrained around 75-70 Ma in the central North Pyrenean Zone and in the north-eastern Agly massif (Mouthereau et al., 2014; Ternois et al., 2019; Vacherat et al., 2017). Associated exhumation is also recorded by detrital zircon fission track (ZFT) data in the South Pyrenean basins (**Fig. 79**; Beamud et al., 2011; Whitchurch et al., 2011). In the AZ, the onset of exhumation is poorly constrained although few data suggest the onset of Alpine cooling at around 65 Ma (Metcalf et al., 2009; Sinclair et al., 2005). This would contradict the so-called quiescence phase described in the Pyrenees during Paleocene times (e.g., Grool et al., 2018; Mouthereau et al., 2014; Rosenbaum et al., 2002 and references therein). Indeed, The Pyrenean wedge kinematics, and in particular the AZ, are already constrained by low temperature (LT) thermochronologic data (**Fig. 80** ; apatite and few zircon fission track and (U-Th)/He data; Fitzgerald et al., 1999; Garwin, 1985; Gibson et al., 2007; Jolivet et al., 2007; Maurel, 2003; Maurel et al., 2008; Metcalf et al., 2009; Sinclair, 2005; Yelland, 1991). These data from AZ provide information on the cooling after ca. 50 Ma (**Fig. 81**) some Myrs after initiation of Alpine convergence (~83 Ma). The Alpine thermal peak is estimated at ca. 300°C in AZ (e.g. Jolivet et al., 2007; McCaig and Miller, 1986; Bellahsen et al., 2019). However, the dataset is mostly based on apatite and therefore only track length constrains the early stages of cooling. Thus, more systematic thermochronological data on zircons in the AZ are necessary to better constrain the denudation history of the Pyrenees.

The wedge is considered to have shortened rather symmetrically during Upper Cretaceous times and then asymmetrically during Cenozoic times (Grool et al., 2018; Mouthereau et al., 2014). However, the exhumation pattern seems symmetrical until ca 35 Ma and the activation of the last crustal ramp (Rialp thrust; Sinclair et al., 2005). Indeed, from 40 Ma onward, the AFT ages in the AZ suggested the propagation of the denudation southward although higher-temperature thermochronometers are needed to confirm it.

In this contribution, we present new Low Temperature (LT)-thermochronological data from a transect in Central Pyrenees, along the ECORS-Pyrenees profile (Choukroune, 1989) and inverse thermal modelling (QTQt software, Gallagher et al., 2009; Gallagher, 2012). These new data, coupled to literature data, provide a fine thermal history for each unit of the Axial Zone. This allows to discuss (i) cooling of the Axial Zone during the Cretaceous rifting, (ii) the structural sequence and thermal evolution of the Pyrenees, (iii) the role of structural and thermal inheritance on the modes of shortening (distributed vs localized, in-sequence vs out-of-sequence), and (4) the amount of Alpine shortening relatively to the Variscan one. In particular, we show that the Axial Zone

experienced a cooling during mid-Cretaceous times.

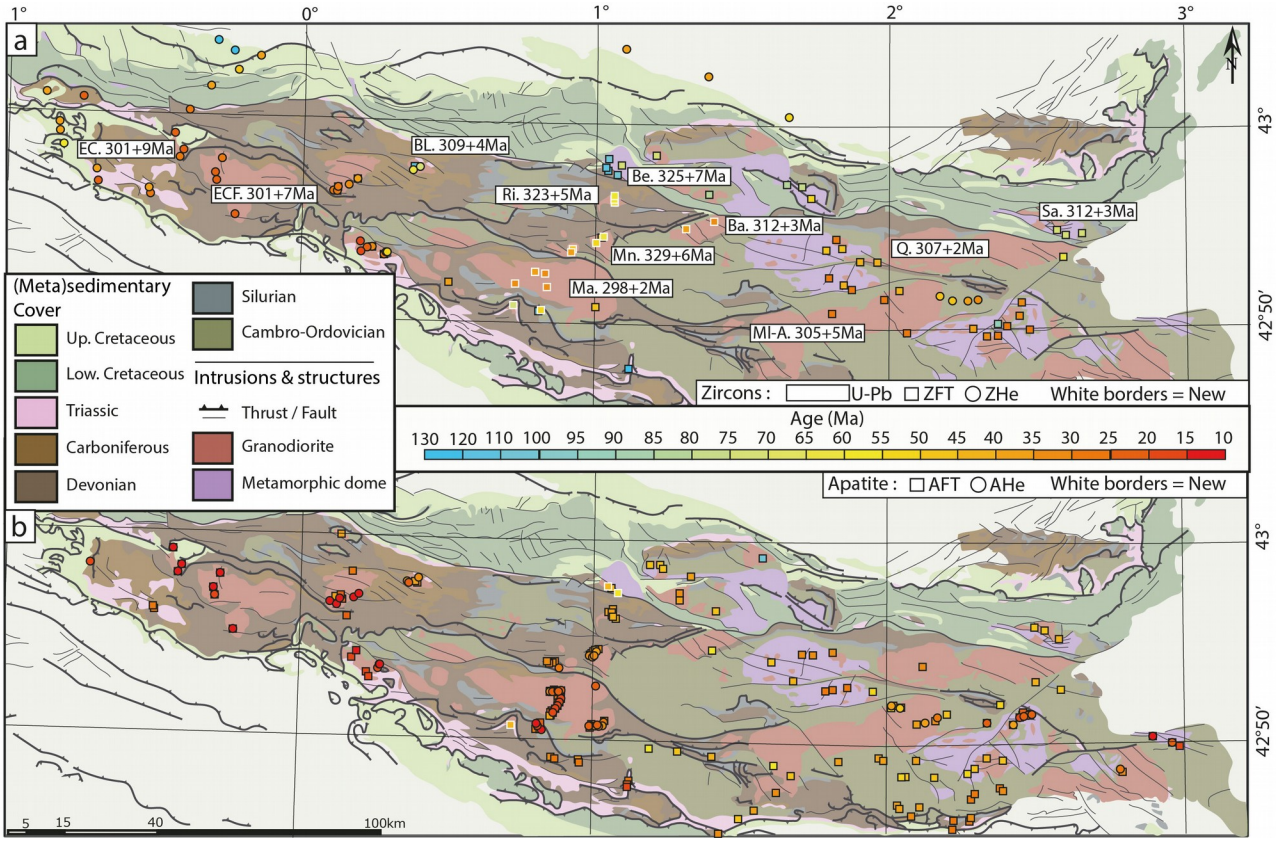


Figure 80: Location of available low temperature Thermochronometers in the Axial Zone, Pyrenees (according to Fitzgerald et al., 1999; Garvin PhD Thesis, 1985; Gibson et al., 2007; Jolivet et al., 2007; Maurel PhD Thesis, 2003; Maurel et al., 2008; Metcalf et al., 2009; Sinclair et al., 2005; Yelland et al., 1991): (a) on zircons (U-Pb, Fission Tracks, (U-Th)/He); (b) on apatite (Fission Tracks, (U-Th)/He).

In particular, we show that the AZ experienced significant denudation during mid-Cretaceous times and associated rifting event. Thus, the future AZ, i.e., the Iberian margin, was a rift shoulder at this time. However, we also suggest that this southern margin was also significantly heated during rifting: the geothermal gradient was probably as high as 40 to 50°C/km until Eocene times. Such relatively high geothermal gradients most likely influenced the mode of shortening, de-localizing deformation, which resulted in a phase of distributed shortening from the onset of convergence at 83 Ma to about 40 Ma. At ca. 40-35 Ma, the shortening was localized on the Rialp crustal frontal thrust.

6.2 Geological setting

6.2.1 Thermo-structural inheritance : Variscan orogeny and Mesozoic rifting events

The Variscan orogeny strongly imprinted the Paleozoic (meta)sediments of the Pyrenees

during three distinct tectonic phases. The D1 deformation is associated with N-S compression (Denèle et al., 2009; Evans et al., 1997), which formed regional kilometer-scale folds in the upper crust while the lower crust experienced HT-LP metamorphism (Cochelin et al., 2018). This stage of deformation, estimated at around 325 – 320 Ma, probably induced a moderate crustal thickening contemporaneous to metamorphism (Denèle et al., 2009; Laumonier, 2010). Then, the D2 deformation is represented by transpressional flow to the east dated at ca. 310 Ma in the migmatitic basement (Cochelin et al., 2018; Laumonier, 2010) and transposed initial schistosity S1 into a subvertical S1/2 schistosity (Druguet et al., 2009). At the same time, the northernmost massifs in the upper crust underwent coaxial shearing while the southern massifs mostly experienced non-coaxial shearing with top-to-the south shear zones. In the middle crust, compression formed mega-folds represented by the succession of anticline-syncline structures (e.g., Couflens, Llavorsi; **Fig. 79**). Finally, at around 299 Ma, transpressive dextral deformation took place during the emplacement of granitic to granodioritic plutonic massifs into the upper crust (Laumonier, 2010; Laumonier et al., 2014). This last Variscan deformation is associated with a retrogressive Barrovian metamorphism.

After the collapse of the Variscan orogen during Permo-Triassic times (Vissers, 1992), a volcanic episode is commonly associated with the north Pyrenean rifting. During the Late Jurassic period, a rifting stage occurred in Alpine Tethys (Choukroune, 1992) and is followed by the opening of the central Atlantic domain (Schettino and Turco, 2010) and later by the rotation of Iberia (Montigny et al., 1986; Thinon et al., 2001). Around Albo-Cenomanian times, the Pyrenean rifting induced a crustal thinning (Golberg and Leyreloup, 1990) which resulted in a hyper-extended domain (Jammes et al., 2009; Lagabrielle and Bodinier, 2008; Lagabrielle et al., 2010; Masini et al., 2014) accompanied by a high thermal gradient in the NPZ (Clerc and Lagabrielle, 2014; Vacherat et al., 2014). This stage is highlighted by K-volcanism between 110-85 Ma (**Fig. 81**; Montigny et al., 1986) and is overlapped by a metamorphic stage constrained at ca 95-93 Ma in the central Pyrenees (Albarède and Michard-Vitrac, 1978; Montigny et al., 1986). Maximal temperatures, constrained between 340-390 and 600°C (Golberg and Leyreloup, 1990 ; Vauchez et al., 2013), decrease from east to west as attested by RSCM (Raman Spectrometry on Carbonaceous Material) data (Clerc and Lagabrielle, 2014). These temperatures are explained by crustal hyperthinning and mantle exhumation witnessed by the occurrence of peridotites temporally and geographically associated to the Mid Cretaceous metamorphic and magmatic event (Clerc et al., 2012; Clerc and Lagabrielle, 2014; Jammes et al., 2009; Lagabrielle and Bodinier, 2008; Lagabrielle et al., 2010; Mouthereau et al., 2014; Vielzeuf and Kornprobst, 1984). The HT

metamorphism is also recorded in extensional top-to-the-north mylonitic shear bands in the Saint Barthelemy gneiss (de Saint-Blanquat et al., 1990; Passchier, 1984; Golberg and Leyreloup, 1990; Vauchez et al., 2013) dated at 110-100 Ma (Costa and Maluski, 1988). In this massif, the Mesozoic extension is also marked by a tectonic-hydrothermal event recorded by granite albitization at 117 Ma (Boulvais et al., 2007) and talc-chlorite mineralization at 112-97 Ma (Schärer et al., 1999).

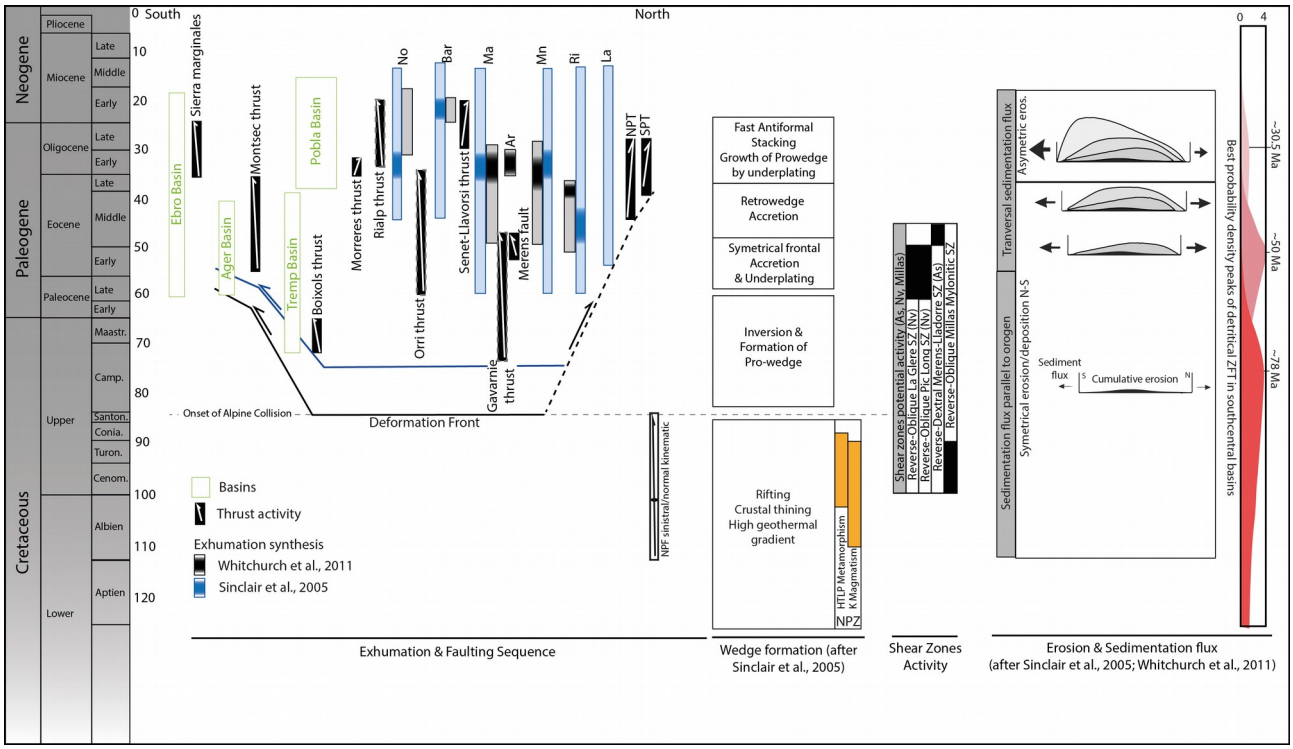


Figure 81: Diagram of known Meso-Cenozoic deformation steps of the Axial Zone of Pyrenees. Constrains after Beamud et al., 2011; Bond & McClay, 1995; Deramond et al., 1993; Erdos,VanderBeek & Huismans, 2014; Filleaudeau et al., 2011; Fitzgerald et al., 1999; Labaume et al., 1985; Meigs et al., 1996; Meigs & Burbank, 1997; Metcalf et al., 2009; Mouthereau et al., 2014; Puigdefabras & Souquet, 1986; Rahl et al., 2011; Sinclair et al., 2005; Whitchurch et al., 2011. Nv: Neouvielle; As: Aston; Az: Arize; La: Lacourt; Ri: Riberot; Mn; Ar: Arties; Ma: Marimanya; Bar: Barruera; No: Nogueres; NPF: North Pyrenean Fault.

6.2.2 Overview of Alpine shortening sequence

The inversion of the pre-existing Cretaceous rift began during the late Santonian (Choukroune et al., 1989; Mouthereau et al., 2014; Munoz, 1992; Roure et al., 1989) coevally with the end of Cretaceous Superchron at ca. 83 Ma. In the NPZ, the onset of cooling is recorded by ZHe data (Mouthereau et al., 2014) at ca. 82 Ma with grains showing dispersed ages from 80 to 105 Ma interpreted as affected by Late Cretaceous HT metamorphism and K-volcanism. Therefore, these results are interpreted as a diagnostic of transitional period from 83 and 75 Ma at the onset of Alpine collision (Mouthereau et al., 2014). This period is marked by the onset of cooling in abnormally hot Mesozoic basins located on the hyper-extended crust of the European margin. In addition to the ductile shortening induced by HT conditions, these data reveal this period as the closure of hyperextended domain (distal margins; Mouthereau et al., 2014) which is followed by the collision of thicker continental margin at ca 75-70 Ma.

About 10-15 Myrs after onset of convergence, deformation shifted to the south as outlined by the inversion of the Organya basin in the SPZ (**Fig. 79**): there, the Bóixols thrust is dated by illite Ar-Ar dating at ca. 72 Ma (Rahl et al., 2011) and geologically constrained by a Campanian-Maastrichian unconformity and finally sealed by upper Paleocene cover (Bond and McClay, 1995; Deramond et al., 1993). The orogenic cooling began in the NPZ at around 75-70 Ma (**Fig. 81**) according to FT data and inverse modelling of AFT data (Yelland, 1991; Mouthereau et al., 2014) on granitic cobbles (Beamud et al., 2011). Moreover, the early stage of alpine cooling of the eastern Pyrenees is also recorded by detrital ZFT and ZHe in southern basins (Beamud et al., 2011; Filleaudeau et al., 2011; Whitchurch et al., 2011) with a lag time estimated around 15 Myrs (according to detrital ZFT data from Whitchurch et al. (2011); **Fig. 81**). However, along the ECORS profile in AZ, the orogenic cooling from around 75 to ca. 50 Ma is not clearly constrained by thermochronometers (Fitzgerald et al., 1999; Sinclair et al., 2005).

Multi Domain Diffusion modelling of Ar-Ar on K-Feldspar is consistent with a lower Cenozoic (around 65 Ma) burial of the Maladeta massif (T~300°C) under the Gavarnie unit (Metcalf et al., 2009). Movement along the Gavarnie thrust is thus thought to be kinematically related to southward displacement of the Bóixols thrust during Upper Cretaceous. To the west, according to late Eocene Ar-Ar dating on illite/muscovite, the thrust seems to be younger (Abd Elmola et al., 2018; Rahl et al., 2011).

From 63 to 40 Ma, the increase of detrital ZHe lag time (between Tremp and Escanilla formation in SPZ, **Fig. 79, 81**) suggests a decrease of exhumation rates (Filleaudeau et al., 2011), consistent with a phase of tectonic quiescence from ca. 65 to 55 Ma (e.g. Rosenbaum et al., 2002).

The Montsec thrust (**Fig. 79, 81**) is activated from 55 Ma (faulted Ypresian growth strata, Cande and Kent, 1992) to 36 Ma (sealed by Roda sandstones, Meigs et al., 1996; Meigs and Burbank, 1997). The displacement on Montsec thrust is classically interpreted to be linked to Orri thrust activity (e.g. Mouthereau et al., 2014; Muñoz, 1992; Roure et al., 1989) which therefore permit the onset of cooling of Maladeta (Orri unit) around 50 Ma (Metcalf et al., 2009). Furthermore, a few part of the shortening associated to this period may also have been accommodated by internal deformation in the Gavarnie unit (Mouthereau et al., 2014). Otherwise, this period of global exhumation in Axial zone is marked by the activation of Merens sinistral-reverse fault (and potentially the Lladorre shear zone, Cochelin et al., 2018) at around 50 Ma (McCaig and Miller, 1988) and shear zones in the Neouvielle massif further west (48 Ma, Wayne and McCaig, 1998).

At ca. 50 Ma, the published LT-thermochronological dataset suggests an acceleration of the exhumation rate up to 173±80 m/Myrs in the northern AZ (Fitzgerald et al., 1999; Garwin, 1985; Sinclair et al., 2005). Then, a N-S cooling/exhumation sequence is supported by Eocene AFT ages in the Gavarnie and Orri massifs (Fitzgerald et al., 1999; Gibson et al., 2007; Sinclair, 2005). These data are interpreted as the migration of deformation from N to S (Fitzgerald et al., 1999; Sinclair et al., 2005; Whitchurch et al., 2011). Moreover, detrital AFT ages of Beamud et al. (2011) support an exhumation rate around 200 m/Myrs. This exhumation stage is therefore concordant with the paleo-topography estimates by Huyghe et al. (2012) up to ca. 2000 ± 500 m around 49-41 Ma.

Around 37 Ma, NPZ shortening was characterized by a maximum of 2-3 km of exhumation recorded by AFT ages in the Arize massif (Morris et al., 1998; Mouthereau et al., 2014). This exhumation is linked to a displacement on NPFT (Mouthereau et al., 2014).

At late Eocene – Oligocene times between 36 Ma and up to 24.7 Ma shortening was localized on the Sierra marginales thrust (SMT) (**Fig. 79, 81**). The SMT is sealed by the 24.7 Ma lacustrine deposits (Meigs et al., 1996; Meigs and Burbank, 1997). While, from 36 to 27 Ma, the Morreres back-thrust (MBT) was also active. These two structures accommodated a total shortening of ca. 20 km (**Fig. 79, 81**; Meigs et al., 1996; Mouthereau et al., 2014). According to AFT data from Maladeta, an exhumation peak is estimated at ca. 2-3 km/Myrs from 35 to 30 Ma (Fitzgerald et al., 1999). This acceleration is usually linked to the Rialp thrust activity (Fitzgerald et al., 1999; Gibson et al., 2007; Naylor and Sinclair, 2008; Sinclair et al., 2005). At around 32 Ma, modelling of track length from AFT data (Fitzgerald et al., 1999) and AHe ages (Metcalf et al., 2009) highlight the drop of cooling rate.

The post-orogenic times are considered to start at around 20 Ma (Mouthereau et al., 2014). However, Miocene AHe and AFT data from the southern AZ plutons (Barruera massif; **Fig. 79**) show a last acceleration of exhumation. This stage is estimated between 5 and 10 Ma in Fitzgerald et al. (1999) (or Jolivet et al. (2007) in western Pyrenees), whereas Gibson et al. (2007) constrained this period after 20 Ma.

6.2.3 Studied plutonic massifs

The plutonic massifs from Axial Zone were emplaced during the late Variscan episode (Bouchez & Gleizes 1995; Evans et al. 1997; Gleizes et al. 1998a) from ca. 340 to 290 Ma (**Fig. 80**) at shallow conditions as indicated by contact metamorphism of Carboniferous sediments. The

granite and granodiorite composing the massifs eventually recorded some post-tardi Variscan dextral-reverse deformation at sub-solidus state (Cochelin et al., 2018).

Bethmale granitic massif is the northernmost pluton of our studied area and, contrary to massif from the core of the Axial Zone, it is exposed at low elevations (~500 to 1500 m). The North Pyrenean Fault (NPF) separates the WNW-ESE elongated Bethmale granite from the Castillon metamorphic dome in the North Pyrenean Zone. As lateral comparative plutons close from NPF, the Bassies and Bordères-Louron massifs were also sampled and respectively dated at 312±3 Ma and 309±4 Ma (Gleizes et al., 2006). Those were emplaced during Varican transpressive D2 deformation as suggested by a verticalized S1-2. This pluton shows elevations from ca. 750 to 1300 m. The Triassic deposits overlying the pluton is N-dipping suggesting a northward tilt of Bordères-Louron massif during Alpine compression (Gleizes et al., 2006).

The Riberot, Marimanya and Arties massifs are central-north plutons structurally located in the Gavarnie unit. The Riberot plutons crops out at high elevation between ~1000 and ~2300m. The Carboniferous and Triassic rocks found a few kilometers to the east along Conflens fault (**Fig. 79, 80**) indicate a thin cover above the Riberot massif before Triassic times. Further south, most likely any continuous Variscan/Alpine structure is identified between the Arties and Marimanya plutons, which are only separated by few kilometer (Institut Cartographic de Catalunya, 2007). Thus, they will be considered as part of the same tectonic unit and their samples used in the same age-elevation diagram (see further down, 1400 to 2000 m for the Arties massif and 2200 to 2700 m for Marimanya massif). These massifs are located just north of the so-called Gavarnie thrust.

Into the Devonian Llavorsi syncline in the northern part of the Orri unit, the Maladeta pluton is emplaced at ca. 298±2 Ma (Evans, 1993; **Fig. 80**). This huge WNW-ESE elongated massif shows a large range of elevation (from ~1000 to ~3000 m). According to Metcalf (2009), Mesozoic shallow depths are also supported by Ar-Ar on biotites and Ksp which respectively suggest: (i) a fast cooling below 350°C after emplacement of the Maladeta pluton, (ii) a burial of north Maladeta at ca. 70 Ma under Gavarnie thrust.

In the southern part of Orri two small plutons are separated by Bono thrust. The Barruera and Bono pluton are respectively emplaced in Devonian sediments of the footwall of Senet and Bono thrusts (**Fig. 80**).

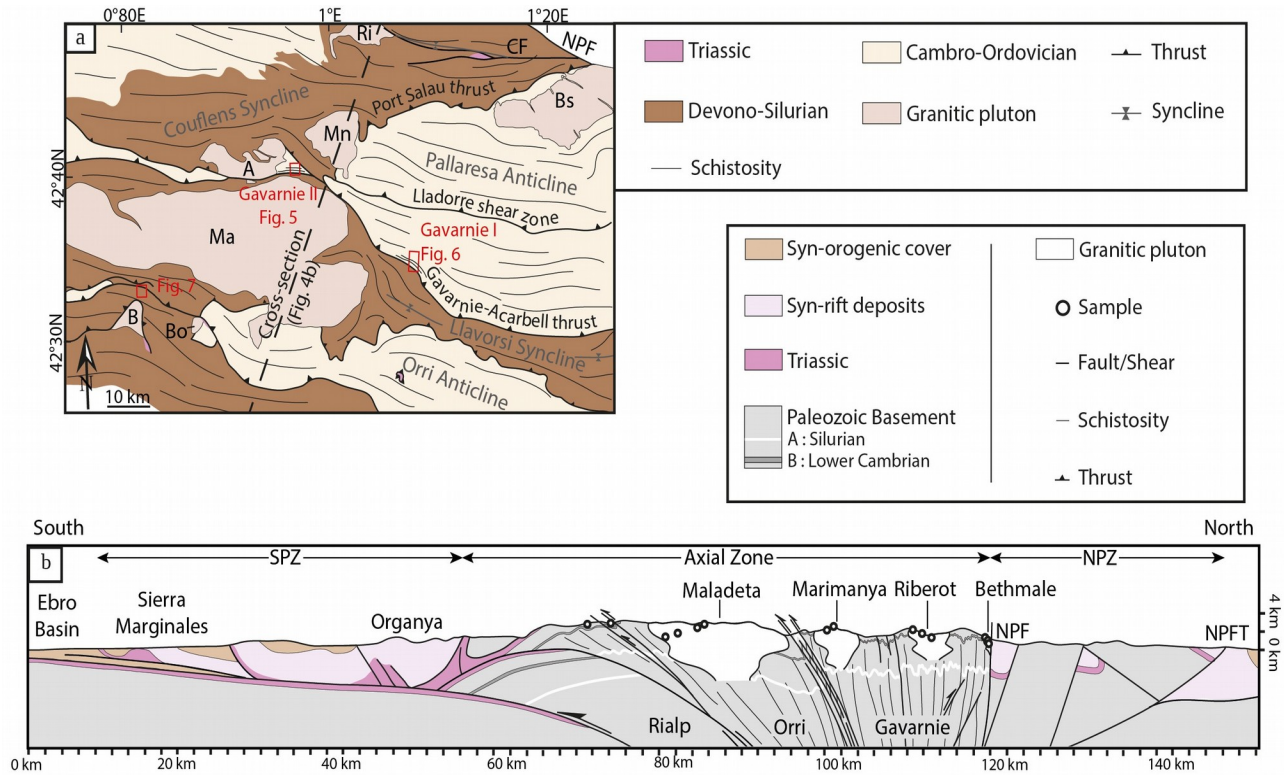


Figure 82: Global Cross section of Pyrenean prism : (a) Location of main structures and global cross-section. NPF: North Pyrenean Fault; NPFT: North Pyrenean Frontal Thrust. (b) Global cross-section of Pyrenean prism (few km west from ECORS-Pyrenees profile). CF: Couflens fault system; Bs: Bassies; R:Riberot; A: Arties; Ma: Maladeta; B: Barruera; Bo: Bono.

6.3 Structure of the central Axial Zone

About 10 km west of the ECORS profile, we built a ~220 km-long cross-section from the Aquitanian to the Ebro basins (**Fig. 82b**), along which most plutonic massifs have been studied in the field and sampled for thermochronological analyses. Paleozoic (meta)sediments are subdivided into 2 units including the Precambrian-Cambrian-Ordovician unit and a Devonian-Carboniferous unit. They are separated by the Silurian represented by black slates classically considered as a décollement (e.g., Clariana and García-Sansegundo, 2009; Cochelin et al., 2018; García-Sansegundo et al., 2004). As a marker of the Mesozoic-Cenozoic Alpine deformation, the Permo-Triassic cover is specifically outlined. The external parts (such as NPZ and SPZ) are mainly based on a published reconstruction of Mouthereau et al. (2014).

The North Pyrenean Fault separates the NPZ from the AZ and is sub-vertical. In northern AZ, the S1 schistosity is steeply dipping (associated to potentially coeval north verging folds) in the Gavarnie unit. The Couflens syncline located north of the Gavarnie Unit is bordered by NPZ and by Port Salau fault (east of Marimanya) or Gavarnie thrust (west side) (**Fig. 82a**). This area is affected by faulting (e.g. Couflens fault zone, **Fig. 79, 82a**; Ternet et al., 1997) including some remaining Triassic deposits.

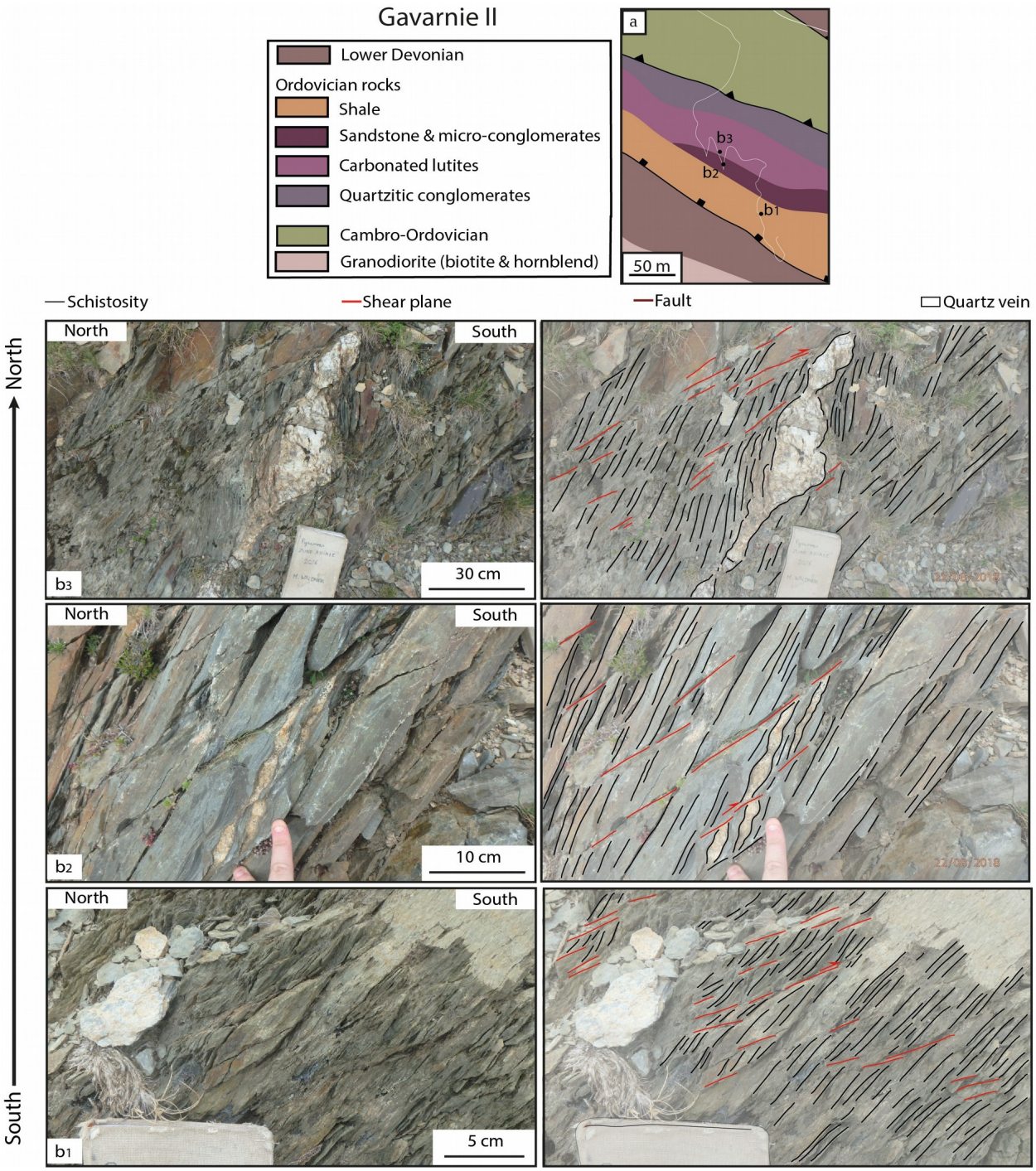


Figure 83: Field photographs of penetrative deformation along the Gavarnie thrust between Marimanya and Maladeta including: (a) small structural map of the sampled area; (b1) reverse sheared plane 150 m away from Gavarnie thrust and sheared quartzitic vein by compressive regime at ca 100 m from Gavarnie thrust (b2, b3). CF: Couflens fault system; Bs: Bassies; R:Riberot; A: Arties; Ma: Maladeta; B: Barruera; Bo: Bono.

South of the Couflens fault zone, the Couflens syncline is bordered by south-verging Port Salau fault (**Fig. 82a**). To the south, the Pallaresa anticline which deforms Cambro-Ordovician series, is deformed by the Lladorre shear zone (western continuation of Merens shear zone), which was activated during Pyrenean compression at around 50 Ma (Denèle et al., 2008; McCaig, 1986;

Mezger et al., 2012). In the western Pallaresa anticline, many shear zones can be observed attesting for a distributed shortening in the Paleozoic rocks (**Fig. 83**).

Between the Maladeta and Marimanya massifs, the Paleozoic layers are affected by a penetrative 60-80°N-dipping S1 schistosity cut by north-dipping shear zones (**Fig. 83**). This deformation could be observed up to 100 m north of the Gavarnie "thrust" (**Fig. 82a**). This thrust is usually considered as the major alpine structure accommodating 10-20 km of displacement (Labaume et al., 1985; McCaig, 1986; Mouthereau et al., 2014; Munoz et al., 1992; Séguret, 1972).

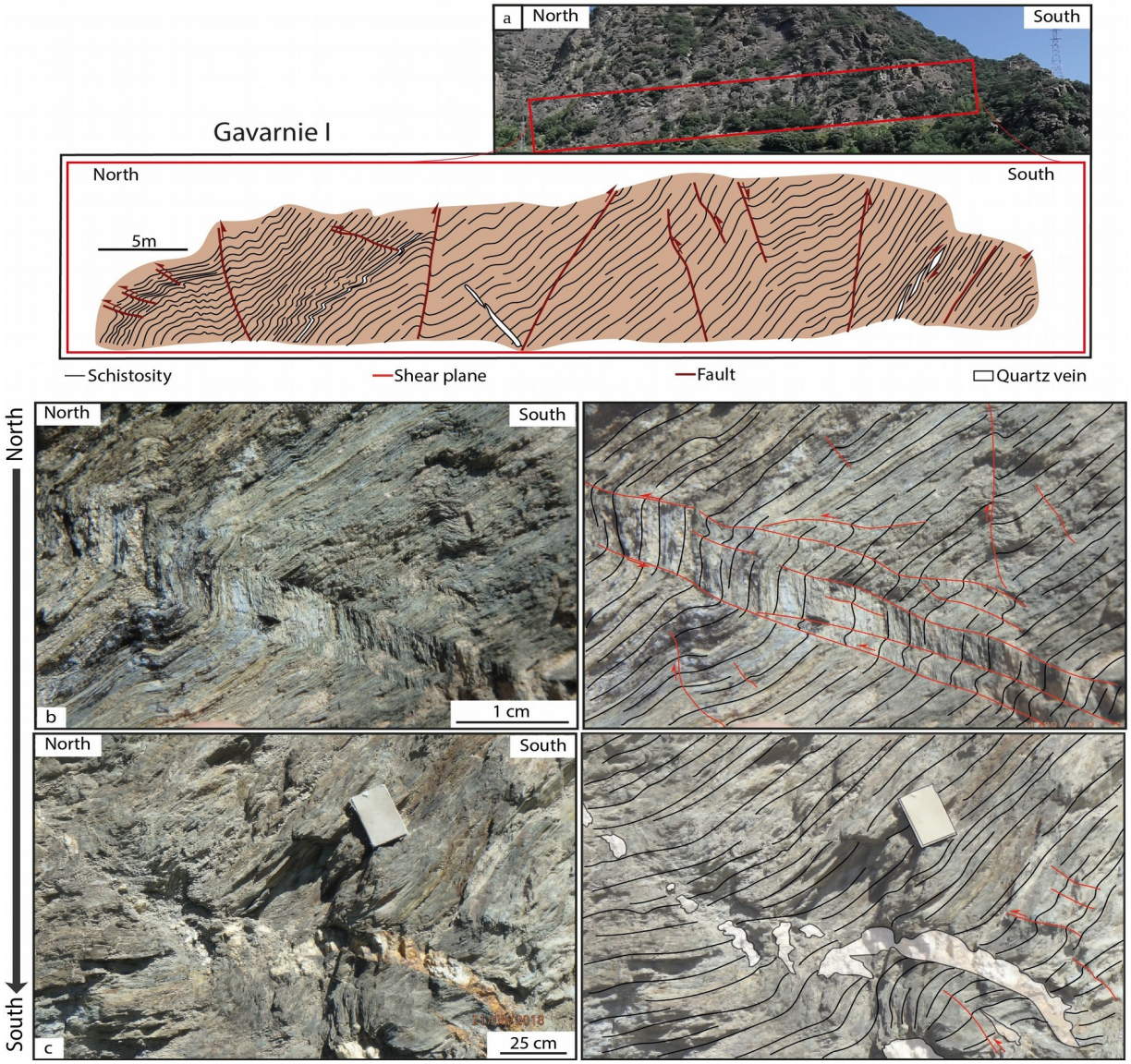


Figure 84: Structural analysis of small-scale deformation and delocalization of deformation near Gavarnie thrust into Pallaresa valley: (a) Small cross section of successive outcrops showing deformation gradient involving more-or-less penetrative S1 schistosity (black lines); Field photographs including; (b) North-vergent reverse shear induced by fracturation and interlayer sliding; (c) Sheared quartzitic vein. CF: Couflens fault system; Bs: Bassies; R:Riberot; A: Arties; Ma: Maladeta; B: Barruera; Bo: Bono.

There, i.e., East of the Maladeta massif (**Fig. 84**), the eastern prolongation of the Gavarnie thrust is much less clear. Several smaller-scale shear zones can be observed. However, it has been shown that in the Pallaresa valley, the S1 schistosity and shear zones have a shallower dip (<45°N, **Fig. 84a**) than in the north of Maladeta. For instance, north of the Llavorsi syncline, in Ordovician rocks, a diffuse north-dipping S1 schistosity is observed as well as small north and south-verging faults and shear zones (**Fig. 84a**). Quartz veins are also strongly deformed (**Fig. 84c**). At the northern termination of the transect, penetrative schistosity S1 is cut by small-scale shear zones and deformed by north-verging kink bands (**Fig. 84b**).

In Devonian rocks south of the Maladeta massif (**Fig. 85**), the S1 dips at shallower angles (from 25 to 50°N; Cochelin et al., 2018). Between the Bono and Maladeta plutonic massifs, two north-verging thrusts (Senet-Llavorsi and Bono thrusts) deformed Triassic rocks attesting for their Alpine age. The southern Orri unit (near Bono and Barruera) is mostly composed of Devonian to Silurian sedimentary rocks with a slightly less penetrative S1 schistosity compared to Gavarnie unit. Quartzitic veins and S1 are also deformed by shear planes (**Fig. 85**).

Thus, in the Axial Zone, there are several evidences of distributed deformation within Paleozoic schists such as penetrative schistosity observed at least up to 200 m away from the main shear zones/thrusts. These deformations can be attributed either to Variscan or Alpine cycles, or both. On this basis, a significant part of S1 schistosity and also deformation along AZ (e.g. formation of the Llavorsi syncline) is considered as Alpine (see the sequential restoration further). In any case, the fine-grained phyllosilicate-rich metasediments widespread in the AZ facilitated such de-localization/distribution of deformation. It is noteworthy that plutonic massifs, close to the ECORS-Pyrenees profile, present very few distributed deformation.

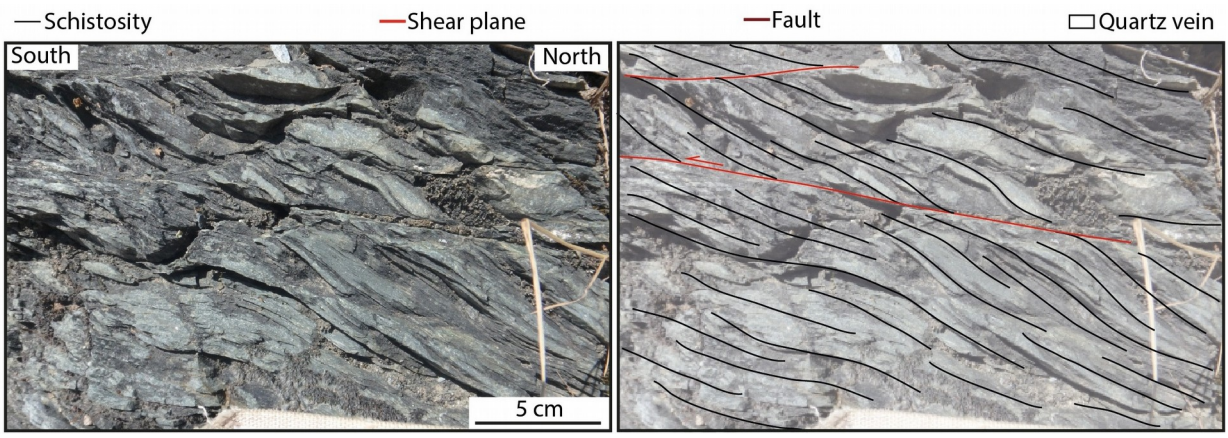


Figure 85: Structural analysis of small-scale deformation and delocalization of deformation near in southern part of Orri Unit. The field photographs include compressive C-planes cross-cutting the foliation. CF: Couflens fault system; Bs: Bassies; R: Riberot; A: Arties; Ma: Maladeta; B: Barruera; Bo: Bono.

6.4 Methodology

6.4.1 Sampling strategy

Nineteen granitic to granodioritic samples were collected in plutonic massifs along vertical profiles, through ECORS-Pyrenees profile in the AZ (**Fig. 80a, b**). Samples were prepared for several LT-thermochronological analyses (zircon and apatite fission-track and zircon (U-Th)/He). In northernmost part of the AZ, three samples were collected in the Bethmale massif, one the in Borderes-Louron massif. Further south, two samples were collected in both the Marimanya and the Arties massifs and three samples in the Riberot massif. Those massifs are in the Gavarnie/Nogueres unit s.l. In the core of the AZ, four samples were also collected in the Maladeta pluton, in the Orri unit. Rocks were sampled only in the central part of the massif (**Fig. 79**), which is aligned with the other smaller massifs further north (Bethmale, Riberot, Marimanya, Arties). Finally, in the south, one sample was collected on both the Barruera and the Bono plutons.

Zircon and apatite grains were separated for low-temperature thermochronological analyses using standard heavy-liquid and magnetic separation techniques in Centre de Recherches Pétrographiques et Géochimiques (CRPG) (Nancy, France). Minerals were finally hand-picked to keep a large fraction of apatite and zircon between 75 and 400 µm.

6.4.2 Zircon and apatite fission-track

Apatite and zircon grains were analysed at the ISTerre thermochronology laboratory Université Grenoble Alpes. Apatite grains were mounted in epoxy, polished to expose internal crystal surfaces, and etched with 5.5 M HNO3 for 20 s at 21°C. Zircon grains were mounted in Teflon sheets, polished, and etched with NaOH-KOH at 228°C between 8 and 36 h. Using the external detector method (Gleadow et al., 1976), mica sheets were attached to all samples and irradiated at the FRM II Research Reactor of the Technische Universität München (Germany) together with IRMM 540R and IRMM 541 dosimeter glasses for apatite and zircon respectively. Fish Canyon Tuff age standards were also irradiated with apatite and zircon. After irradiation, mica detectors were etched in 48% HF at 21°C for 18 min. Counting was carried out at 1250x on Olympus BH2 and BX51 optical microscopes using FTStage 4.04 system (Dumitru, 1993). Individual fission-track ages were obtained using zeta factors following the approach of Hurford and Green (1983). Horizontal confined track lengths and track etch pit size were measured to determine the Dpar value for apatite samples. The fission-track data are presented below in radial plots made with the RadialPlotter software of Vermeesch (2009) which also permitted to determine populations (see the supporting information Table S4 for formatted fission-track data).

6.4.3 Zircon (U-Th)/He

Between two and four single zircon grains per sample were selected with prismatic to round shape, zero to two pyramids, and an equivalent spherical radius ranging from 50 to 110 µm. Conventional zircon (U-Th)/He (ZHe) analysis were performed in the noble gas laboratory and Service d'Analyse des Roches et des Minéraux (SARM) at CRPG (Nancy, France). Zircons were loaded in platinum capsules for He extraction, and were outgassed at 1500°C for 20 min. They have been subsequently purified in an all metal line and analysed for He concentrations with a quadrupole mass spectrometer by addition of a 3He spike. After total helium extraction, content of U, Th, and Sm was measured at the SARM following the procedure described in Tibari et al. (2016). Zircon ages were corrected for α ejection (FT) following Ketcham et al. (2011). The global precision of He ages determined with this procedure is within 6-8 % (1σ), and yield a Fish Canyon Tuff (FCT) age of 28.6 +/- 2.5 Ma during the course of these measurements.

6.4.4 Modelling approach

The inversion of the available multi-LT-thermochronological dataset using the QTQt software (Gallagher, 2012; Gallagher et al., 2009) permits to determine the best time-temperature path fit by using a Bayesian "Markov chain Monte Carlo" algorithm.

Several annealing models are implemented for AFT and ZFT (Ketcham et al., 2007; Tagami et al., 1998; Yamada et al., 2007). However, the available ZFT annealing models concern zircons with Miocene or younger apparent cooling ages or low uranium content, with relatively low amounts of radiation. Low or undamaged zircons have fission-track closure temperatures in the range ca. 300 – 340 °C (Rahn et al., 2004; Reiners and Brandon, 2006). Whereas older grains are commonly more damaged and associated with lower closure temperatures of around 240±20 °C (Bernet, 2009; Bernet and Garver, 2005; Brandon et al., 1998; Garver and Kamp, 2002). Hence, ZFT data from grains with significant amounts of radiation damage, commonly grains with old apparent cooling ages could not be correctly implemented in QTQt modelling. Therefore, zircons are probably too much damaged to be considered correctly by available models and ZFT records will be used as constrain boxes for inverse thermal models.

Recent models of He diffusion kinetics are available in QTQt for zircon (Guenthner et al., 2013) and apatite (Flowers et al., 2009; Gautheron et al., 2009). Gautheron et al. (2009) explained AHe ages and diffusion with a linear physical trapping He retention law calibrated for samples with old apparent AHe cooling ages of eU-rich apatites. Apatites from the plutonic massif of the AZ show relatively young AHe ages. Therefore, the model from Flowers et al. (2009), which better

constrains low damaged minerals, is considered in our modelling approach.

During inversion, the QTQt software first defines a random time-Temperature path and kinetic parameters allowing the modelling of the observed data. Then, initial conditions are slightly modified and synthetic data are compared to the input dataset. The best-fit model is compared to the observed data, conserved, and the operation is repeated until the model is considered as stable. Between 500.000 and 1.000.000 runs were performed on each model depending on their stability (likelihood and posterior chain; see Gallagher, 2012). The final expected model show a range of temperature-time path associated with probability calculated in temperature-time space. This statistical information is used to evaluate confidence of fits. The plot includes the expected model (weighted mean model) and the maximum likelihood model (model with the best data fit).

Four massifs from different positions and tectonic units were modelled separately to represent the cooling history of each part of the AZ: the northernmost massifs (Bethmale), the northern massifs (Riberot), the central massif (Maladeta), and the southern massifs (Barruera). As reported previously, zircon U-Pb crystallization ages from plutonic massifs cluster around 305±5 Ma in the AZ and NPZ (Gleizes et al., 2006; Maurel et al., 2003; Olivier et al., 2008; Paquette et al., 1997; Respaut et al., 1983; Roberts et al., 2000; Ternet et al., 2004; Vacherat et al., 2014). Those results are considered as initial conditions with temperatures around 800±100°C during pluton formation (constraint box, see **Fig. S3** in the supporting information). Therefore, the fast cooling induced by plutonic emplacement into colder host rock was represented by a constraint box at 295 Ma and 300±50°C (see **Fig. S3** in the supporting information). A last constraint box, except those representing ZFT ages, is placed to constrain the position of the plutons close to the surface during Permo-Triassic times (see **Fig. S3** in the supporting information).

6.5 Results

6.5.1 Zircon Fission Track data (ZFT)

Nineteen samples containing between 18 and 32 grains from 9 massifs in the AZ were analysed (**Table 3**). Each age or age population was interpreted considering dispersion, $P(X^2)$, and variation of uranium content to determine central and peak ages and error (2σ). We considered that a sample has several populations when the following conditions are met: a dispersion above 10-15 % (see below for exceptions) and a null $P(X^2)$ value. Central and peak ages were determined with the Radialplotter software of Vermeesch (2009).

Most of the samples show a strong dispersion and several populations, especially in the

northern massifs (**Fig. 86b, c, d, and e**). The samples at the highest elevation from the north-central Riberot and Marimanya plutons also show several age populations (**Fig. 87**). No such dispersion is observed in the samples from the core of the AZ (Maladeta; **Fig. 88b, c, d, e, h**).

Near the NPF, the samples from the Bethmale massif show a dispersion of 12-19 %, whereas the Radialplotter software suggests only one age population, with a Late Cretaceous central age (**Fig. 86b, c, d**) from 104.8±6 in ZA16-62 (1409 m) to 118.7±11.8 Ma in ZA16-55 (720 m). These data show a reverse age-elevation trend with younger ages at higher elevations (**Fig. 86b, c, d**). The sample from the Borderes-Louron massif ZA18-03 also shows a Late Cretaceous central age at 95.9±6.6 Ma (**Fig. 86g, i**).

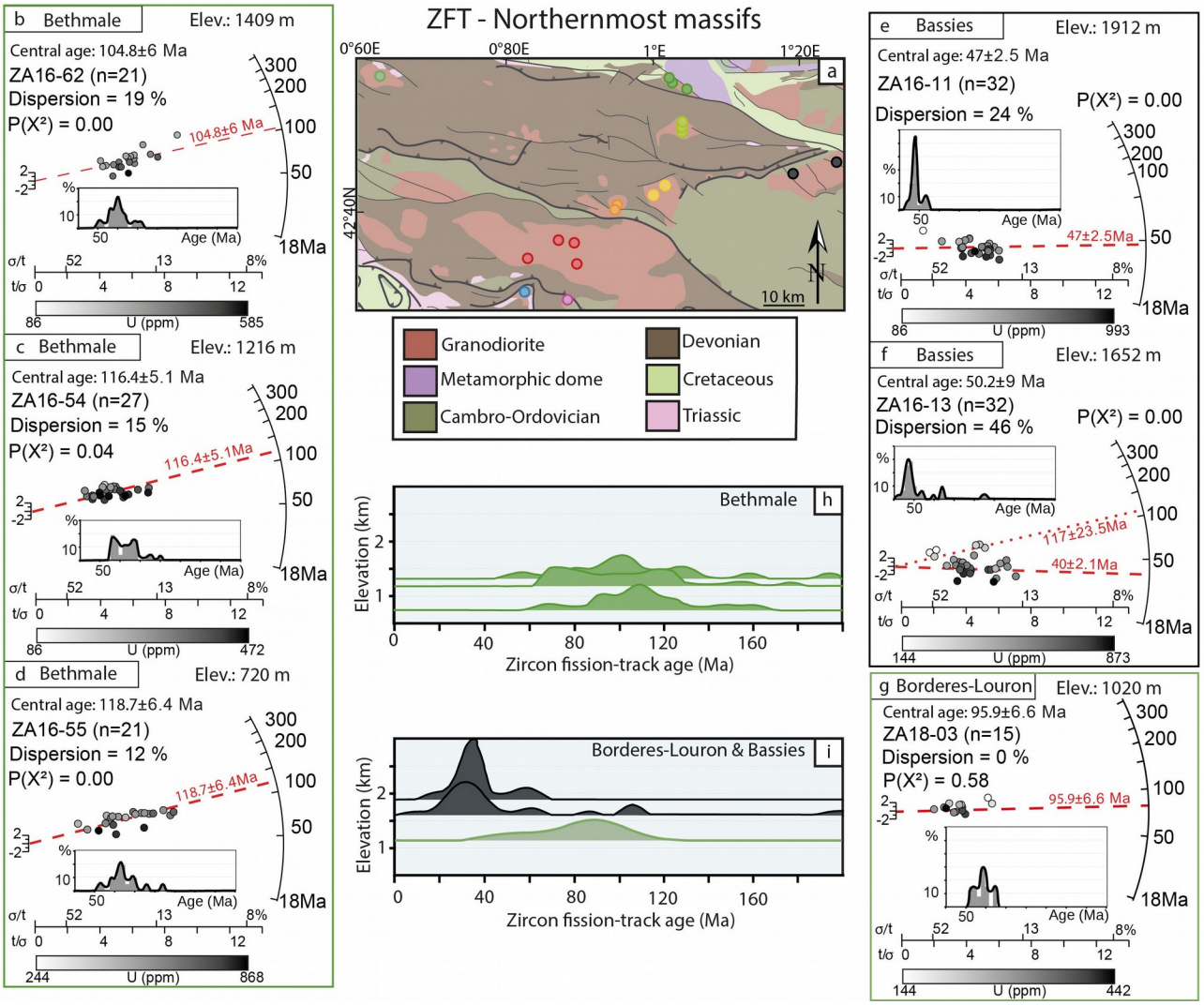


Figure 86: Detailed ZFT records from Northernmost massifs (Radialplot & densityplot obtained by Radialplotter software): (a) Localisation of ZFT samples; (b-g) Radialplots from Bethmale (green), Bassies (black) & Bordères-Louron (light green); (h) Densityplot vs Elevation (from Bethmale, Bordère-Lourons, Bassies).

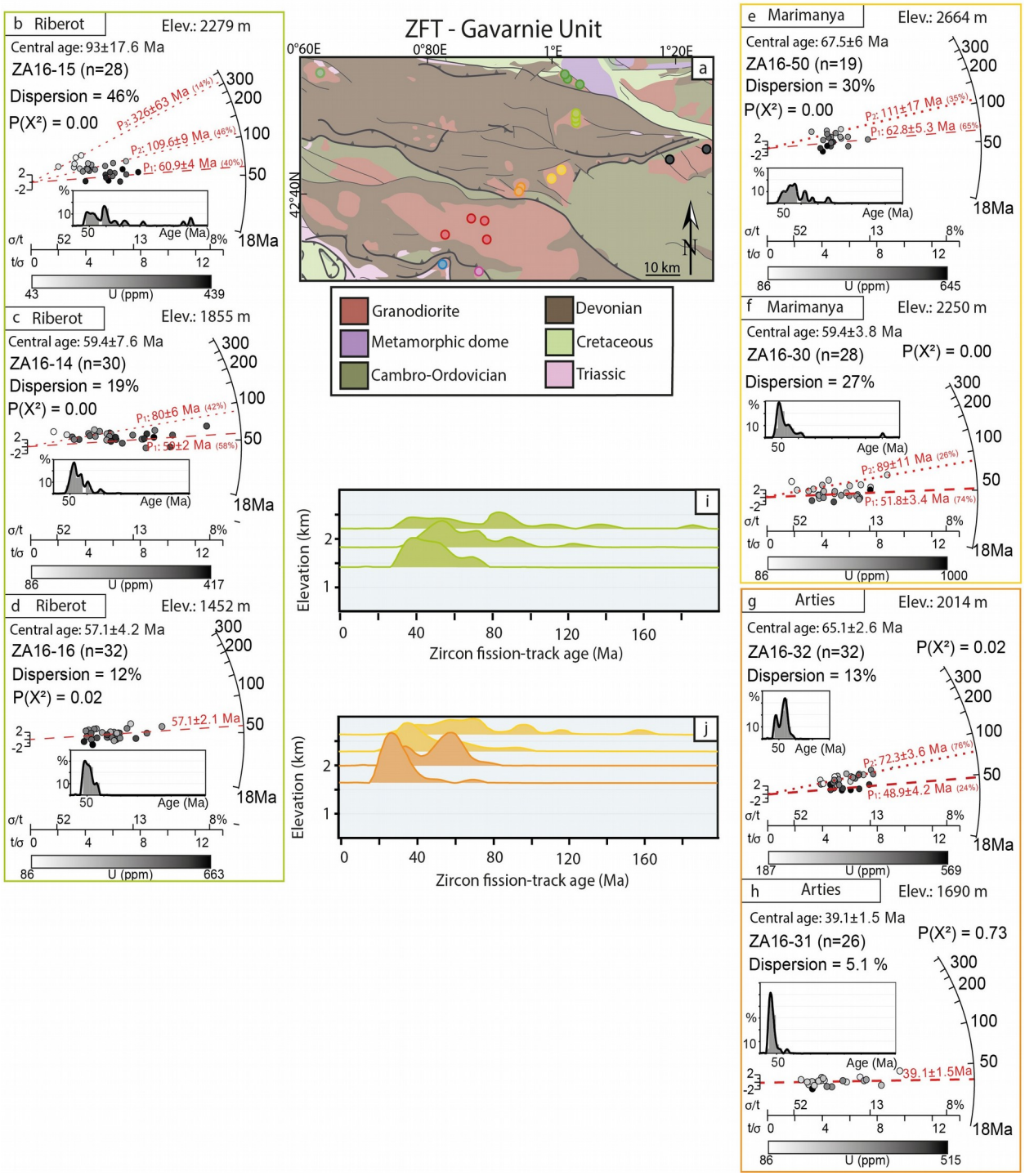


Figure 87: Detailed ZFT records from Northernmost massifs (Radialplot & densityplot obtained by Radialplotter software): (a) Localisation of ZFT samples; (b-g) Radialplots from Bethmale (green), Bassies (black) & Bordères-Louron (light green); (h) Densityplot vs Elevation (from Bethmale, Bordère-Lourons, Bassies).

The central massifs from the Gavarnie unit show younger ZFT ages than northernmost ones. The samples from the Riberot massif show an increase of dispersion with elevation and a P(X²) equal to zero except at low elevation (**Fig. 87b, c, d,** and **e**). Peak fitting algorithm yields three age populations for the most elevated sample ZA16-15 (2279 m; **Fig. 87b, e**). The grains with the lowest Uranium content show at 326±63 Ma (pop. ~14%) and 109±9 Ma (pop. ~46%), whereas

zircon with the highest content of Uranium shows a Paleocene age population at 60.9±4 Ma. At 1855 m, ZA16-14 shows ages with a lower dispersion (19 %) and only two populations exist. There is a Late Cretaceous age population (80±6 Ma) and Paleocene ages (59±2 Ma). The sample ZA16-16 from the base of the Riberot vertical profile (1452 m) has a lower dispersion (12%) and only one age population at 57.1±2.1 Ma.

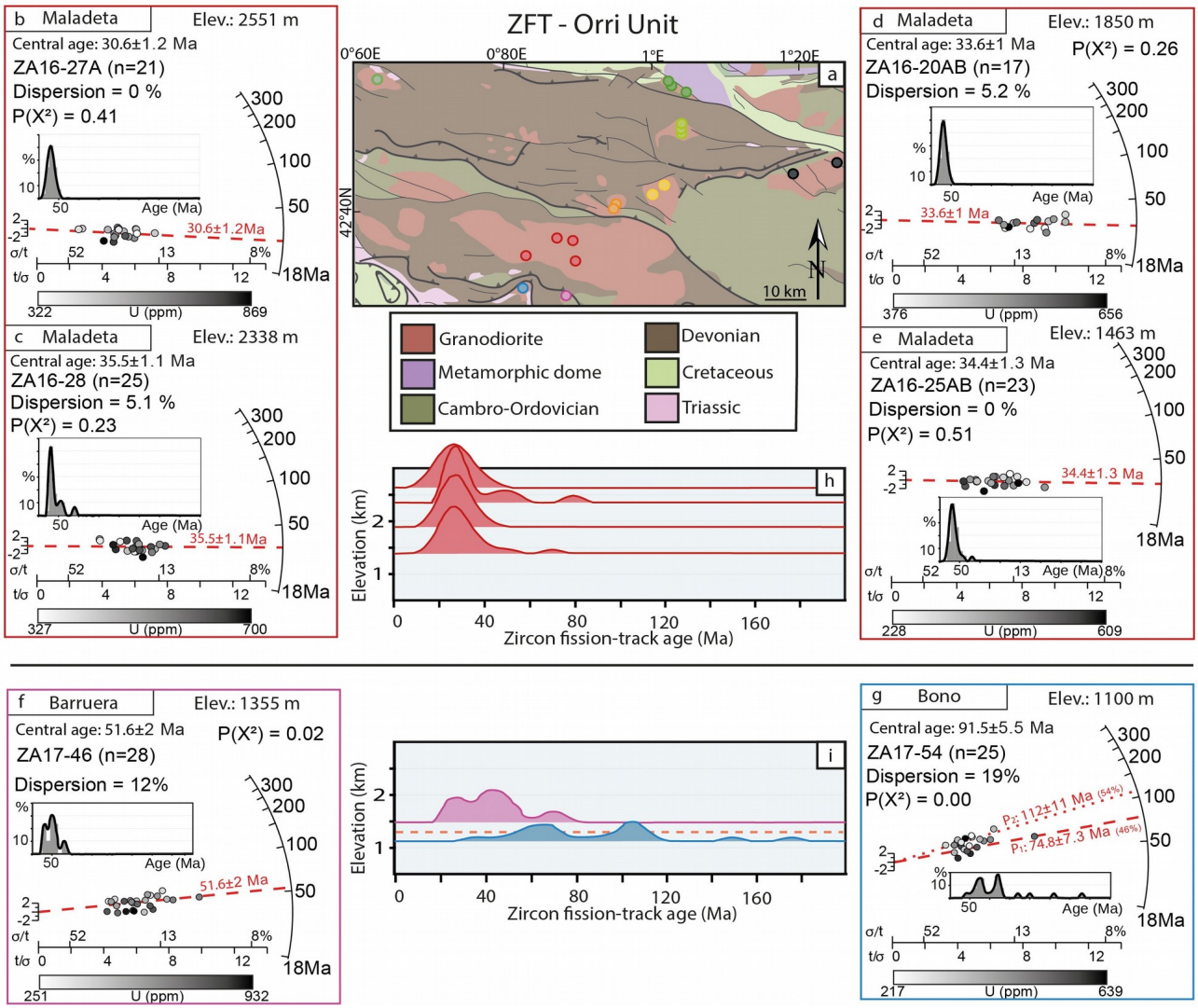


Figure 88: Detailed ZFT records from the Orri Unit (Radial plot & density plot obtained by Radialplotter software): (a) Localisation of ZFT samples; (b-e) Radial plots of the Maladeta massif; (f) Radial plot of the Barruera massif; (g) Radial plot of the Bono massif; (h) Density plot vs Elevation of Maladeta massif; (i) Density plot vs elevation of Barruera (purple) and Bono (blue) massif.

A similar trend is observable on the samples from the Marimanya massif. At 2664m of elevation ZA16-50 have two populations respectively at 111±17 Ma and 62.8±5.3 Ma (**Fig. 87e, j**). Despite a slight decrease of dispersion, the lower-elevated sample (2250 m; **Fig. 87f**) still shows two age populations at 89±11 Ma and 51.8±3.4 Ma. In the Arties pluton, the most elevated sample ZA16-32 (2014 m; **Fig. 87g, j**) has two age populations at 72.3±3.6 Ma and 48.9±4.2 Ma. Whereas

the lower sample ZA16-31 (1690 m; **Fig. 87h**) has only one population at 39.1±1.5 Ma with a low dispersion (5%) and a higher P(X²) of 72%.

In samples from the Maladeta massif (**Fig. 88b, c, d, e**), we obtained ages from 30.6±1.2 Ma to 35.5±1.1 Ma, from 1463 to 2551 m elevations, respectively (**Table. 3**).

Table 1. Fission track results from Axial zone. Pyrénées

Sample	Latitude	Longitude	Elevation m	Rho-S (*10⁶)	Rho-I (*10⁶)	Rho-D (*10⁶)	Dpar µm	U ppm	No. xls	Disp. %	P(X²) %	Central age Ma	±
Zircon													
Bethmale													
ZA16-55	42°53'27.22"N	1° 2'15.01"E	720	10.9 (3994)	2.82 (1033)	4.68 (4272)		309	21	16	0	118.7	11.8
ZA16-54	42°52'35.10"N	1°2'55.59"E	1216	11.5 (3224)	3.05 (852)	4.677 (4269)		336	27	15	4	116.4	10.2
ZA16-62	42°51'34.42"N	1° 6'20.00"E	1409	10.6 (3394)	2.96 (945)	4.683 (4275)		332	21	19	0	104.8	12
Borderes-Louron													
ZA18-03	42.888721°	0.384326°	1020	7.26 (1048)	1.86 (268)	4.87 (4040)		270	13	0	58	95.9	6.6
Riberot													
ZA16-14	42°48'1.43"N	1° 3'32.97"E	1855	5.96 (4824)	2.81 (2270)	4.66 (4254)		291	30	19	0	59.4	7.6
ZA16-15	42°47'52.13"N	1° 4'24.74"E	2279	6.64 (2889)	2.27 (989)	4.663 (4257)		249	28	46	0	93	17.6
ZA16-16	42°48'47.44"N	1° 3'11.80"E	1452	6.41 (3006)	3.31 (1554)	4.667 (4260)		377	32	12	2	57.1	4.2
Marimanya													
ZA16-30	42°41'36.82"N	0°58'49.94"E	2250	6.92 (2526)	3.54 (1291)	4.67 (4263)		453	28	27	0	59.4	3.8
ZA16-50	42°42'31.94"N	1° 0'43.88"E	2664	8.28 (1629)	3.33 (655)	4.673 (4266)		396	19	30	0	67.5	6
Arties													
ZA16-31	42°39'43.41"N	0°55'18.79"E	1690	4.93 (2096)	3.09 (1314)	4.162 (4298)		430	26	5.1	73	39.1	1.5
ZA16-32	42°40'51.46"N	0°55'42.89"E	2014	7.84 (3581)	3.06 (1397)	4.165 (4300)		392	32	13	2	65.1	2.6
Maladeta													
ZA16-20AB	42°35'26.93"N	0°51'27.48"E	1850	5.13 (3839)	3.71 (2777)	4.153 (4290)		485	17	5.2	26	33.6	1
ZA16-25AB	42°35'48.35"N	0°45'36.83"E	1463	4.24 (1963)	2.94 (1363)	4.155 (4292)		399	23	0	51	34.4	1.3
ZA16-27A	42°37'23.37"N	0°49'37.71"E	2551	5.06 (2205)	3.7 (1612)	4.157 (4294)		512	21	0	41	30.6	1.2
ZA16-28	42°38'20.99"N	0°48'25.39"E	2338	6.02 (3390)	3.89 (2191)	4.16 (4296)		522	25	5.1	23	35.5	1.1
Barruera													
ZA17-46	42.523657°	0.820663°	1355	8.75 (3524)	4.15 (1669)	4.167 (4302)		556	28	12	2	51.6	2
Bono													
ZA17-54	42.544674°	0.730650°	1100	11 (2776)	2.87 (721)	4.169 (4303)		388	25	19	0	91.5	5.5
Bassies													
ZA16-11	42°44'39.43"N	1°18'47.42"E	1912	7.5 (2149)	5.18 (1482)	4.65 (4248)		572	32	24	0	47	5
ZA16-13	42°45'15.92"N	1°22'55.26"E	1652	6.66 (2113)	4.08 (1294)	4.657 (4251)		477	32	46	0	50.2	9
Apatite													
Bethmale													
ZA16-54	42°52'35.10"N	1°2'55.59"E	1216	0.298 (275)	1.25 (1153)	1.335 (4020)	1.06±0.22		21	0	79	46.4	3
ZA16-62	42°51'34.42"N	1° 6'20.00"E	1409	0.362 (210)	1.22 (707)	1.336 (4019)	1.13±0.25		20	0	83	55.5	4.4
Bono													
ZA17-54	42.544674°	0.730650°	1100	0.22 (271)	0.983 (1212)	1.338 (4018)	1.36±0.31		21	0	68	43.6	2.8

Tableau 3: New FT dataset along ECORS-Pyrenees profile. Ages were calculated using the zeta calibration method: 279.98±13.35 for AFT data, 124.08±2.95 for ZFT data from Arties, Maladeta, Barruera, Bono and Borderes-Louron massifs, and 131.44±4.05 for Bethmale, Riberot, Marimanya and Bassies massifs. Standard, fossil and induced track densities (cm-2) are represented respectively by Rho-S, Rho-D and Rho-I. Central ages are determined by Radialplotter software of Vermeesch (2009). Where the dispersion is low (< 12%) and chi-square test is higher than 2 the data are consitent with a single population of age.

In the southern part of the AZ, a low elevated sample ZA17-46 (1355 m) from the small Barruera pluton shows a central age of 51.6±2 Ma with an age dispersion of around 12% and a P(X²) at 2 % (**Fig. 88f**). On the southern border of the AZ, the sample ZA17-54 from the Bono pluton has a central age around 91.5±5.5 Ma (**Fig. 88g**), but considering the dispersion of ages at 19% and the null P(X²) two populations at 112±11 Ma and 74.8±7.3 Ma can be distinguished (**Fig. 88g, i**).

6.5.2 Apatite Fission Track data (AFT)

We focused the acquisition of AFT ages on the few massifs where no such data was available in the literature. Contrary to ZFT data, AFT data show high P(X²) results (between 68 and 83%; **Table 3**; **Fig. S1** in the supporting information). Samples from the Bethmale massif show AFT central ages of 55.5±4.4 Ma at 1409 m elevation and 46.4±3 Ma at 1216 m elevation (**Table 3**). On the southern border, the sample from the Bono massif has an age of 43.6±2.8 Ma at 1100 m elevation.

Table 2. Conventionnal (U-Th)/He on zircon from Axial zone, Pyrénées

Sample	Latitude	Longitude	Elevation	Length	Width	Radius	Mass	U	Th	Sm	eU		FT	4He	Corrected age	
			m	*µm*	*µm*	*µm*	*µg*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	±		*nmol/g*	*Ma*	±
Bethmale																
ZA16-62-1				138	97	49	3.2	682	209	15	731	51	0.77	137.9	45.4	2.7
ZA16-62-2	42°52'35.10"N	1°2'55.59"E	1409	208	112	64	7.7	133	53	1	145	20	0.81	73.8	116.1	11.8
ZA16-62-3				131	53	33	1.2	1562	482	32	1675	129	0.64	306.5	53.0	2.7
ZA16-54_1				220	89	55	5.9	200	57	1	213	25	0.78	103.3	115.5	10.1
ZA16-54_2				302	159	91	22.9	287	98	6	310	11	0.87	103.5	71.6	2.5
ZA16-54_3	42°52'35.10"N	1°2'55.59"E	1216	115	81	41	1.9	1151	270	16	1214	84	0.73	259.5	54.3	2.8
ZA16-54_4				191	78	48	3.9	217	63	2	232	37	0.75	103.1	110.1	12.5
ZA16-54_5				241	121	71	10.9	457	113	3	483	20	0.83	193.3	89.6	3.4
Riberot																
ZA16-15-4	42°47'52.13"N	1° 4'24.74"E	2279	245	96	60	7.8	239	92	13	260	21	0.79	47.5	42.6	3.0
ZA16-15-5				226	99	60	7.3	212	86	12	232	22	0.80	132.7	133.1	9.8
ZA16-16-1				238	130	74	11.9	396	108	23	421	18	0.84	79.9	42.1	1.7
ZA16-16-3	42°48'47.44"N	1° 3'11.80"E	1452	216	125	69	9.6	807	121	7	835	30	0.83	193.9	52.0	2.1
ZA16-16-4				252	124	73	12.1	208	29	7	215	13	0.83	114	118.0	6.7
ZA16-16-5				176	86	51	4.0	1547	255	10	1607	61	0.76	293.6	44.4	1.7
Marimanya																
ZA16-30_1				274	84	55	7.2	311	138	6	343	23	0.77	142.7	99.7	5.5
ZA16-30_2				286	118	73	13.4	207	93	5	229	13	0.83	75.6	74.0	3.5
ZA16-30_3	42°41'36.82"N	0°58'49.94"E	2250	208	94	57	5.9	338	85	0	358	26	0.78	53.3	35.2	2.1
ZA16-30_4				260	84	55	6.7	404	63	2	419	24	0.77	69.3	39.7	1.9
ZA16-30_5				198	84	51	4.6	492	242	5	549	36	0.76	100.2	44.4	2.3
ZA16-50-4	42°42'31.94"N	1° 0'43.88"E	2664	147	92	49	3.4	418	102	2	442	45	0.77	79.8	43.7	3.4
ZA16-50-5				167	70	43	2.7	1180	220	13	1232	64	0.72	219.6	45.8	2.0
Arties																
ZA16-31_1				227	112	66	8.8	669	159	2	706	27	0.81	109.6	35.3	1.2
ZA16-31_3	42°39'43.41"N	0°55'18.79"E	1690	229	62	41	3.3	681	266	9	743	50	0.70	143.9	51.0	2.4
ZA16-31_5				277	108	68	11,2	333	105	5	358	17	0.82	72	45.7	2.2
Barruera																
ZA17-46_1				212	72	46	3.9	588	196	5	634	42	0.74	108.8	43.3	2.2
ZA17-46_2	42.523657°	0.820663°	1355	178	80	48	3.7	376	143	3	410	42	0.75	82.9	50.1	3.6
ZA17-46_4				197	74	47	3.7	795	204	-1	843	46	0.74	113.1	33.6	1.4
ZA17-46_5				292	79	52	6.9	441	133	2	473	26	0.76	83	42.6	2.3
Bono																
ZA17-54_1				165	63	40	2.3	1087	346	35	1168	73	0.70	83.9	19.1	0.8
ZA17-54_2	42.544674°	0.730650°	1100	205	85	52	5.0	442	149	25	477	32	0.77	88.4	44.8	2.4
ZA17-54_3				227	100	61	7.4	768	195	9	813	31	0.80	64.8	18.5	0.7
ZA17-54_4				247	107	65	9.3	223	89	11	244	18	0.81	48.6	45.6	2.6

Tableau 4: Complete (U-Th)/He on zircon dataset along ECORS-Pyrenees profile. According to Ketcham et al. (2011), ZHe ages are corrected for alpha ejection (FT parameter) and therefore ZHe data correspond to uncorrected age divided by the associated FT parameter.

6.5.3 Zircon (U-Th)/He data (ZHe)

Zircon (U-Th)/He datings were performed on 10 samples (each composed of 2 to 4 grains) from the same massifs as for FT dating (**Table 4**). The results (**Fig. 89**) show similar dispersion and age populations with three populations: (i) From 118±6.7 to 89.6±3.4 Ma from the northernmost plutons records (Bethmale and Riberot); (ii) From 35.3±1.2 to 54.3±2.8 Ma recorded on the whole

dataset; (iii) At 18.5±0.7 Ma and 19.1±0.8 Ma restrained to the southernmost Bono pluton (**Fig. 89a, b**).

No correlation is observed between the ZHe ages and the equivalent spherical radius (ranging from 50 and 90 µm). However, the variation of effective Uranium content (eU) is a potential source of age variation for zircon (Guenthner et al., 2013). By plotting ZHe ages against eU content two major populations of age can be constrained (**Fig. 89a**). Indeed, low eU content (< 500 ppm) supports two populations (Upper Cretaceous and Paleocene to Mid-Eocene), whereas a higher eU generally only shows Paleocene to Mid-Eocene ages (or Miocene ages for the Bono pluton). The strong eU variation from 150 to 1700 ppm can explain a dispersion of (U-Th)/He ages in plutonic massifs from the AZ.

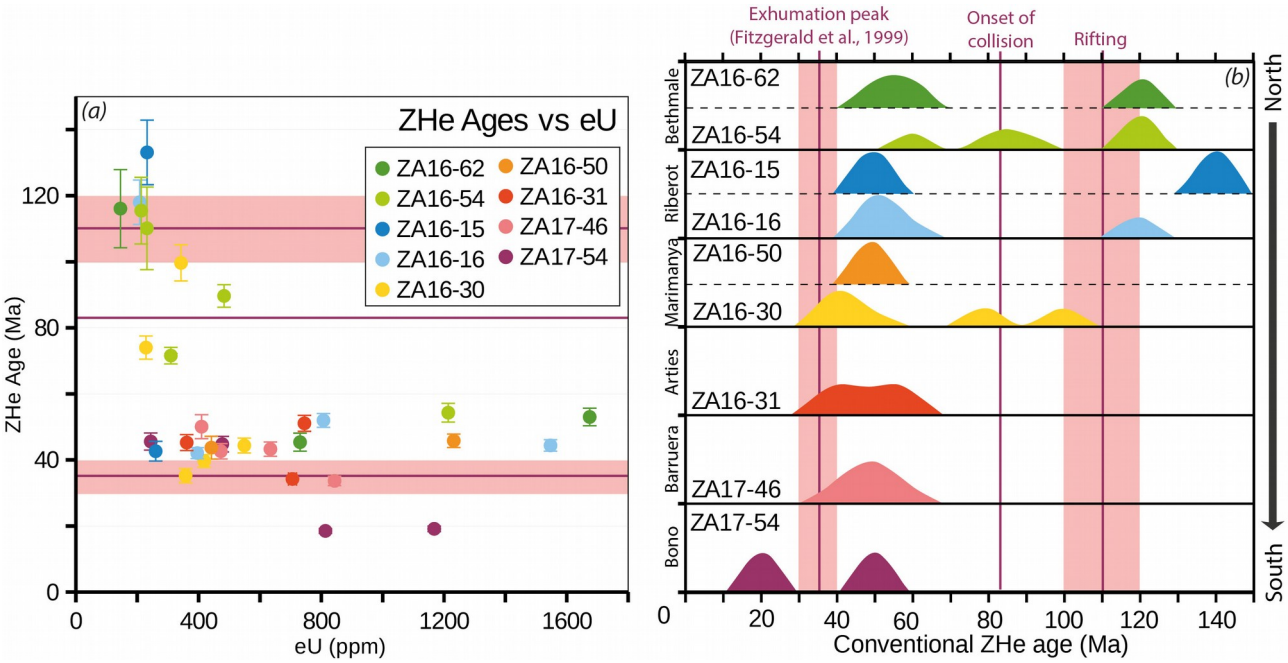


Figure 89: Zircon (U-Th)/He ages: (a) ZHe ages depending of eU; (b) Vertical profile of ZHe density plot plotted with published deformational events.

6.5.4 Age-elevation relationship

The exhumation rates of several plutonic massif along ECORS-Pyrenees profile are obtained thanks to age-elevation relationship (**Fig. 90**). In cases of several age populations, for the construction of age-elevation relationships, we selected the youngest population (P1) age determined by mixture modelling from Radialplotter considering it is the least retentive population of zircon more easily reset during the main orogenic event. However, we should note that the central age-elevation trend showed by northern plutonic massifs (Riberot, Marimanya and Arties) highlight a breaking slope between 1800 and 2000 m of elevation (**Fig 90b**).

In the Bethmale massif, negative correlations for ZFT suggest ZFT maybe not directly correlated to the growth of the topography. However, the data from Bassies massif permit to

estimate a slightly larger rate of exhumation for northernmost massifs at ca. 65 m/Myrs during early Eocene times (**Fig. 90e**).

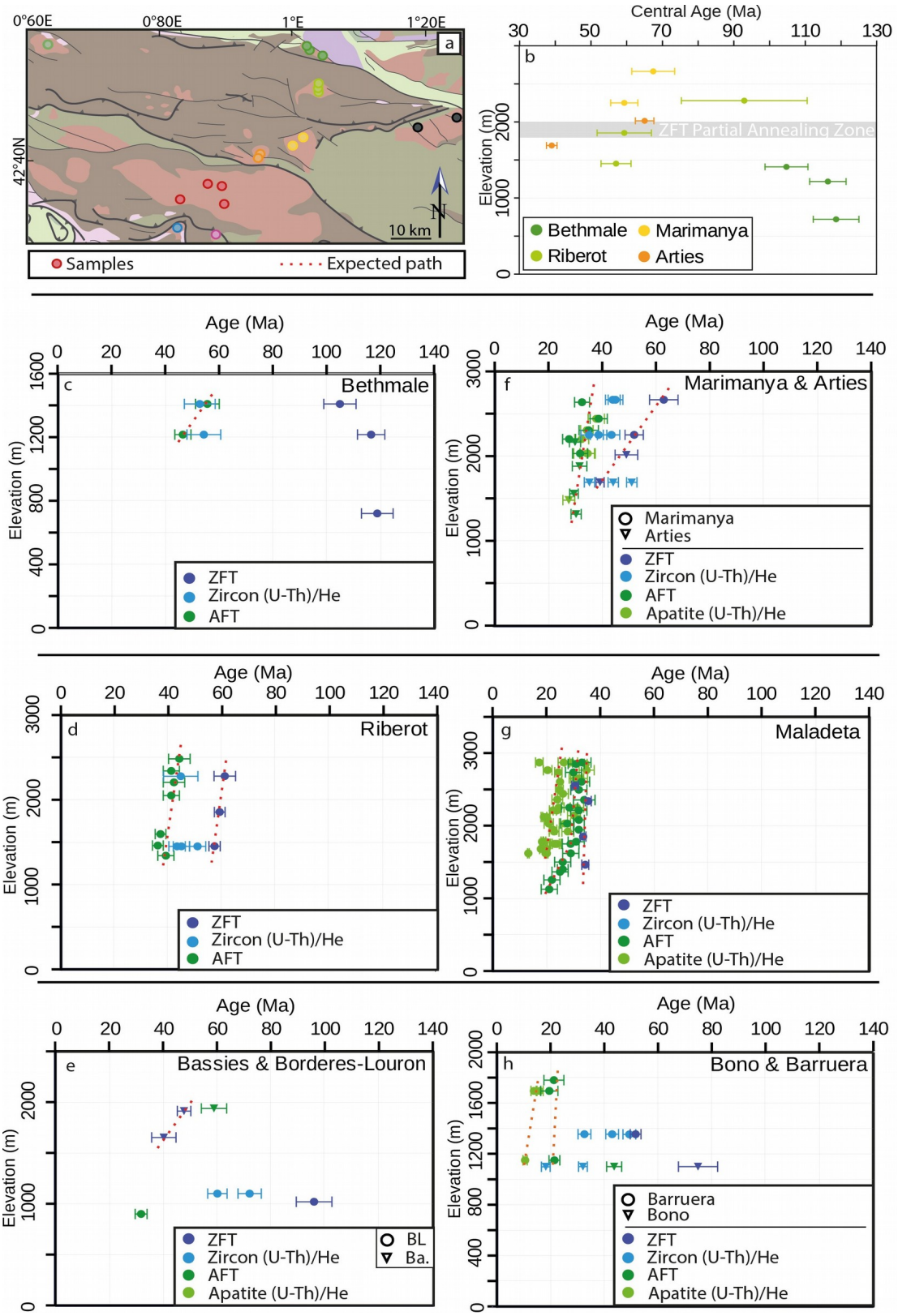


Figure 90: Age-Elevation diagrams of the available low temperature thermochronological dataset (including AFT, AHe, ZFT and ZHe ages): (a) Location of samples; (b) Central age vs. elevation of massifs in Gavarnie unit which highlight the ZFT Partial Annealing Zone associated to Riberot, Marimanya and Arties; (c) Bethmale; (d) Riberot; (e) Bassies & Borderes-Louron; (f) Marimanya & Arties; (g) Maladeta; (h) Bono & Barruera. The published dataset (see Table S4) is readapted from Fitzgerald et al. (1999), Sinclair et al. (2005), Gibson et al. (2007).

A few kilometers to the south, in the Riberot massif, AFT and ZFT age-elevation profiles support a constant exhumation rate of ca. 218±20 m/Myrs from Paleocene to Mid-Eocene times (**Fig. 90d**). In the Marimanya and Arties massifs, low similar exhumation rates of 41±5 m/Myrs are obtained (**Fig. 90f**, see **Fig. S2** in the supporting information) from Paleocene to mid Eocene times. Whereas from late Eocene to Oligocene times, the exhumation rate increased to ca. 190±25 m/Myrs (at least until ca. 30 Ma).

To the south, ZFT ages resolve higher exhumation rate of at least 800 m/Myrs in the Maladeta pluton (Orri unit) from ca 35 to 30 Ma. The, exhumation significantly decreases to 70-250 m/Myrs until at least 24.7 Ma (**Fig. 90g**). Moreover, by contrast compared to AFT data ZFT age-elevation trend from the same massif reveals that rate of exhumation does not vary much with elevation. As a consequence, the exhumation rate of the Maladeta massif has been calculated neglecting the highest sample and could be considered as a minimal exhumation rate. In the Barruera massif, in the southern part of the Orri unit the AFT age-elevation relationships gives an average exhumation rate at ca. 250 m/Myrs around 20 Ma (**Fig. 90h**).

6.5.5 Inverse thermal modelling (QTQt)

In these massifs, our thermal QTQt modelling only predict the youngest Paleocene-Eocene ZHe ages despite the Cretaceous population (**Fig. 91a, b, c, d**). This observation concern three zircon used for (U-Th)/He from the Bethmale and the Riberot massifs (respectively in ZA16-62 and ZA16-15). Predicted AHe ages for samples from Barruera show slightly older ages than the expected ages, but seem to suggest a similar cooling rate. There is a general good fit between predicted and observed AFT ages for all massifs, except for the Barruera massif, where predicted AFT ages are slightly older than observed ages.

In Bethmale pluton, the first part of expected t-T path (**Fig. 91e**) is defined by constraint boxes representing pluton emplacement, fast cooling and shallower depth according to a stronger geothermal gradient (around 45°C/km, see Fig. S3 in the supporting information). Then, at ca 260 Ma, the pluton is slowly heated up during Mesozoic times at ca 0.6 °C/Myrs up to ~270°C. At ca. 110 Ma, it is cooled up to 200°C with a rate of ca 1.4 °C/Myrs up to 60-70 Ma followed by a fast cooling at ca. 10 °C/Myrs from 60 to 50 Ma, and then a slower cooling below 5°C/Myrs (**Fig. 91e**).

The modelling of the Riberot massif (**Fig. 91f**) shows four cooling stages since 110 Ma: (i) a steady slow heating rate (at ~2°C/Myrs) until 70-60 Ma; (ii) onset of cooling with a rate around 7 °C/Myrs during Paleocene/early-Eocene time; (iii) lower cooling rate around 1.4 °C/Myrs, after mid-Eocene times.

In the Orri unit, the Maladeta massif (**Fig. 91g**) reached temperatures of ~350°C around 39 Ma. Then, the cooling rate could be estimated at ca. 39-30 °C/Myrs until ca. 32 Ma. Finally, the cooling rate decreased to lower values also observed in the northern plutons (~2.3 °C/Myrs).

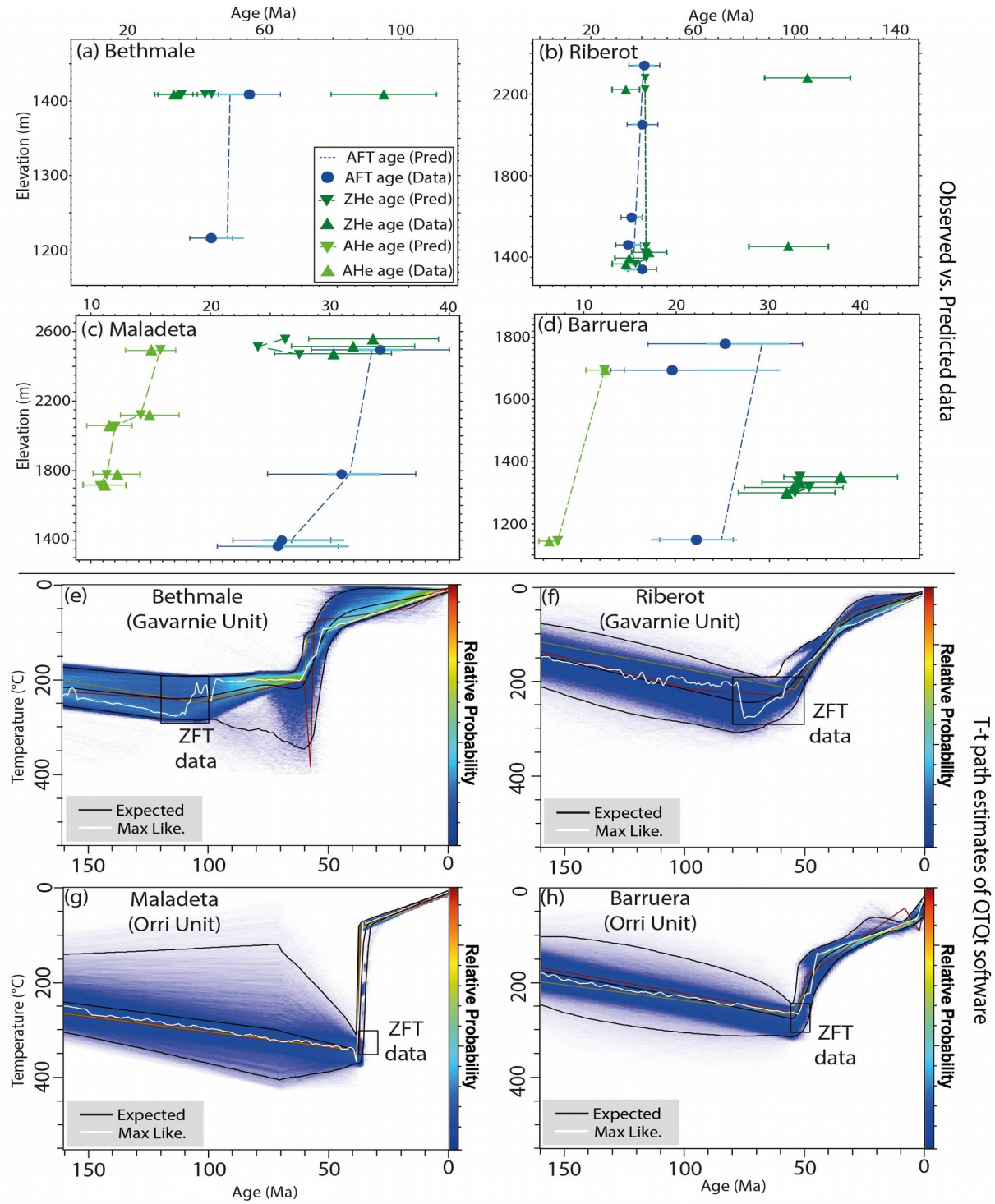


Figure 91: Thermal inversion by QTQt modelling. AHe, AFT, ZHe data predictions from QTQt inversion models are compared to observed thermochronological dataset in the following massifs: (a) Bethmale; (b) Riberot; (c) Maladeta; (d) Barruera. Temperature-time histories from QTQt inversion of thermochronological data (AFT, AHe, ZHe) along the ECORS-Pyrenees profile are represented in the following massifs: (e) Bethmale; (f) Riberot; (g) Maladeta; (h) Barruera.

In southern Orri, Barruera (**Fig. 91h**) cooling stage began around 50 Ma with a rate at ca.

8.1 °C/Myrs until 40 Ma, before slowing down to a steady rate estimated at ~ 1.9 °C/Myrs (close to cooling rates of the Bethmale massif during early collision). QTQt modelling suggests an increase of cooling rate at ca. 8 Ma to a rate of around 9°C/Myrs (**Fig. 91h**).

6.6 Discussion

6.6.1 ZFT age-eU and ZHe age-eU relationship

The ZFT closure temperature not only depends on cooling rate but also on the amount of accumulated radiation damage in the zircon which is influenced by Uranium content (Rahn et al., 2004; Garver et al., 2005). Thus, in the AZ, zircons from Variscan plutonic massifs have accumulated significant radiation damages probably have closure temperatures of ca. 240±20°C for orogenic cooling rate of 15°C/Myrs (Bernet, 2009; Brandon et al., 1998). As described previously, many samples show a spread of individual zircon ages defining several ZFT peak ages (**Fig. 86i, 87i, j, 88i**). Such a dispersion of single grain ages reflects partial annealing that may indicate different diffusion kinetics related to variations of the original Uranium content: the higher the Uranium content, the younger the age. Grains with higher amounts of radiation damages have lower closer temperatures and therefore are more sensitive to partial annealing. Indeed these grains have younger ZFT ages.

In the AZ; several samples present mid-Cretaceous ZFT ages (Bethmale and Borderes-Louron samples, **Fig. 86**). In these northernmost samples, only one ZFT grain-age population is identified and therefore possibly date true cooling ages. Further south, multiple ZFT age populations are observed in samples collected at elevations above 1450 m, in Riberot and above 1700 m in Marimanya/Arties massifs, and suggest an exhumed partial annealing zone exposed at 1700-2000 m elevation in the Gavarnie unit (**Fig. 90b**). In samples at high elevation from the Riberot, Marimanya (**Fig. 87**), but also in the Bono and Bassies massifs (**Fig. 86f and 88g**, respectively), one population is mid-Cretaceous in age. As mentioned above, these older zircons usually correspond to relatively low Uranium content around 200 ppm of U.

Uranium content around 200 ppm (between 200 and 500 ppm) probably also induces an increase of ZHe closure temperature by providing less interconnected network of fission tracks which facilitate Helium diffusion (Guenthner et al., 2013; Vacherat et al., 2016; Ternois et al., 2019). In AZ, the ZHe ages in northern massifs (Bethmale, Riberot and one sample from Marimanya) also record one mid-Cretaceous population. The oldest grains correspond to relatively low Uranium content below 500 ppm (**Table 3, 4; Fig. 89a**). Such Uranium content probably facilitated partial annealing during early slow cooling, and then allowed to record the Mid-

Cretaceous cooling associated to the rifting event (**Fig. 91e**).

On the contrary, the youngest populations of age (usually from Paleocene to Oligocene) are mainly associated with a higher Uranium content and are interpreted as Alpine cooling/exhumation.

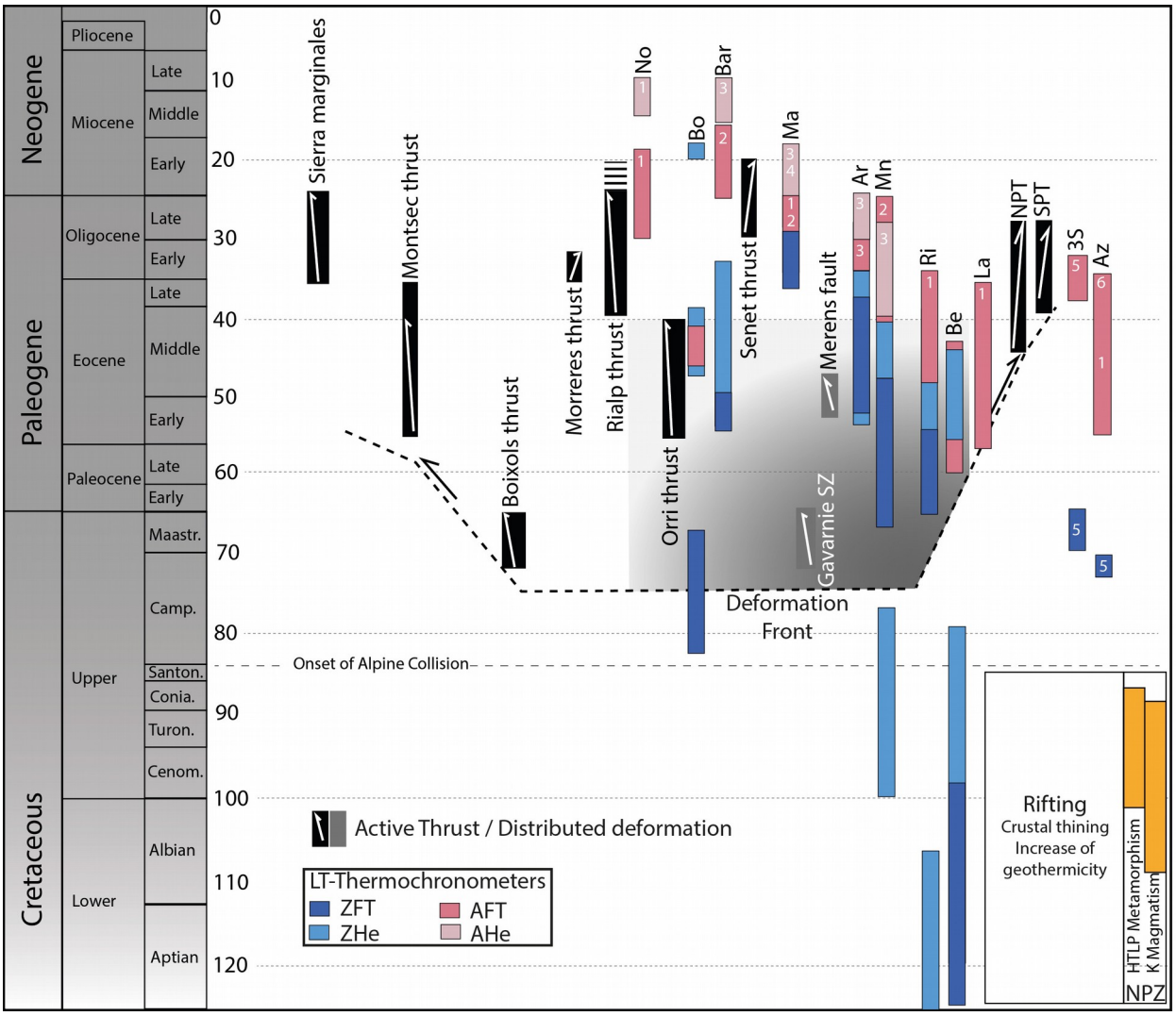


Figure 92: Summarized Meso-Cenozoic thermochronological records through the ECORS-Pyrenees profile. Thermochronological constrains after: (1) Fitzgerald et al., (2) 1999; Sinclair et al., 2005; (3) Gibson et al., 2007; (4) Metcalf et al., 2009; (5) Yelland, 1991; (6) Morris et al., 1998; Thrust activity: Whitchurch et al., 2011; Mouthereau et al., 2014; Erdos,VanderBeek & Huismans, 2014; Meigs et al., 1996; Meigs & Burbank, 1997; Rahl et al., 2011; Beamud et al., 2011; Filleaudeau et al., 2011; Puigdefabras & Souquet, 1986; Bond & McClay, 1995; Deramond et al., 1993; Labaume et al., 1985.

6.6.2 Contribution of new data to Alpine deformation knowledge

The new dataset thus provides new constrains on the syn-rift evolution of the Axial Zone. The northernmost Gavarnie unit experienced some cooling during mid-Cretaceous times. This cooling may be due to post-rift thermal relaxation although the age of 110 Ma is probably too old for relaxation. It could also be due to denudation as the Axial Zone was at this time the southern rift shoulder.

Moreover, during Mid-Cretaceous times, in the northern AZ, the geothermal gradient was most likely high as suggested in Bellahsen et al. (2019). Indeed, in the northern AZ, Triassic rocks still crop out showing that the paleoburial of the northernmost massif was probably around few km. Given all the uncertainties, considering that the northern AZ was the footwall of the extensional detachment (now NPF), a ZFT closure temperature around 240 °C, and a paleo-burial of about 5 km, it appears that the geothermal gradient was higher than normal, possibly around 50 +/- 20 °C/km.

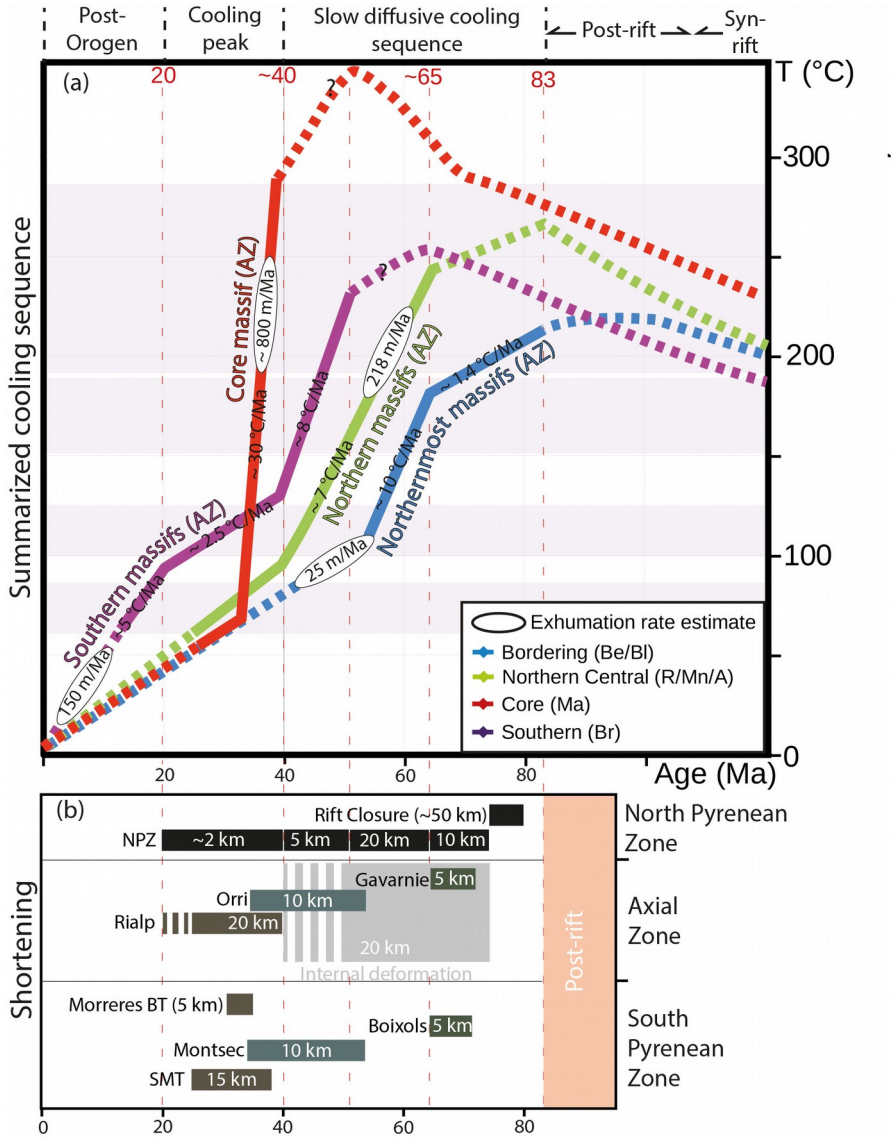


Figure 93: Thermal evolution and shortening sequence. (a) Thermal evolution based on results of inverse modelling in Axial Zone, Pyrenees; (b) Thrust & Shortening sequence in North Pyrenean Zone, Axial Zone and south Pyrenean Basins (Colours highlight linked thrusts). BT: Bono thrust; MT: Montsec thrust; BxT: Bóixols thrust; OT: Orri thrust; GT: Gavarnie thrust; Be: Bethmale; Bl: Borderes-Louron; R: Riberot; Mn: Marimanya; A: Arties; Ma: Maladeta; Br: Barruera

ZFT and ZHe oldest age populations were probably affected by pre-orogenic events (> 83 Ma, **Fig. 86, 87, 88g, 89**). In the Riberot massif (**Fig. 87b**, 2279 m), one sample provided a ZFT age

population at around 323±63 Ma, which most probably represents magmatic age. On the contrary, the youngest populations of age usually from Paleocene to Oligocene are mainly observed in samples with a higher Uranium content. These younger ages are interpreted as Alpine exhumation. The new thermochronological dataset also permit to discuss the initiation (**Fig. 92**) and the spatio-temporal variation of exhumation (**Fig. 93a**). Previously, the Alpine denudation onset in the AZ was only constrained around 50 Ma by only few AFT data (Fitzgerald et al., 1999; Sinclair et al., 2005). Indirectly, detrital ZFT indicated Cretaceous denudation, possibly in the AZ (Whitchurch et al., 2011).

The new ZFT ages in AZ allowed to directly record and complexify the first orogenic phase since 75-70 Ma (**Fig. 92**). Contrary to published models that only supported a southward migration of exhumation (Sinclair et al., 2005), the complete dataset also show coeval cooling from northern to southern AZ which attest for a distributed cooling in the AZ (**Fig. 93a**). Such distributed cooling is attributed to a distributed shortening. This is also supported by several shear zones through AZ dated from late Cretaceous to ca. 40 Ma (McCaig & Miller, 1986; Wayne & McCaig, 1998; Airaghi et al., in review). No clear sequence of migration of exhumation from North to South can be deciphered from our dataset. Moreover, the continuous thermochronological records from 70 to 40 Ma along the ECORS-Pyrenees profile (**Fig. 87i, j** ; **88h, i**) questions the Paleocene quiescence phase. Such quiescence phase is constrained by tectono-sedimentological data from the northern and southern parts of the Pyrenees (Grool et al., 2018; Boer et al., 1991; Whitchurch et al., 2011) and dated back to ~68 to 56 Ma and by kinematical studies (e.g., Rosenbaum et al., 2002). Thus, although our ZFT data do have errors bars, they suggest that exhumation, thus shortening and convergence is recorded in the AZ.

The inverse thermal modelling confirms an exhumation peak at late Eocene-Oligocene times with high rates similar to those previously identified. However, the new result is that such acceleration concerns only the Maladeta massif (**Fig. 93a**). In all other massifs, our data and modelling indicate low exhumation rate, as low as during Paleocene/Eocene times. Furthermore, the oldest ZFT/ZHe populations (**Fig. 92**) are in line for a possible high geothermal gradient inherited from Cretaceous rifting which may have persisted during early Alpine collision times.

From a structural point of view, our cross section and its restoration is different from both the « classical models » (e.g., Roure et al., 1989; Munoz et al., 1992; Mouthereau et al., 2014) and more recent publications (e.g., Cochelin et al., 2018). The main differences between these sections are mainly: (i) the amount of Alpine shortening accommodated in the AZ which is large in classical models and very limited in recent publications (Cochelin et al., 2018) and (ii) the amplitude of tilting on the Gavarnie unit which is large in the classical anti-formal stack and limited according to

recent results (Cochelin et al., 2018). Our alternative section (In **Fig. 82b**) indeed presents only limited tilting. However, to verticalize the North Pyrenean Fault considered as the inherited Cretaceous extensional detachment (Deramond et al., 1984; McCaig et al., 1986; Cochelin et al., 2018) we propose the existence at depth of top-to-North shear zones (**Fig. 94**). This results in a less-pronounced antiformal stacking compared to classical models and mostly induced by the final Rialp underplating (**Fig. 94**). The Alpine shortening in the AZ is similar to that of Mouthereau et al. (2014), thus higher than in Cochelin et al. (2018). However, we propose a much higher amount of distributed shortening that in other studies. The so-called Gavarnie thrust, along the ECORS profile, is now represented by a shear zone accommodating a shortening of about 5 km, thus much less than previously proposed (except notably in Teixell, 1996).

6.6.3 Sequential restoration

The shortening sequence constrained by literature data, the new thermochronological data, and inverse thermal modelling is presented in **Fig. 94**. The section is located few km West of the ECORS profile, through the plutonic massifs. Present-day structures at depth are reconstructed considering seismic migrated sections from Chevrot et al. (2018).

Total shortening estimates and sequence vary from western to eastern Pyrenees: 75-80 km in the western part along ECORS-Arzacq profile (Teixell, 1998), 71 km (plus 56 km involving the closure of NPZ rift) along Nestes-Cinca transect (Teixell et al., 2018; Espurt et al., 2019), 92 km (plus ~ 50 km of subducting distal domain before initiation of collision) along the ECORS-Pyrenees profile (Mouthereau et al., 2014), 111 km of shortening through eastern Pyrenees (Grool et al., 2018). The total shortening of the restoration in **Fig. 94** are based on Mouthereau et al. (2014). However, the partitioning between the NPZ, the AZ, and the SPZ and between localized and distributed shortening is re-evaluated considering our new low-temperature thermochronogical constraints.

The sequential restoration (**Fig. 94**) comports 4 significant phases from 84 Ma to present-day, including 2 collisional phases: from 84 to 71 Ma (post rift and subduction of exhumed mantle), 71 to 40 Ma (crustal shortening, both localized and distributed, and slow exhumation), 40 to 20 Ma (underplating of the Rialp unit and strong exhumation focussed in Maladeta massif), 20 Ma to present-day (post-orogenic evolution). For each restored step, a pin line is fixed at the northern limit of the non-deformed European crust and the total length of strata and surface of the crust is preserved.

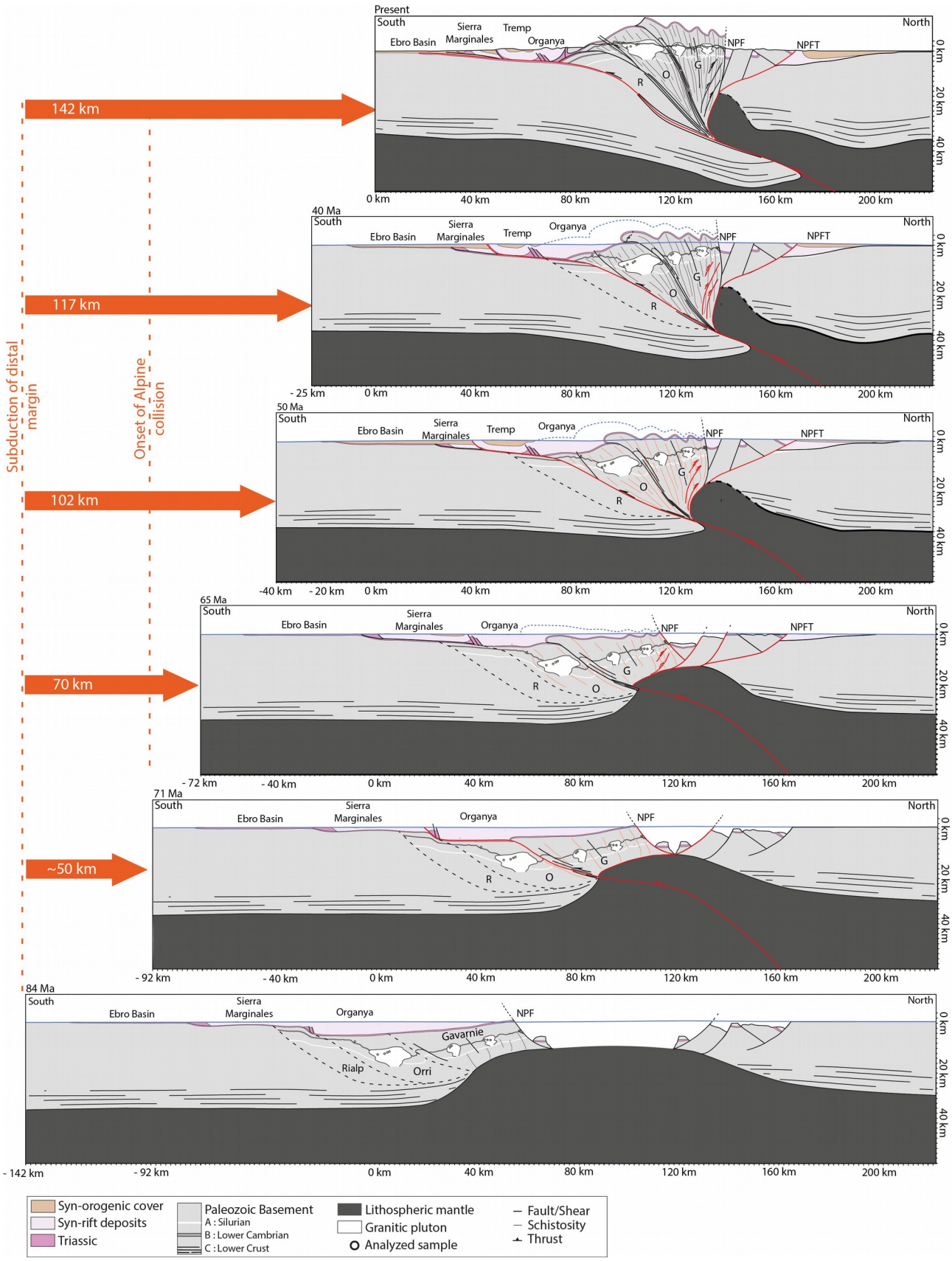


Figure 94: Sequential restoration of central Pyrenees (ECORS-Pyrenees profile) from 84 Ma to actual state. Six key steps are represented: Present, 40 Ma, 50 Ma, 65 Ma, 71 Ma and 84 Ma. Deep crustal actual state is based on seismic migration profile from Chevrot et al. (2018) and those inferred by ECORS experiments (Choukroune & ECORS team, 1989). Basins thickness reconstruction and shortening sequence is readapted from previous model from Mouthereau et al (2014).

6.6.3.1 Pre-collisional phase

The first stage of convergence is associated with subduction of exhumed mantle and closure of Cretaceous Rift (from 84 to 72 Ma). The convergence since Santonian cannot be deduced from restoration and is assumed to be around 50 km (Mouthereau et al., 2014). Furthermore, in NPZ, the cooling of abnormally hot basins located on hyper-extended crust of European margin occurred. In AZ, the partial reset ZFT records in Gavarnie unit and the very slow cooling of the Bethmale massif (~ 1.4 °C/Myrs, and possibly the Bono massif; **Fig. 91e**) may be consistent syn-rifting denudation of northern AZ. This stage could also have been followed by a post-rift thermal relaxation. As explained above, the oldest ZFT/ZHe populations and the low burial of plutons (**Fig. 92**) support a high geothermal gradient inherited from Cretaceous rifting up to AZ. Moreover, this thermal state may have persisted during early Alpine collision times.

6.6.3.2 Early collision : slow and distributed Paleocene/Eocene exhumation

From 72 to 65 Ma, the onset of tectonic inversion mostly took place on the Bóixols thrust in SPZ dated and constrained by growth strata in late Campanian sandstones and Ar-Ar dating (Bond and McClay, 1995; Rahl et al., 2011). The shortening accommodated by this structure is about 5 km (Bond & McClay, 1995). In our restoration, this value has been attributed to the Gavarnie shear zone. The rest of the shortening (5 km) estimated in Mouthereau et al. (2014) has been attributed to distributed shortening. This shortening is suggested by the cooling and ZFT partial reset of samples in most of the studied massifs (Riberot, Marimanya, Arties, Bono). During this shortening and the activity of the Gavarnie shear zone, slight burial of the Maladeta massif is probable (Metcalf et al., 2009). 10 km of shortening in the NPZ during this time period is also taken into account (Mouthereau et al., 2014).

As mentioned above, the northern Axial Zone (future Gavarnie unit) has not been significantly tilted (Cochelin et al., 2018). Moreover, the NPF is considered as the inherited extensional detachment (Deramond et al., 1984; McCaig et al., 1986; Cochelin et al., 2018) and then must be verticalized during orogenic times. As a consequence, deep top-to-the-North shear zones are inferred in the northernmost part of the AZ (**Fig. 94**).

Between 65 and 50 Ma (**Fig. 93a**), the upper Cretaceous low cooling rates recorded in northern Gavarnie units (e.g. Riberot and Bethmale) increased to ~ 5-10 °C/Myrs (**Fig. 91e, f, g, h**) with an exhumation rate around 200±50 m/Myrs (**Fig. 93a**; thanks to the vertical profile of ZFT ages from the Riberot pluton). Contrary to previous models (Roure et al., 1989; Munoz et al., 1992; Mouthereau et al., 2014), ZFT ages in the South of the Maladeta massif (e.g. Barruera and Bono massifs, **Fig. 88f, g**) are coeval with Gavarnie unit records and therefore support an early Alpine

cooling distributed through the whole AZ. Moreover, this continuous cooling observed on the whole ECORS-Pyrenees profile does not support a true Paleocene tectonic quiescence (Boer et al., 1991; Rosenbaum et al., 2002; Whitchurch et al., 2011; Grool et al., 2018). Although the thermochronological ages have rather high uncertainty, such quiescence may not have occurred in the in AZ. The shortening associated with distributed deformation was estimated around 10 km from 65 to 50 Ma by comparing: (i) the total shortening from previous tectonic restoration (Mouthereau et al., 2014) and (ii) the estimated shortening localized on coeval thrusts in southern basins. During the same period in NPZ, inverse thermal modelling of AFT data suggests a steady state cooling since 70 Ma which is associated to a 20-km shortening (Mouthereau et al., 2014).

In northern AZ around 55-50 Ma, the cooling rates from the Bethmale massif slowed down below 2 °C/Myrs as constrained by QTQt modelling (**Fig. 93a**; **Fig. 90c**), while northern-central massifs in Gavarnie (Riberot, Marimanya and Arties) still exhume at constant rate. At around 55 Ma, the Orri unit (Barruera massif) also record a cooling rate close to those in northern massif (~ 8 °C/Myrs). From ca. 55 to 40 Ma in SPZ, the Montsec thrust accommodated a shortening of about 13 km (Meigs and Burbanks, 1996) which is usually rooted in the Orri thrust (**Fig. 94**). However, it should be noted that the partial reset ZFT data on the southernmost pluton of Orri unit (Bono) suggests an older cooling around 70 Ma (**Fig. 88g**). Nevertheless, this stage is not recorded by Maladeta massif probably due to its deeper burial under the Gavarnie unit (Metcalf et al., 2009). During this sub-period (50 to 40 Ma), the distributed shortening was estimated around 15 km along the AZ. At the same time in the NPZ, the deformation is localized on the NPFT ramp (Vacherat et al., 2016; Mouthereau et al., 2014).

As shown on **Fig. 93a**, the cooling may have been distributed through the whole AZ during Paleocene and Eocene times. Indeed, reverse top-to-the-South shear zones have been dated back to around 50 Ma (e.g. Merens/Lladorre shear zone) are observed and geochronometers (Merens shear zone, McCaig and Miller, 1986; Neouvielle shear zones, Wayne and McCaig, 1998; Bielsa shear zones; Airaghi et al., in review).

To sum up, in the AZ, this first orogenic stage (70-40 Ma) is associated with a distributed slow cooling and exhumation which is interpreted as due to a distributed shortening. A slight acceleration and the migration of exhumation toward the South around 50 Ma and the activation of the Orri thrust suggest that the 50-40 Ma period represents a transition between distributed and localized shortening (**Fig. 93a, b**).

6.6.3.3 Late collision : fast late Eocene/Oligocene localized exhumation

From ca. 40 to 32 Ma in external parts, the shortening estimated at 5 km is recorded in NPZ by a strong folding (especially on Lavelanet and Mas d'Azil anticline) related to a decrease in bedding dips near the early Oligocene Pallassous formation. Moreover, the shortening is also accommodated by the verticalization of NPF (**Fig. 94**). A network of north verging reverse shears is proposed to explain the rotation of NPF and also permitted a crustal thickening during Alpine collision. Around 37 Ma, a shortening estimated at ca. 15 and 5 km (Meigs et al., 1996) is accommodated on Sierra Marginales Thrust (SMT) and Morreres Back-Thrust (MBT), respectively, in SPZ. This shortening is attributed to the displacement along the Rialp ramp in the AZ (**Fig. 93b**).

Between 40 and 32 Ma in the AZ, a cooling/exhumation peak is recorded only on the central Maladeta massif (**Fig. 93a**). The inverse thermal modelling shows a rather fast cooling (~30°C/Myrs) associated to a strong exhumation constrained at least around 800 m/Myrs (or 2-3 km/Myrs according to Fitzgerald et al., 1999). As shown above, this orogenic cooling is coeval with the shortening on Rialp ramp (**Fig. 93b**). The Rialp ramp can thus be located just under the Maladeta massif and this exhumation peak is therefore spatio-temporally associated with the underplating of Rialp unit. In external part, this stage of strong exhumation is also confirmed by detrital ZFT records in south-central basins suggesting acceleration of erosion in AZ since late Priabonian around 37 – 35 Ma (Whitchurch et al., 2011).

Our dataset also show for the first time that, at the same time, the other massifs in the AZ (e.g. Bethmale, Riberot and Barruera massifs) show low cooling rates recorded below 2°C/Myrs suggesting only limited shortening and the cessation of distributed shortening (**Fig. 93a**) replaced by localized shortening on Rialp thrust. Thus, the localization lead to a fast exhumation centered on the Maladeta massif just above the ramp (**Fig. 93b**). However, into the Orri unit, a differential exhumation/cooling path is observed between Maladeta and Bono-Barruera massif. Those different thermal paths could be explained by: (i) the folding of southern Orri unit, (ii) a displacement on Senet thrust constrained at ca. 24±1.3 Ma by Ar-Ar dating (Rahl et al., 2011) which may have decoupled southern and northern Orri. However, the burial of the southernmost massifs of the AZ under the Maladeta massif could not be excluded.

Furthermore, granitic pebbles were observed in the Oligocene Sis conglomerates dated at ca. 65 Ma by ZFT (Beamud et al., 2011). Therefore, it also suggests some plutonic massifs from the onset of collision reached the surface around 40 Ma. According to our reconstruction, we can consider the northernmost plutonic massifs of AZ (such as Bethmale) could have reached the surface at this period.

6.6.3.4 Post-orogenic cooling/exhumation

In the Gavarnie unit, low cooling and exhumation rates are recorded since ca. 30 Ma (**Fig. 93a**). In other units, such low rates are even older. The onset of post-orogenic exhumation is thus not clearly constrained in the AZ. On one hand, 3D-modelling of AFT/AHe data on Barruera suggest a post-orogenic exhumation since 19 Ma followed by a gradual decrease of exhumation rate (Gibson et al., 2007) and fit with the last shortening on the Sierra Marginales around 24.7 Ma (sealed by lacustrine, Meigs et al., 1996). On the other hand, AFT modelling of Maladeta data supports a post-orogenic exhumation at 5-10 Ma (Fitzgerald et al., 1998) which fits well with our QTQt modelling of Barruera data (**Fig. 91h**). We here consider that the post-orogenic phase started at 20 Ma (Gibson et al., 2007; Mouthereau et al., 2014).

6.6.4 Insights of the early growth of orogenic wedges

These new data show that the early orogenic phase, following the period of resorption/subduction of oceanic or exhumed mantle domains, is characterized by distributed shortening. Similar results were obtained in the External Alps where Oligocene times are characterized by distributed shortening before it localized along frontal crustal ramps (Bellahsen et al., 2012; Boutoux et al., 2016; Girault et al., in review). Such distributed shortening may be explained by strain softening, thermal weakening (Bellahsen et al., 2014; Bellahsen et al., 2019) and/or re-thickening of a stretched domain (**Fig. 94**). When the shortening affect a normal-thickness crust at lower P-T conditions, the shortening is more localized (Orri and Rialp thrust, **Fig. 94**).

6.7 Conclusion

New thermochronological data suggest that the northern AZ experienced high geothermal gradient and syn-rift denudation during mid-Cretaceous times in relation with NPZ rifting. After a period of possible thermal relaxation and early convergence, a first phase of collisional is characterized by a relatively slow and distributed Paleocene-Eocene orogenic cooling through the whole AZ from ca. 70 to 40 Ma interpreted as a distributed internal shortening. During this period, the Gavarnie shear zone was active but accommodated limited shortening. Between 50 to 40 Ma, a transitional period is characterized by both distributed and localized deformation on Orri crustal ramp. A second phase of collision consists of a late Eocene-Oligocene fast exhumation only recorded by the Maladeta massif and associated with the Underplating of the Rialp unit. This contribution thus shows that collision in the Pyrenees started by significant distributed shortening from 70 to 40 Ma accommodating a total shortening of at least 20 km. Such mode of shortening is most probably controlled by thermal and structural inheritance and is followed by a phase of

localized shortening with the activation of frontal crustal ramps in the proximal Iberian margin.

Acknowledgments

This study is part of the Orogen program, a tri-partite research collaboration between CNRS, BRGM and Total. We thank Bouchaïb Tibari for his precious help during data acquisition. Supporting information comport: complete thermochronological dataset of central Axial Zone including fission-track data formatted for Radialplotter (Appendice part 9.9 and 9.10), radial plots of AFT data of Bono and Bethmale massifs (Appendice part 9.6), additionnal time-temperature plots of un-modelled massifs (Appendice part 9.8), and an extended version of QTQt models including the initial constrain boxes (Appendice part 9.8).

References

Albarède, F., Michard-Vitrac, A., 1978. Age and significance of the North Pyrenean metamorphism. Earth and Planetary Science Letters 40, 327–332. https://doi.org/10.1016/0012-821X(78)90157-7

Beamud, E., Muñoz, J.A., Fitzgerald, P.G., Baldwin, S.L., Garcés, M., Cabrera, L., Metcalf, J.R., 2011. Magnetostratigraphy and detrital apatite fission track thermochronology in syntectonic conglomerates: constraints on the exhumation of the South-Central Pyrenees: South-Central Pyrenees magnetostratigraphy and thermochronology. Basin Research 23, 309–331. https://doi.org/10.1111/j.1365-2117.2010.00492.x

Beaumont, C., Muñoz, J.A., Hamilton, J., Fullsack, P., 2000. Factors controlling the Alpine evolution of the central Pyrenees inferred from a comparison of observations and geodynamical models. Journal of Geophysical Research: Solid Earth 105, 8121–8145. https://doi.org/10.1029/1999JB900390

Bellahsen, N., bayet, L., Denèle, Y., Waldner, M., Airaghi, L., Rosenberg, C., Dubacq, B., Mouthereau, F., Bernet, M., Lahfid, A., Vacherat, A., Pik, R., 2019. Shortening of the Axial Zone, Pyrenees: shortening sequence, upper crustal mylonites and crustal strength.

Bernet, M., 2009. A field-based estimate of the zircon fission-track closure temperature. Chemical Geology 259, 181–189. https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2008.10.043

Bernet, M., Garver, J.L., 2005. Fission-track Analysis of Detrital Zircon. Reviews in Mineralogy and Geochemistry 58, 205–237. https://doi.org/10.2138/rmg.2005.58.8

Bond, R.M.G., McClay, K.R., 1995. Inversion of a Lower Cretaceous extensional basin, south central Pyrenees, Spain. Geological Society, London, Special Publications 88, 415–431. https://doi.org/10.1144/GSL.SP.1995.088.01.22

Brandon, M.T., Roden-Tice, M.K., Garver, J.I., 1998. Late Cenozoic exhumation of the Cascadia accretionary wedge in the Olympic Mountains, northwest Washington State. GSA Bulletin 110, 985–1009. https://doi.org/10.1130/0016-7606(1998)110<0985:LCEOTC>2.3.CO;2

Cande, S.C., Kent, D.V., 1992. A new geomagnetic polarity time scale for the Late Cretaceous and Cenozoic. Journal of Geophysical Research: Solid Earth 97, 13917–13951. https://doi.org/10.1029/92JB01202

Chevrot, S., Sylvander, M., Diaz, J., Martin, R., Mouthereau, F., Manatschal, G., Masini, E., Calassou, S., Grimaud, F., Pauchet, H., Ruiz, M., 2018. The non-cylindrical crustal architecture of the Pyrenees. Scientific Reports 8, 9591. https://doi.org/10.1038/s41598-018-27889-x

Choukroune, P., 1992. Tectonic Evolution of the Pyrenees. Annu. Rev. Earth Planet. Sci. 20, 143–158. https://doi.org/10.1146/annurev.ea.20.050192.001043

Choukroune, P., 1989a. The Ecors Pyrenean deep seismic profile reflection data and the overall structure of an orogenic belt. Tectonics 8, 23–39. https://doi.org/10.1029/TC008i001p00023

Choukroune, P., 1989b. The Ecors Pyrenean deep seismic profile reflection data and the overall structure of an orogenic belt. Tectonics 8, 23–39. https://doi.org/10.1029/TC008i001p00023

Clariana, P., García-sansegundo, J., 2009. Variscan structure in the eastern part of the Pallaresa massif, Axial Zone of the Pyrenees (NW Andorra). Tectonic implications. Bulletin de la Société Géologique de France 180, 501–511. https://doi.org/10.2113/gssgfbull.180.6.501

Clerc, C., Lagabrielle, Y., 2014. Thermal control on the modes of crustal thinning leading to mantle exhumation: Insights from the Cretaceous Pyrenean hot paleomargins. Tectonics 33, 1340–1359. https://doi.org/10.1002/2013TC003471

Cochelin, B., Lemirre, B., Denèle, Y., de Saint Blanquat, M., Lahfid, A., Duchêne, S., 2018. Structural inheritance in the Central Pyrenees: the Variscan to Alpine tectonometamorphic evolution of the Axial Zone. Journal of the Geological Society 175, 336–351. https://doi.org/10.1144/jgs2017-066

de Saint Blanquat, M., Bajolet, F., Grand'Homme, A., Proietti, A., Zanti, M., Boutin, A., Clerc, C., Lagabrielle, Y., Labaume, P., 2016. Cretaceous mantle exhumation in the central Pyrenees: New constraints from the peridotites in eastern Ariège (North Pyrenean zone, France). Comptes Rendus Geoscience, From rifting to mountain building: the Pyrenean Belt 348, 268–278. https://doi.org/10.1016/j.crte.2015.12.003

Denèle, Y., Olivier, P., Gleizes, G., 2008. Progressive deformation of a zone of magma transfer in a transpressional regime: The Variscan Mérens shear zone (Pyrenees, France). Journal of Structural Geology 30, 1138–1149. https://doi.org/10.1016/j.jsg.2008.05.006

Denèle, Y., Olivier, P., Gleizes, G., Barbey, P., 2009. Decoupling between the middle and upper crust during transpression-related lateral flow: Variscan evolution of the Aston gneiss dome (Pyrenees, France). Tectonophysics 477, 244–261. https://doi.org/10.1016/j.tecto.2009.04.033

Deramond, J., Souquet, P., Fondecave-Wallez, M.-J., Specht, M., 1993. Relationships between thrust tectonics and sequence stratigraphy surfaces in foredeeps: model and examples from the Pyrenees (Cretaceous-Eocene, France, Spain). Geological Society, London, Special Publications 71, 193–219. https://doi.org/10.1144/GSL.SP.1993.071.01.09

Druguet, E., Alsop, G.I., Carreras, J., 2009. Coeval brittle and ductile structures associated with extreme deformation partitioning in a multilayer sequence. Journal of Structural Geology 31, 498–511. https://doi.org/10.1016/j.jsg.2009.03.004

Dumitru, T.A., 1993. A new computer-automated microscope stage system for fission-track analysis. Nuclear Tracks and Radiation Measurements 21, 575–580. https://doi.org/10.1016/1359-0189(93)90198-I

Erdős, Z., Huismans, R.S., van der Beek, P., Thieulot, C., 2014. Extensional inheritance and surface processes as controlling factors of mountain belt structure: Inherited structural control on orogens. J. Geophys. Res. Solid Earth 119, 9042–9061. https://doi.org/10.1002/2014JB011408

Espurt, N., Angrand, P., Teixell, A., Labaume, P., Ford, M., de Saint Blanquat, M., Chevrot, S., 2019. Crustal-scale balanced cross-section and restorations of the Central Pyrenean belt (Nestes-Cinca transect): Highlighting the structural control of Variscan belt and Permian-Mesozoic rift systems on mountain building. Tectonophysics 764, 25–45. https://doi.org/10.1016/j.tecto.2019.04.026

Evans, N.G., 1993. Deformation during the emplacement of the Maladeta granodiorite, Spanish Pyrenees (Ph.D.). University of Leeds.

Evans, N.G., Gleizes, G., Leblanc, D., Bouchez, J.L., 1998. Syntectonic emplacement of the Maladeta granite (Pyrenees) deduced from relationships between Hercynian deformation and contact metamorphism. Journal of the Geological Society 155, 209–216. https://doi.org/10.1144/gsjgs.155.1.0209

Evans, N.G., Gleizes, G., Leblanc, D., Bouchez, J.-L., 1997. Hercynian tectonics in the Pyrenees: a new view based on structural observations around the Bassie`s granite pluton. Journal of Structural Geology 19, 195–208. https://doi.org/10.1016/S0191-8141(96)00080-6

Farley, K.A., 2002. (U-Th)/He Dating: Techniques, Calibrations, and Applications. Reviews in Mineralogy and Geochemistry 47, 819–844. https://doi.org/10.2138/rmg.2002.47.18

Filleaudeau, P.-Y., 2011. Croissance et dénudation des Pyrénées du Crétacé supérieur au Paléogène: apports de l'analyse de bassin et thermochronométrie détritique. Université Pierre et Marie Curie, Paris.

Filleaudeau, P.-Y., Mouthereau, F., Pik, R., 2012. Thermo-tectonic evolution of the south-central Pyrenees from rifting to orogeny: insights from detrital zircon U/Pb and (U-Th)/He thermochronometry. Basin Res 24, 401–417. https://doi.org/10.1111/j.1365-2117.2011.00535.x

Fillon, C., van der Beek, P., 2012. Post-orogenic evolution of the southern Pyrenees: constraints from inverse thermo-kinematic modelling of low-temperature thermochronology data. Basin Research 24, 418–436. https://doi.org/10.1111/j.1365-2117.2011.00533.x

Fitzgerald, P.G., Muñoz, J.A., Coney, P.J., Baldwin, S.L., 1999. Asymmetric exhumation across the Pyrenean orogen: implications for the tectonic evolution of a collisional orogen. Earth and Planetary Science Letters 173, 157–170. https://doi.org/10.1016/S0012-821X(99)00225-3

Flowers, R.M., Ketcham, R.A., Shuster, D.L., Farley, K.A., 2009. Apatite (U–Th)/He thermochronometry using a radiation damage accumulation and annealing model. Geochimica et Cosmochimica Acta 73, 2347–2365. https://doi.org/10.1016/j.gca.2009.01.015

Gallagher, K., 2012. Transdimensional inverse thermal history modeling for quantitative thermochronology: TRANSDIMENSIONAL INVERSE THERMAL HISTORY. J. Geophys. Res. 117, n/a-n/a. https://doi.org/10.1029/2011JB008825

Gallagher, K., Charvin, K., Nielsen, S., Sambridge, M., Stephenson, J., 2009. Markov chain Monte Carlo (MCMC) sampling methods to determine optimal models, model resolution and model choice for Earth Science problems. Marine and Petroleum Geology, Thematic Set on Basin Modeling Perspectives 26, 525–535. https://doi.org/10.1016/j.marpetgeo.2009.01.003

García-Sansegundo, J., Poblet, J., 1997. Variscan granites of the Pyrenees revisited: their role as syntectonic markers of the orogen: Comment to Gleizes et al, 1997. Terra Nova 9, 144–147.

Garver, J.I., Kamp, P.J.J., 2002. Integration of zircon color and zircon fission-track zonation patterns in orogenic belts: application to the Southern Alps, New Zealand. Tectonophysics, Low Temperature Thermochronology: From Tectonics to Landscape Evolution 349, 203–219. https://doi.org/10.1016/S0040-1951(02)00054-9

Garwin, L.J., 1985. Fission-track dating and tectonics in the eastern Pyrenees (Ph.D. Thesis). Cambridge University, Cambridge, United Kingdom.

Gautheron, C., Tassan-Got, L., Barbarand, J., Pagel, M., 2009. Effect of alpha-damage annealing on apatite (U–Th)/He thermochronology. Chemical Geology 266, 157–170. https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2009.06.001

Gibson, M., Sinclair, H.D., Lynn, G.J., Stuart, F.M., 2007. Late- to post-orogenic exhumation of the Central Pyrenees revealed through combined thermochronological data and modelling. Basin Research 19, 323–334. https://doi.org/10.1111/j.1365-2117.2007.00333.x

Gleadow, A.J.W., Hurford, A.J., Quaife, R.D., 1976. Fission track dating of zircon: Improved etching techniques. Earth and Planetary Science Letters 33, 273–276. https://doi.org/10.1016/0012-821X(76)90235-1

Gleizes, G., Crevon, G., Asrat, A., Barbey, P., 2006. Structure, age and mode of emplacement of the Hercynian Bordères-Louron pluton (Central Pyrenees, France). Int J Earth Sci (Geol Rundsch) 95, 1039–1052. https://doi.org/10.1007/s00531-006-0088-4

Godard, V., Pik, R., Lavé, J., Cattin, R., Tibari, B., Sigoyer, J. de, Pubellier, M., Zhu, J., 2009. Late Cenozoic evolution

of the central Longmen Shan, eastern Tibet: Insight from (U-Th)/He thermochronometry. Tectonics 28. https://doi.org/10.1029/2008TC002407

Golberg, J.M., Leyreloup, A.F., 1990. High temperature-low pressure Cretaceous metamorphism related to crustal thinning (Eastern North Pyrenean Zone, France). Contributions to Mineralogy and Petrology 104, 194–207. https://doi.org/10.1007/BF00306443

Green, P.F., Duddy, I.R., Gleadow, A.J.W., Tingate, P.R., Laslett, G.M., 1986. Thermal annealing of fission tracks in apatite: 1. A qualitative description. Chemical Geology: Isotope Geoscience section, Calibration of the Phanerozoic Time Scale 59, 237–253. https://doi.org/10.1016/0168-9622(86)90074-6

Grool, A.R., Ford, M., Vergés, J., Huismans, R.S., Christophoul, F., Dielforder, A., 2018. Insights Into the Crustal-Scale Dynamics of a Doubly Vergent Orogen From a Quantitative Analysis of Its Forelands: A Case Study of the Eastern Pyrenees. Tectonics 37, 450–476. https://doi.org/10.1002/2017TC004731

Guenthner, W.R., Reiners, P.W., Ketcham, R.A., Nasdala, L., Giester, G., 2013. Helium diffusion in natural zircon: Radiation damage, anisotropy, and the interpretation of zircon (U-Th)/He thermochronology. American Journal of Science 313, 145–198. https://doi.org/10.2475/03.2013.01

Hurford, A.J., Green, P.F., 1983. The zeta age calibration of fission-track dating. Chemical Geology 41, 285–317. https://doi.org/10.1016/S0009-2541(83)80026-6

Huyghe, D., Mouthereau, F., Emmanuel, L., 2012. Oxygen isotopes of marine mollusc shells record Eocene elevation change in the Pyrenees. Earth and Planetary Science Letters 345–348, 131–141. https://doi.org/10.1016/j.epsl.2012.06.035

Institut Cartographic de Catalunya, 2007. Pallars Sobirà - Mapa geologic comarcal de Catalunya.

Jolivet, M., Labaume, P., Monié, P., Brunel, M., Arnaud, N., Campani, M., 2007. Thermochronology constraints for the propagation sequence of the south Pyrenean basement thrust system (France-Spain): PROPAGATION OF THE SOUTH PYRENEAN PRISM. Tectonics 26, n/a-n/a. https://doi.org/10.1029/2006TC002080

Ketcham, R.A., Carter, A., Donelick, R.A., Barbarand, J., Hurford, A.J., 2007. Improved modeling of fission-track annealing in apatite. American Mineralogist 92, 799–810. https://doi.org/10.2138/am.2007.2281

Ketcham, R.A., Gautheron, C., Tassan-Got, L., 2011. Accounting for long alpha-particle stopping distances in (U–Th–Sm)/He geochronology: Refinement of the baseline case. Geochimica et Cosmochimica Acta 75, 7779–7791. https://doi.org/10.1016/j.gca.2011.10.011

Labaume, P., Séguret, M., Seyve, C., 1985. Evolution of a turbiditic foreland basin and analogy with an accretionary prism: Example of the Eocene South-Pyrenean Basin. Tectonics 4, 661–685. https://doi.org/10.1029/TC004i007p00661

Lagabrielle, Y., Labaume, P., de Saint Blanquat, M., 2010. Mantle exhumation, crustal denudation, and gravity tectonics during Cretaceous rifting in the Pyrenean realm (SW Europe): Insights from the geological setting of the lherzolite bodies: PYRENEAN LHERZOLITES, GRAVITY TECTONICS. Tectonics 29, n/a-n/a. https://doi.org/10.1029/2009TC002588

Laumonier, B., 2010. Polymétamorphisme et évolution crustale dans les Pyrénées orientales pendant l'orogenèse varisque au Carbonifère supérieur. Sull. Soc. géol. Fr. 181, 411–428.

Laumonier, B., 1998. Les Pyrénées centrales et orientales au début du Paléozoique (Cambrien s.l.): évolution paléogéographique et géodynamique. Geodinamica Acta 11, 1–11. https://doi.org/10.1016/S0985-3111(98)80024-7

Laumonier, B., Barbey, P., Denèle, Y., Olivier, P., Paquette, J.-L., 2014. Réconcilier les données stratigraphiques, radiométriques, plutoniques, volcaniques et structurales au Pennsylvanien supérieur (Stéphanien - Autunien p.p.) dans l'Est des Pyrénées hercyniennes (France, Espagne). Rev. Géol. pyrén. 1, 10.

Masini, E., Manatschal, G., Tugend, J., Mohn, G., Flament, J.-M., 2014. The tectono-sedimentary evolution of a hyper-

extended rift basin: the example of the Arzacq–Mauléon rift system (Western Pyrenees, SW France). Int J Earth Sci (Geol Rundsch) 103, 1569–1596. https://doi.org/10.1007/s00531-014-1023-8

Maurel, O., 2003. L'exhumation de la Zone Axiale des Pyrénées orientales: Une approche thermo-chronologique multi-méthodes du rôle des failles. Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc.

Maurel, O., Moniè, P., Pik, R., Arnaud, N., Brunel, M., Jolivet, M., 2008. The Meso-Cenozoic thermo-tectonic evolution of the Eastern Pyrenees: an 40Ar/39Ar fission track and (U–Th)/He thermochronological study of the Canigou and Mont-Louis massifs. International Journal of Earth Sciences 97, 565–584. https://doi.org/10.1007/s00531-007-0179-x

Maurel, O., Monié, P., Respaut, J.P., Leyreloup, A.F., Maluski, H., 2003. Pre-metamorphic 40Ar/39Ar and U–Pb ages in HP metagranitoids from the Hercynian belt (France). Chemical Geology 193, 195–214. https://doi.org/10.1016/S0009-2541(02)00351-0

McCaig, A., 1986. Thick- and thin-skinned tectonics in the Pyrenees. Tectonophysics 129, 319–342. https://doi.org/10.1016/0040-1951(86)90259-3

McCaig, A.M., Miller, J.A., 1986. 40Ar-39Ar age of mylonites along the Merens Fault, central Pyrenees. Tectonophysics 129, 149–172. https://doi.org/10.1016/0040-1951(86)90250-7

McCaig, A.M., Wickham, S.M., Taylor, H.P., 1990. Deep fluid circulation in alpine shear zones, Pyrenees, France: field and oxygen isotope studies. Contributions to Mineralogy and Petrology 106, 41–60. https://doi.org/10.1007/BF00306407

Meigs, A.J., Burbank, D.W., 1997. Growth of the South Pyrenean orogenic wedge. Tectonics 16, 239–258. https://doi.org/10.1029/96TC03641

Meigs, A.J., Vergés, J., Burbank, D.W., 1996. Ten-million-year history of a thrust sheet. Geological Society of America Bulletin 108, 1608–1625. https://doi.org/10.1130/0016-7606(1996)108<1608:TMYHOA>2.3.CO;2

Mellere, D., 2009. Thrust-Generated, Back-Fill Stacking of Alluvial Fan Sequences, South-Central Pyrenees, Spain (La Pobla De Segur Conglomerates), in: Frostick, L.E., Steel, R.J. (Eds.), Tectonic Controls and Signatures in Sedimentary Successions. Blackwell Publishing Ltd., Oxford, UK, pp. 259–276. https://doi.org/10.1002/9781444304053.ch14

Metcalf, J.R., Fitzgerald, P.G., Baldwin, S.L., Muñoz, J.-A., 2009. Thermochronology of a convergent orogen: Constraints on the timing of thrust faulting and subsequent exhumation of the Maladeta Pluton in the Central Pyrenean Axial Zone. Earth and Planetary Science Letters 287, 488–503. https://doi.org/10.1016/j.epsl.2009.08.036

Mezger, J.E., Schnapperelle, S., Rölke, C., 2012. Evolution of the Central Pyrenean Mérens fault controlled by near collision of two gneiss domes. 1 34, 11–30.

Monie, P., Soliva, J., Brunel, M., Maluski, H., 1994. Les cisaillements mylonitiques du granite de Millas (Pyrenees, France); age Cretace 40 Ar/ 39 Ar et interpretation tectonique. Bulletin de la Société Géologique de France 165, 559–571.

Montigny, R., Azambre, B., Rossy, M., Thuizat, R., 1986. K-Ar Study of cretaceous magmatism and metamorphism in the pyrenees: Age and length of rotation of the Iiberian Peninsula. Tectonophysics, The Geological Evolution of the Pyrenees 129, 257–273. https://doi.org/10.1016/0040-1951(86)90255-6

Morris, R.G., Sinclair, H.D., Yelland, A.J., 1998. Exhumation of the Pyrenean orogen: implications for sediment discharge. Basin Research 10, 69–85.

Mouthereau, F., Filleaudeau, P.-Y., Vacherat, A., Pik, R., Lacombe, O., Fellin, M.G., Castelltort, S., Christophoul, F., Masini, E., 2014. Placing limits to shortening evolution in the Pyrenees: Role of margin architecture and implications for the Iberia/Europe convergence: Plate convergence in the Pyrenees. Tectonics 33, 2283–2314. https://doi.org/10.1002/2014TC003663

Muñoz, J.A., 1992. Evolution of a continental collision belt: ECORS-Pyrenees crustal balanced cross-section, in: McClay, K.R. (Ed.), Thrust Tectonics. Springer Netherlands, Dordrecht, pp. 235–246. https://doi.org/10.1007/978-94-011-3066-0_21

Naylor, M., Sinclair, H.D., 2008. Pro- vs. retro-foreland basins: Pro- vs. retro-foreland basins. Basin Research 20, 285–303. https://doi.org/10.1111/j.1365-2117.2008.00366.x

Oliva-Urcia, B., 2018. THIRTY YEARS (1988-2018) OF ADVANCES IN THE KNOWLEDGE OF THE STRUCTURAL EVOLUTION OF THE SOUTH-CENTRAL PYRENEES DURING THE CENOZOIC COLLISION, A SUMMARY. Revista de la Sociedad Geológica de España 51–68.

Olivet, J., 1996. Kinematics of the Iberian Plate. Bull. Cent. Rech. Explor.-Prod. Elf Aquitaine 20, 131–195.

Paquette, J.-L., Gleizes, G., Leblanc, D., Bouchez, J.L., 1997. Le granite de Bassiés (Pyrénées): un pluton syntectonique d'âge Westphalien. Géochronologie U–Pb sur zircons. Comptes Rendus de l'Académie des Sciences - Series IIA - Earth and Planetary Science 324, 387–392.

Pik, R., Marty, B., Carignan, J., Lavé, J., 2003. Stability of the Upper Nile drainage network (Ethiopia) deduced from (U–Th)/He thermochronometry: implications for uplift and erosion of the Afar plume dome. Earth and Planetary Science Letters 215, 73–88. https://doi.org/10.1016/S0012-821X(03)00457-6

Poblet, J., 1991. Estructura de les unitats del vessant sud de la zona axial delPirineu central. Tesi Doctoral. Universitat de Barcelona, Barcelona.

Rahl, J.M., Haines, S.H., van der Pluijm, B.A., 2011. Links between orogenic wedge deformation and erosional exhumation: Evidence from illite age analysis of fault rock and detrital thermochronology of syn-tectonic conglomerates in the Spanish Pyrenees. Earth and Planetary Science Letters 307, 180–190. https://doi.org/10.1016/j.epsl.2011.04.036

Rahn, M.K., Brandon, M.T., Batt, G.E., Garver, J.I., 2004. A zero-damage model for fission-track annealing in zircon. American Mineralogist 89, 473–484. https://doi.org/10.2138/am-2004-0401

Reiners, P.W., 2005. Zircon (U-Th)/He Thermochronometry. Reviews in Mineralogy and Geochemistry 58, 151–179. https://doi.org/10.2138/rmg.2005.58.6

Reiners, P.W., Brandon, M.T., 2006. Using Thermochronology to Understand Orogenic Erosion. Annual Review of Earth and Planetary Sciences 34, 419–466. https://doi.org/10.1146/annurev.earth.34.031405.125202

Reiners, P.W., Thomson, S.N., McPhillips, D., Donelick, R.A., Roering, J.J., 2007. Wildfire thermochronology and the fate and transport of apatite in hillslope and fluvial environments. Journal of Geophysical Research: Earth Surface 112. https://doi.org/10.1029/2007JF000759

Respaut, J.P., Lancelot, J.P., Lancelot, J.R., 1983. Datation de la mise en place synmétamorphe de la charnockite d'Ansignan (massif de l'Agly) par la méthode U/Pb sur zircons et monazites,. Neues Jahrb. Mineral. Abh. 21–34.

Roberts, M.P., Pin, C., Clemens, J.D., Paquette, J.-L., 2000. Petrogenesis of Mafic to Felsic Plutonic Rock Associations: the Calc-alkaline Quérigut Complex, French Pyrenees. J Petrology 41, 809–844. https://doi.org/10.1093/petrology/41.6.809

Rosenbaum, G., Lister, G.S., Duboz, C., 2002. Relative motions of Africa, Iberia and Europe during Alpine orogeny. Tectonophysics 359, 117–129. https://doi.org/10.1016/S0040-1951(02)00442-0

Roure, F., Choukroune, P., Berastegui, X., Munoz, J.A., Villien, A., Matheron, P., Bareyt, M., Seguret, M., Camara, P., Deramond, J., 1989. Ecors deep seismic data and balanced cross sections: Geometric constraints on the evolution of the Pyrenees. Tectonics 8, 41–50. https://doi.org/10.1029/TC008i001p00041

Schettino, A., Turco, E., 2011. Tectonic history of the western Tethys since the Late Triassic. Geological Society of America Bulletin 123, 89–105. https://doi.org/10.1130/B30064.1

Seguret, M., 1972. Etude tectonique des nappes de seriesdécollées de la partie centrale du versant sud des

Pyrénées.Caractère synsédimentaire, rôle de la compression et de lagravité. Montpellier.

Sinclair, H.D., 2005. Asymmetric growth of the Pyrenees revealed through measurement and modeling of orogenic fluxes. American Journal of Science 305, 369–406. https://doi.org/10.2475/ajs.305.5.369

Srivastava, S.P., Roest, W.R., Kovacs, L.C., Oakey, G., Lévesque, S., Verhoef, J., Macnab, R., 1990. Motion of Iberia since the Late Jurassic: Results from detailed aeromagnetic measurements in the Newfoundland Basin. Tectonophysics, Alpine Evolution of Iberia and its Continental Margins 184, 229–260. https://doi.org/10.1016/0040-1951(90)90442-B

Tagami, T., Galbraith, R.F., Yamada, R., Laslett, G.M., 1998. Revised Annealing Kinetics of Fission Tracks in Zircon and Geological Implications, in: van den Haute, P., de Corte, F. (Eds.), Advances in Fission-Track Geochronology: A Selection of Papers Presented at the International Workshop on Fission-Track Dating, Ghent, Belgium, 1996, Solid Earth Sciences Library. Springer Netherlands, Dordrecht, pp. 99–112. https://doi.org/10.1007/978-94-015-9133-1_8

Teixell, A., 1998. Crustal structure and orogenic material budget in the west central Pyrenees. Tectonics 17, 395–406. https://doi.org/10.1029/98TC00561

Teixell, A., Labaume, P., Ayarza, P., Espurt, N., de Saint Blanquat, M., Lagabrielle, Y., 2018. Crustal structure and evolution of the Pyrenean-Cantabrian belt: A review and new interpretations from recent concepts and data. Tectonophysics 724–725, 146–170. https://doi.org/10.1016/j.tecto.2018.01.009

Ternet, Y., Majeste-Menjoulas, J., Canérot, J., Baudin, T., Cocherie, C., Guerrot, C., Rossi, P., 2004. Notice explicative de la feuille Laruns-Somport (p. 192).

Thinon, I., Fidalgo-González, L., Réhault, J.-P., Olivet, J.-L., 2001. Déformations pyrénéennes dans le golfe de Gascogne. Comptes Rendus de l'Académie des Sciences - Series IIA - Earth and Planetary Science 332, 561–568. https://doi.org/10.1016/S1251-8050(01)01576-2

Tibari, B., Vacherat, A., Stab, M., Pik, R., Yeghicheyan, D., Hild, P., 2016. An Alternative Protocol for Single Zircon Dissolution with Application to (U-Th-Sm)/He Thermochronometry. Geostand Geoanal Res 40, 365–375. https://doi.org/10.1111/j.1751-908X.2016.00375.x

Tugend, J., Manatschal, G., Kusznir, N.J., 2015. Spatial and temporal evolution of hyperextended rift systems: Implication for the nature, kinematics, and timing of the Iberian-European plate boundary. Geology 43, 15–18. https://doi.org/10.1130/G36072.1

Ubide, T., Gale, C., Larrea, P., Arranz, E., Lago, M., Tierz, P., 2014. The Relevance of Crystal Transfer to Magma Mixing: a Case Study in Composite Dykes from the Central Pyrenees. Journal of Petrology 55, 1535–1559. https://doi.org/10.1093/petrology/egu033

Vacherat, A., Mouthereau, F., Pik, R., Bellahsen, N., Gautheron, C., Bernet, M., Daudet, M., Balansa, J., Tibari, B., Pinna Jamme, R., Radal, J., 2016. Rift-to-collision transition recorded by tectonothermal evolution of the northern Pyrenees. Tectonics 35, 907–933. https://doi.org/10.1002/2015TC004016

Vacherat, A., Mouthereau, F., Pik, R., Bernet, M., Gautheron, C., Masini, E., Le Pourhiet, L., Tibari, B., Lahfid, A., 2014. Thermal imprint of rift-related processes in orogens as recorded in the Pyrenees. Earth and Planetary Science Letters 408, 296–306. https://doi.org/10.1016/j.epsl.2014.10.014

Vacherat, A., Mouthereau, F., Pik, R., Bernet, M., Gautheron, C., Masini, E., Le Pourhiet, L., Tibari, B., Lahfid, A., 2014. Thermal imprint of rift-related processes in orogens as recorded in the Pyrenees. Earth and Planetary Science Letters 408, 296–306. https://doi.org/10.1016/j.epsl.2014.10.014

Vacherat, A., Mouthereau, F., Pik, R., Huyghe, D., Paquette, J.-L., Christophoul, F., Loget, N., Tibari, B., 2017. Rift-to-collision sediment routing in the Pyrenees: A synthesis from sedimentological, geochronological and kinematic constraints. Earth-Science Reviews 172, 43–74.

Vermeesch, P., 2012. On the visualisation of detrital age distributions. Chemical Geology 312–313, 190–194.

https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2012.04.021

Vermeesch, P., 2009. RadialPlotter: A Java application for fission track, luminescence and other radial plots. Radiation Measurements 44, 409–410. https://doi.org/10.1016/j.radmeas.2009.05.003

Vielzeuf, D., Kornprobst, J., 1984. Crustal splitting and the emplacement of Pyrenean lherzolites and granulites. Earth and Planetary Science Letters 67, 87–96. https://doi.org/10.1016/0012-821X(84)90041-4

Vissers, R.L.M., 1992. Variscan extension in the Pyrenees. Tectonics 11, 1369–1384. https://doi.org/10.1029/92TC00823

Wayne, D.M., McCaig, A.M., 1998. Dating fluid flow in shear zones: Rb-Sr and U-Pb studies of syntectonic veins in the Néouvielle Massif, Pyrenees. Geological Society, London, Special Publications 144, 129–135. https://doi.org/10.1144/GSL.SP.1998.144.01.09

Whitchurch, A.L., Carter, A., Sinclair, H.D., Duller, R.A., Whittaker, A.C., Allen, P.A., 2011. Sediment routing system evolution within a diachronously uplifting orogen: Insights from detrital zircon thermochronological analyses from the South-Central Pyrenees. American Journal of Science 311, 442–482. https://doi.org/10.2475/05.2011.03

Yamada, R., Murakami, M., Tagami, T., 2007. Statistical modelling of annealing kinetics of fission tracks in zircon; Reassessment of laboratory experiments. Chemical Geology 236, 75–91. https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2006.09.002

Yelland, . J., 1991. Thermo-Tectonics of the Pyrenees and Provenance From Fission-Track Studies. Birbeck College, Univ. of London, London.

6.8 Complément développement (U-Th)/He in situ

Les datation (U-Th)/He et traces de fission de la Zone Axiale des Pyrénées, ainsi que leur modélisation, montrent une séquence de refroidissement Alpine comprenant une phase de déformation distribuée, puis localisée. Le développement parallèle de nouvelles méthodes de datation en in situ (e.g. ZHe in situ ; Ternois et al., in prep) permettrait l'utilisation des mêmes grains pour les méthodes ZFT et ZHe. Par conséquent, cette méthode d'analyse permettrait de considérer une valeur en eU commune pour la mesure ZFT/ZHe et faciliterait donc l'interprétation conjointe de ces thermochronomètres.

6.8.1 Méthodologie

Cette méthode est composée des mêmes étapes de mesures que la méthode conventionnelle, mais suppose l'ablations laser du coeur des zircons (cf. Partie 3). Une première ablation d'un diamètre d'environ 20 µm permet la mesure de l'hélium, puis une seconde entourant la première permet la mesure des éléments pères (U, Th et Sm).

Quatre échantillons sont sélectionnés parmi les roches collectées dans la Zone Axiale pour la réalisation d'analyses ZHe in situ (cf. Aricle partie 6) et une comparaison avec les âges ZHe « conventionnels » et ZFT disponibles : un échantillon aux ages ZFT correspondant à la bordure nord de la Zone Axiale (ZA16-62), 2 échantillons aux sommets des massifs nord-centraux (ZA16-15 et ZA16-50) et un échantillon à faible altitude du massif de Ribérot est également choisi (ZA16-16). Ainsi, nous avons des âges ZHe in situ pour des échantillons qui présentent plusieurs populations d'âges ZFT (ZA16-15, ZA16-50, ZA16-62) et pour un échantillon qui n'en présentent qu'une (ZA16-16).

6.8.2 Résultats

6.8.2.1 Comparaison ZHe conventionnel vs in situ

La comparaison des données thermochronologiques disponibles sur ces échantillons (ZHe conventionnel et in situ, ainsi que ZFT sur les mêmes grains) permet de constater une concordance dans les populations « in situ » et « conventionnelles » observables (Fig. 95). En effet, la population correspondant à la collision Alpine est située entre 30 et 80 Ma (contre entre 40 et 70 Ma en ZHe conventionnel).

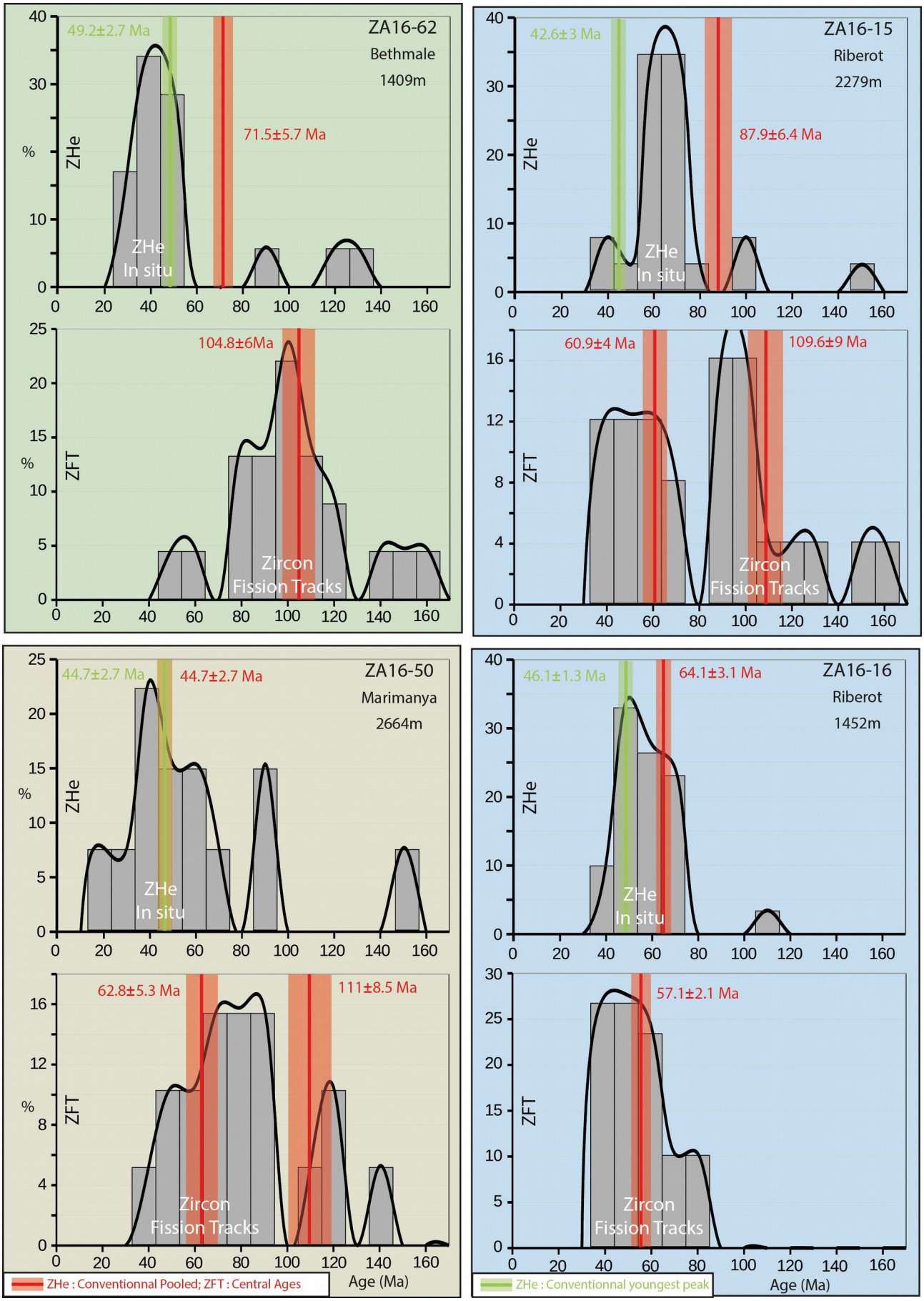


Figure 95: ZHe in situ ages compared to ZFT and Conventionnal ZHe pooled age (samples from Bethmale, Riberot & Marimanya)

L'échantillon de Bethmale (ZA16-62) montre une population d'âge au ZHe in situ majeure entre 20 et 60 Ma avec un pic vers 43 Ma (Fig. 95). Deux autres pics Crétacés sont également présents, mais ne représentent que ~ 15 % des âges calculés. Les âges obtenus via la méthode conventionnelle montrent deux pics. La population principale est la plus jeune et correspond à un pic à 49.2 ± 2.7 Ma, soit légèrement plus ancien que celui indiqué par la méthode in situ. Une seconde population Crétacé est également observable. Les âges ZFT associés à cet échantillon sont, quant-à-eux, dispersés de 40 à 160 Ma et montrent une seule population centrés sur un âge de 104 ± 6 Ma.

L'échantillon du sommet du massif de Ribérot montre des ZHe in situ avec une population majeure dispersée entre 30 et 85 Ma autour d'un pic à 60 Ma. En revanche, la méthode ZHe conventionnelle donne une population correspondant à la compression alpine à environ 42.6 ± 3 Ma, soit un âge plus jeune. La méthode des ZFT montre deux populations respectivement à 60.9±4 Ma et 109.6±9 Ma.

Le sommet de Marimanya a un âge ZHe in situ formant une population très dispersée entre 10 et 75 Ma autour d'un pic à environ 42 Ma. Par ailleurs, comme dans les échantillons précédents, des pics Crétacés antérieurs à la collision alpine sont également observables. L'âge conventionnel estimé est centré sur un âge à 44.7±2.7 Ma, soit légèrement plus ancien qu'avec la méthode in situ. Les ZFT montrent une forte dispersion et deux populations à 62.8±5.3 Ma et 111±8.5 Ma, respectivement. La population la plus jeune s'étend entre 30 et 95 Ma.

La base du massif de Ribérot a une population moins dispersée entre 35 et 75 Ma autour d'un pic à environ 45 – 50 Ma. Seule faible fraction des ages (< 5%) est associée à une période antérieure à la collision Alpine. La même tendance est suggérée par les données conventionnelles. En revanche, la population la plus jeune suppose le même âge qu'avec la méthode « in situ », voir des âges légèrement plus jeunes. Les âges ZFT s'étendent sur une gamme d'âge commune avec les données ZHe (entre 35 et 85 Ma) et sont centrés autour d'un pic à 57.1±2.1 Ma.

En résumé, les données ZHe in situ reproduisent convenablement les données estimées par la méthode conventionnelle. En effet, les données ZHe et ZFT enregistrent toutes deux des événements similaires (i) le fort gradient géothermique Crétacé (mieux défini par les ZFT), ainsi que (ii) l'événement Cénozoïque correspondant au raccourcissement Alpin (mieux défini par les ages ZHe). Cette nouvelle méthode permettent également la discussion plus générale autour de la dispersion des données (peu observable via la méthode conventionnelle). En effet, le nombre conséquent d'analyse par échantillon (10 – 30 mesures) permet de mieux représenter la complexité des données et le caractère multi-chronométrique du (U-Th)/He sur zircon. Par ailleurs, la

dispersion plus intense des données in situ peut-être liée à au moins deux facteurs : (i) le nombre d'analyses au total bien plus important (n = 84) qu'avec la méthode conventionnelle (n = 11) ; (ii) la zone d'analyse réduite au cœur du zircon pour la méthode « in situ », contre une mesure moyennée sur le grain pour la méthode conventionnelle.

6.8.2.2 Dépendance au contenu en Uranium effectif

L'interprétation des données dépend de multiples paramètres intrinsèques aux méthodes. L'avancée principale la plus récente a pu mettre en évidence le contrôle partiel de la diffusion de l'hélium dans les apatites par la quantité de dommages due aux radiations (Gautheron et al., 2009; Shuster et al., 2006).

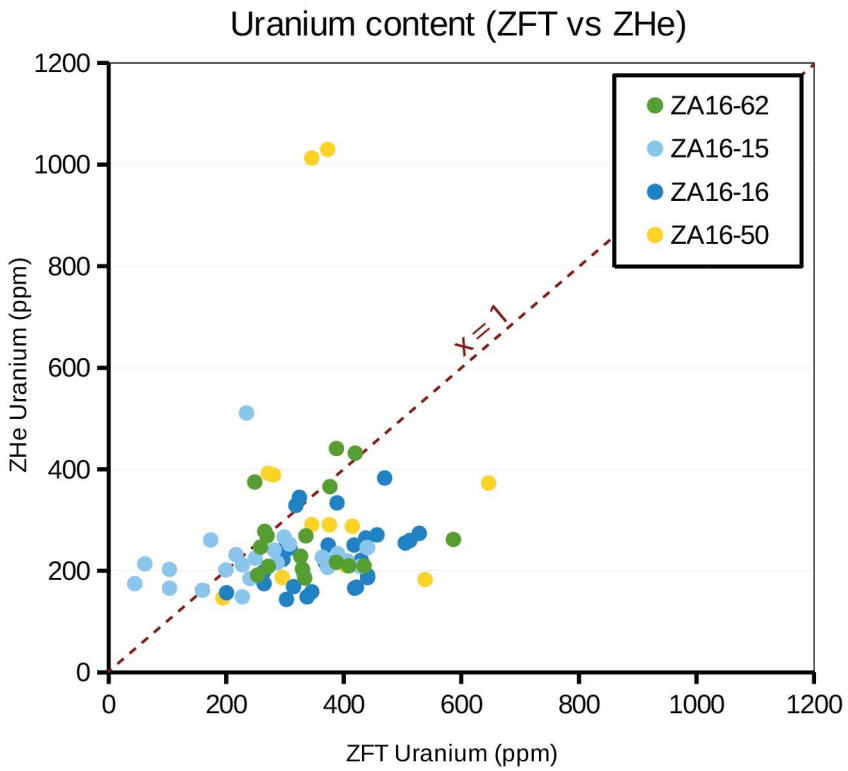


Figure 96: Comparison of Uranium content from in situ ZHe and ZFT

Pour rappel (voir partie 3), la désintégration radioactive (ou fission spontanée) de l'Uranium provoque l'éjection de particules alpha dans les zircon. Ces dernières endommagent le réseau cristallin et permettent la formation de défaut (traces de fission). Ainsi, l'augmentation de la quantité d'Uranium effectif « eU » (proportionnel aux dommages subis par les grains) induit l'augmentation de la densité en traces de fission. Ceci induit deux réponses : (i) l'interconnexion de ces défauts (traces) facilite la diffusion de l'hélium, particulièrement au-delà d'un seuil d'endommagement de 2.10^{18} alpha/g (Tc_{ZHe} diminue ; Guenthner et al., 2013) ; (ii) la multiplication des traces abaisse la température nécessaire au recuit des traces de fission (Tc_{ZFT} diminue ; Bernet and Garver, 2005). Par ailleurs, l'augmentation de la densité de traces conduit à une augmentation

de la dispersion artificielle des ages. En effet, une grande densité de trace rend le comptage des traces difficile. Par conséquent, la variation d'age ZFT et ZHe due au contenu en eU devrait être corrélée, si l'on considère les analyses effectuées sur un même grain.

L'estimation du contenu en Uranium diffère selon la méthode utilisée (traces de fission ou (U-Th)/He ; Fig. 96). En effet, le contenu varie entre 150 et 400 ppm d'après les analyses ZHe, tandis qu'il est plus dispersé et évolue entre 50 et 450 ppm selon l'estimation réalisée durant le calcul des âges ZFT. Cette variation entre les contenus estimés en Uranium est probablement tributaire de la zone d'analyse relative à chaque méthode. En effet, durant l'analyse des traces de fission, la zone étudiée est choisie doit être représentative du grain, mais reste restreinte et peut-être localisée en n'importe quel endroit. En revanche, l'ablation pour l'analyse ZHe est systématiquement centrée au cœur du zircon sur un spot de diamètre donné, mais dont la profondeur peut varier (mesurée par microscope confocal).

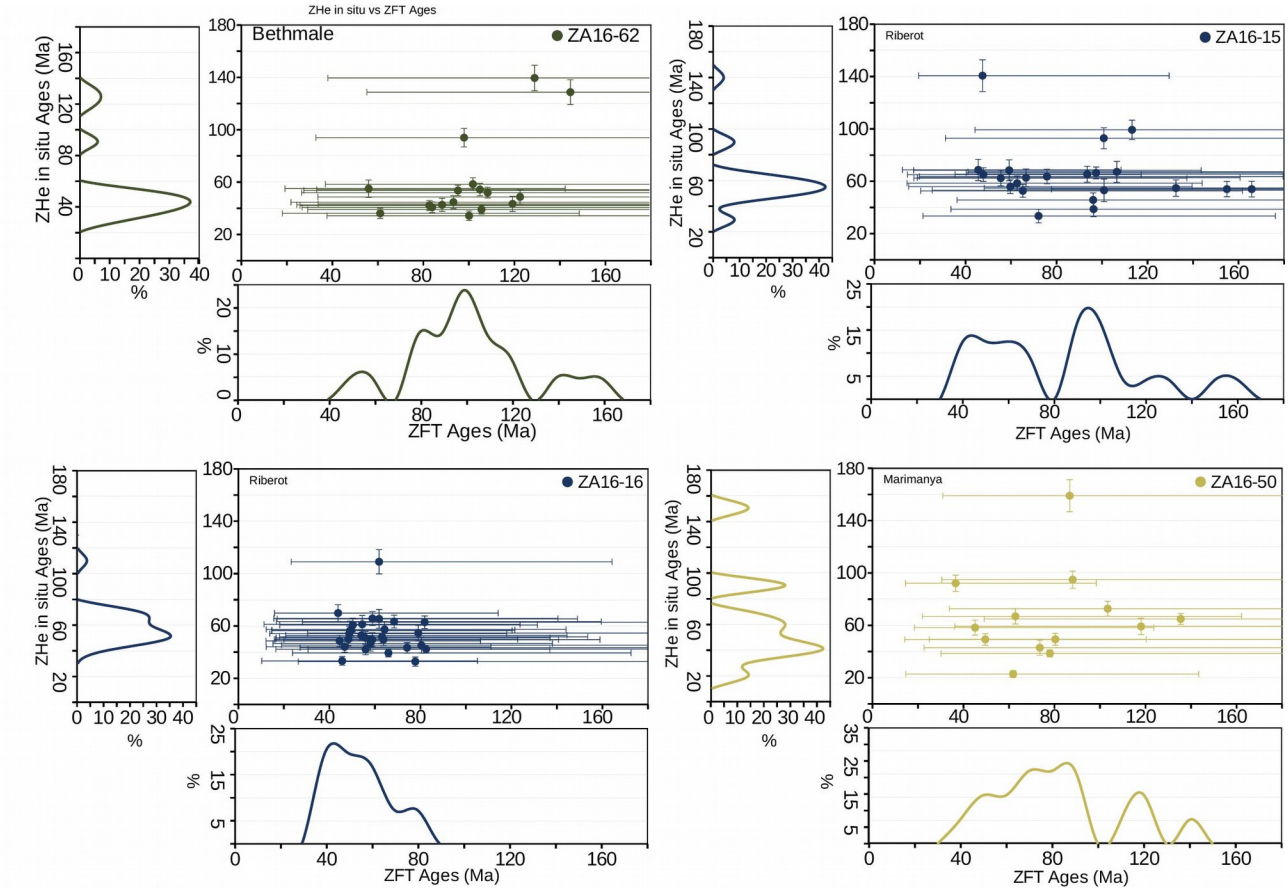


Figure 97: Dispersion of ZFT ages vs. in situ ZHe : (a) ZA16-62 from Bethmale ; (b) ZA16-15 from Riberot ; (c) ZA16-16 ; (d) ZA16-50

La dispersion observée dans les mesures ZFT est également présente dans les mesures ZHe (Fig. 95, 97). En effet, les analyses ZHe et ZFT (Fig. 97) montrent une répartition similaire des âges. De plus, l'échantillon le moins dispersé (ZA16-16) des données ZFT, montre également une

pic âge ZHe bien net (Fig. 97). Cependant, un grain de zircon correspondant à la population d'âge ZHe la plus jeune ne correspondra pas obligatoirement à la même population pour la méthode ZFT. Il est donc important de considérer ces âges comme des populations et non comme des âges individuels.

Les ages ZFT sont anti-corrélés au contenu en Uranium (Fig. 98). De plus, entre les massifs, cette corrélation suit une équation logarithmique similaire ($Age \sim 14014\ eU^{-0,92}$) quel que soit le massif plutonique. Ces derniers montrant des quantités en eU comprises entre 150 et 800 ppm. Un contenu en Uranium inférieur à 200 – 300 ppm, induit une influence plus intense de ce dernier sur les âges ZFT (Fig. 98). Cependant, la gamme de contenu en Uranium produisant cette dispersion des âges est plus restreinte pour les données ZFT que pour les ZHe (eU < 600 ppm ; Fig. 99).

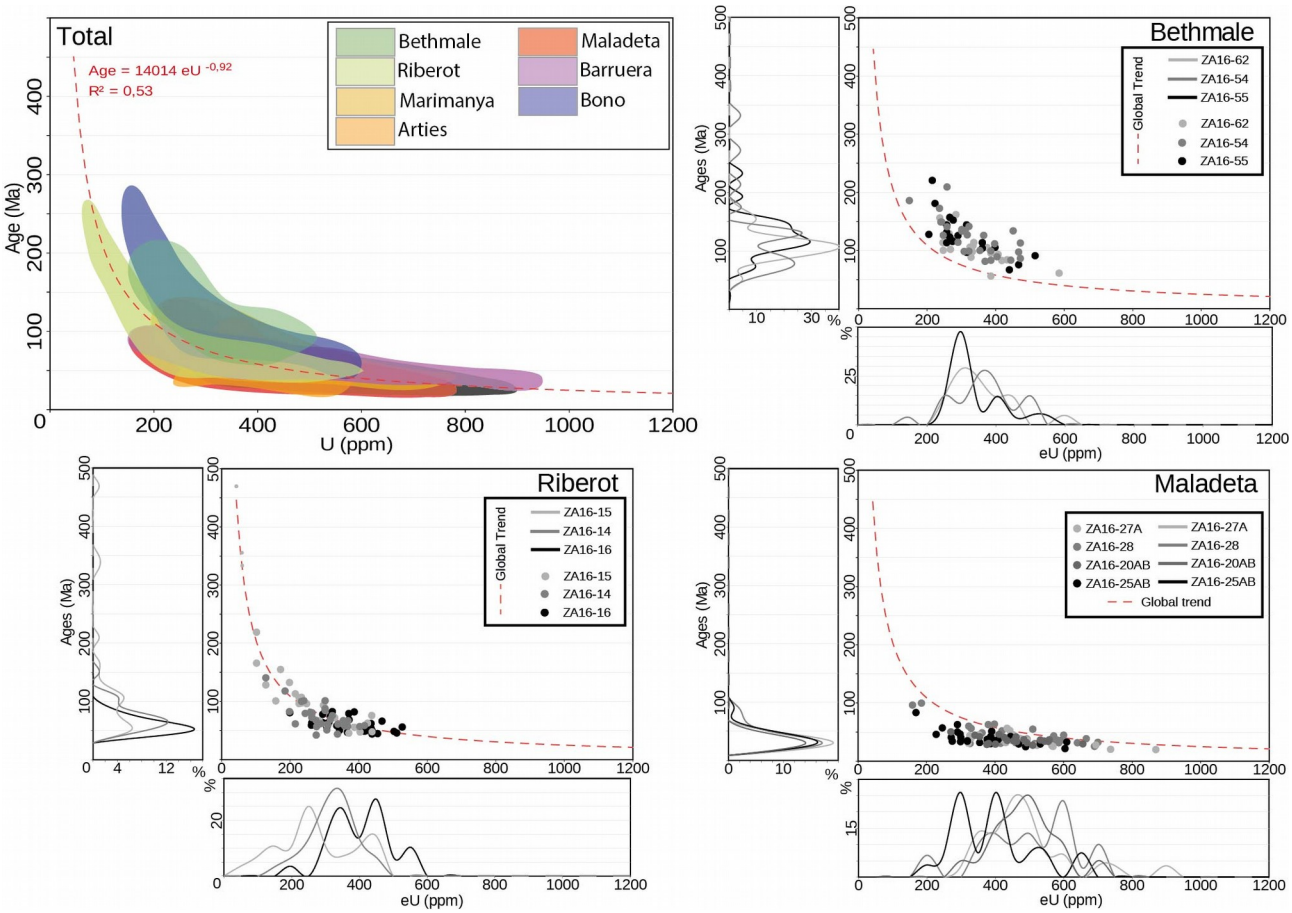


Figure 98: Dispersion of conventionnal ZHe ages dependin of external parameter (Uranium content, plutonic massif and elevation): (a) Global estimation; (b) Bethmale; (c) Riberot; (d) Maladeta

6.8.3 Discussion et conclusion

Au premier ordre la méthode (U-Th)/He in situ par ablation laser reproduit des résultats similaires, quoique régulièrement légèrement plus jeunes que ceux donnés par la méthode ZHe conventionnelle. L'éventuelle libération d'hélium durant l'irradiation et la préparation des

échantillons au comptage des traces de fission ne peut être écartée. Cette libération impliquerait, en effet, un rajeunissement des âges, voir une dispersion plus importante. Cependant, cela permet de discuter de la dispersion des données et, in extenso, du caractère multi-thermochronologique des ZHe (datation de ~ 20 zircons, contre 5 grains analysés en ZHe conventionnel).

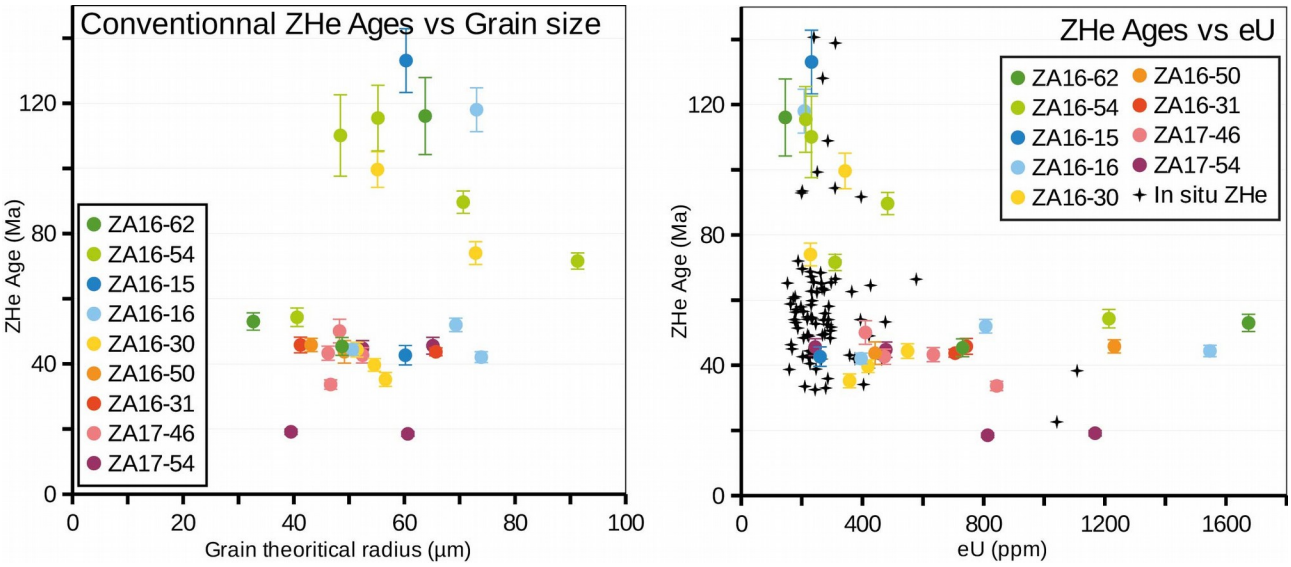


Figure 99: Dispersion of conventionnal ZHe ages depending of external parameters: (a) Grain theoretical radius; (b) Effective Uranium

Les âges ZHe in situ montrent une population d'âge principale (< 83 Ma) correspondant au raccourcissement alpin, à l'instar de la zone Nord Pyrénéenne (Ternois et al., 2019). Le contenu en eU n'affecte que faiblement la répartition des âges contrairement aux résultats de la méthode conventionnelle. En effet, la méthode conventionnelle est fortement affectée par la quantité en Uranium effectif (eU) et montre régulièrement des âges communs entre les données ZFT et ZHe. Ainsi, les données permettent de représenter une gamme de températures de fermeture communes entre les deux méthodes. Par ailleurs, les données bibliographiques sur AFT (Gibson et al., 2007) montrent également quelques âges similaires à ceux obtenus via la méthode ZHe. La gamme de température de fermeture des ZHe couvre une partie de celle associée aux traces de fission sur apatite et zircon. La faible dispersion en eU et les âges « in situ » pourraient-être attribués au ciblage d'une zone d'ablation limitée (cœur du grain). Cependant, les analyses in situ montrent des quantités en eU (Fig. 99) correspondant à la gamme associée à une forte dispersion des âges ZHe. Ceci peut en partie expliquer la dispersion légèrement plus intense observée sur nos données ZHe in situ.

7 Discussion Générale

Les conditions observables, associées la compression Alpine dans la Zone Axiale des Pyrénées, sont favorables à la formation de phyllosilicates (minéraux plus faibles) en faciès schiste vert (< 300°C). Pour une fraction importante de phyllosilicates, la déformation de ces roches conduit généralement à la formation d'IWL (Handy, 1994). L'interconnexion de ces zones riches en phyllosilicates implique une déformation des roches majoritairement accommodée par GBS (Grain Boundary Sliding), mais également la mise en place d'un régime cassant-ductile à plus grande échelle (cf. Partie 4).

L'activité et la formation de ces phyllonites est datée via diverses méthodes géochronologiques (Ar-Ar, K-Ar, Rb-Sr..), dans différents plutons de la ZA, de la période Mésozoïque jusqu'au début du Cénozoïque (Abd Elmola et al., 2018a; A.M McCaig et al., 2000a; McCaig and Miller, 1986; Monie et al., 1994; Wayne and McCaig, 1998). Cependant, l'intense déformation de ces roches conduit à la réduction de la taille des minéraux (< 50 µm). L'irradiation de ces minéraux, nécessaire aux méthodes conventionnelles de datation Ar-Ar, conduit à la perte d'une partie de l'argon. Ainsi, le développement d'une méthode de datation au K-Ar in situ sur de fins micas blancs (cf. Partie 5) permet d'éviter le recul de l'argon. Cette méthode permet alors de mieux contraindre les périodes d'activation (ou altération) des phyllonites de la ZA pour des températures de l'ordre de 250 – 350°C (dépendant de la taille des grains). De plus, l'ablation au laser UV permet un contrôle textural direct sur nos données et facilite leur interprétation, en particulier sur les roches les plus déformées. Les données K-Ar in situ acquises sur plusieurs zones de cisaillement phyllonitiques dans le massif de Bielsa (Ouest de la ZA ; Fig. 1, 59) contraignent l'apparition des premiers mica blancs dès le Permien, et confirme l'activation (ou/et un métasomatisme tardif) des ces phyllonites durant la collision Alpine. Par ailleurs, ces résultats sont supportés par des datation récentes, dans le massif de Bielsa, mettant en évidence plusieurs phases de circulation hydrothermales durant la période Mésozoïque à Cénozoïques (Airaghi et al., in review).

Les données thermochronologiques mettent en évidence plusieurs phases orogéniques. Vers 65 Ma, un refroidissement associé à une exhumation lente est enregistré respectivement à 5 – 10 °C/Ma et ~ 0,2 km/Ma sur l'ensemble de la ZA (en particulier les bordures N-S) et perdure jusqu'à environ 40 Ma. Pendant cette période, l'exhumation tend à migrer vers le sud de la Zone Axiale et est enregistrée vers 50 Ma par Barruera. Durant l'Oligocène, l'exhumation accélère et se trouve centrée sur le massif de Maladeta. Cette dernière est enregistrée avec des taux de refroidissement et d'exhumation à ~ 30 °C/Ma pour 800 m/Ma. Cette phase stoppe vers 30 – 32 Ma avec un faible

refroidissement sur toute la ZA jusqu'à l'exhumation post-orogénique. Par ailleurs, la mise en relation des enregistrements thermochronologiques avec des estimations de paléo-enfouissement permet d'évaluer un gradient géothermique hérité du rifting Crétacé dans le nord de la Zone Axiale. Ce gradient évolue à partir d'environ 48±20 °C/km à la période syn-rift, et reste plus élevé que la normale durant les premiers stades de collision Alpine.

Les données thermo(geo)chronologiques et (micro)structurales acquises peuvent permettre de déduire la part de la déformation Alpine dans le prisme Pyrénéen actuel. En effet, l'identification des processus facilités par l'héritage (structural ou thermique) à petite échelle permettent d'estimer le régime de déformation durant le raccourcissement Alpin des Pyrénées. De plus, les données thermochronologiques disponibles permettent de (i) reconstruire la séquence d'exhumation des massifs, (ii) facilitent l'identification des structures en causes et (iii) permettent de mettre en évidence l'évolution du gradient géothermique. Par ailleurs, les variations de vitesse de refroidissement peuvent également suggérer un changement global de régime de déformation.

7.1 Héritage thermique et interprétations thermochronologiques

L'héritage thermostructural observé dans les Pyrénées (e.g. gradient géothermique, épaisseur crustale, failles, schistosité..) permet de faciliter la localisation de la déformation sur des zones affaiblies. Par ailleurs, les données publiées (Fitzgerald et al., 1999; Morris et al., 1998; Yelland, 1991) suggèrent un héritage thermique lié au rifting Albo-Cenomanien conservé durant l'initiation de la phase Alpine de collision. Cependant, cet héritage est souvent restreint sur la zone nord pyrénéenne (Vacherat et al., 2014).

Les données thermochronologiques acquises sur la ZNP suggèrent des gradients géothermaux allant jusqu'à 80°C/km durant la période Crétacé. Dans la ZA, en plus des enregistrement orogéniques Cénomaniens, la majorité des massifs (Bethmale, Bono, ainsi que les sommets de Ribérot et Marimanya) montrent des populations d'ages ZFT/ZHe pré-convergence Alpine (> 83 Ma) avec un pic appartenant au Crétacé moyen (**Fig. 92 ; 89**). Par ailleurs, le faible taux d'Uranium des zircons les plus anciens implique des températures de fermeture plus élevées et permetent donc l'enregistrement d'événements plus anciens. Ainsi, les ages pré-convergence enregistrés dans les massifs, principalement au nord de la ZA, montrent une bonne correspondance avec le rifting Crétacé. Durant cette période, les massifs nord (notamment Bethmale) constituent une épaule sur la marge sud du rift et montrent un faible enfouissement marqué par les restes de roches Trias. De plus, les inversions thermales dans l'unité de Gavarnie (soit à proximité de la ZNP ; **Fig. 91e, f**) montrent un refroidissement lent d'environ 1.4 °C/Ma entre 110 et 60 Ma. En

tenant compte du contexte, ce refroidissement est interprété comme l'expression d'une dénudation syn-rift marqué par la discordance Cénomanienne sur les roches Paléozoïques jusqu'à 90 Ma (**Fig. 90a** ; principalement visible à l'ouest de Bethmale). Par la suite, il est interprété comme une relaxation thermale post-rift d'un fort gradient géothermique hérité du rifting entre 90 et 70 Ma avant l'initiation de l'exhumation liée au raccourcissement Alpin (Mouthereau et al., 2014). Cependant, les données disponibles (comme la population ZFT Crétacé du massif de Bono) ne permettent que peu l'observation du refroidissement Crétacé au-delà de l'unité de Gavarnie. Dans le massif de Maladeta aucun age Crétacé n'est mis en évidence. Ceci est certainement dut à l'érosion Éocène, qui aura provoqué l'érosion des roches portant un signal Crétacé.

Avant la dénudation Crétacé, les échantillons de Bethmale et Ribérot étaient probablement enfouis sous quelques kilomètres de couverture sédimentaire (comme le supposent les roches Trias qui affleurent à l'est du massif de Ribérot ; **Fig. 90a**). Puisqu'il n'existe plus de couches correspondant au Jurassique et au Crétacé inférieur dans la ZA, leur absence à l'aplomb de Bethmale et Ribérot est également supposée durant la période syn-rift. Ceci nous permet donc d'estimer un paléo-enfouissement mid-Crétacé à environ 5±1 km (voir reconstruction **Fig. 94**). Grâce à ces estimations et en considérant une température de fermeture des ZFT de l'ordre de 240±20 °C, le gradient géothermique correspondant au massif de Bethmale a pu être évalué à 48±25 °C/km avec les incertitudes relatives aux estimation d'épaisseur de la couverture et de la température de fermeture. Ceci nous permet donc d'obtenir une première estimation du gradient géothermique hérité dans la ZA des Pyrénées. Ce dernier est relativement élevé, mais reste en dessous de celui estimé dans la ZNP, i.e. le centre du rift, à 80 °C/km (Vacherat et al., 2014).

Le massif de Ribérot, à l'instar de l'entièreté de la ZA, n'a probablement pas subit d'enfouissement successif au dépôt de sédiments après la période mid-Crétacé puisque des refroidissements allant du Crétacé supérieur au Paléocène sont enregistrés par les ZFT en plusieurs points de la ZA (**Fig. 92**). Durant la période Paléocène dans le massif de Ribérot, un enfouissement d'environ 6±1 km est déterminé (voir plus haut et **Fig. 93**). Ainsi, le gradient géothermique de Ribérot durant la première phase de collision Alpine était probablement encore plus élevé que la normale et encore affecté par l'héritage du rifting Crétacé. Ce gradient hérité a donc pu être préservé dans le nord de la ZA jusqu'au premières phases de collision (Crétacé supérieur à Paléocène).

Les données ZFT peu dispersées du massif de Maladeta ne permettent pas l'enregistrement du refroidissement Crétacé – Paléocène (et donc d'estimation de gradient géothermique) montré par la modélisation QTQt des autres massifs plutoniques (**Fig. 91**). Ainsi, le massif de Maladeta a

probablement résidé plus longuement en profondeur que les autres massifs du profil ECORS-Pyrenees. Si l'on considère les observations micro- (e.g. recristallisation dynamique et migration de joint de grains du quartz) ou macroscopique (comme les zones de cisaillement), ainsi que les données de spectroscopie Raman (RSCM) de la vallée de la Pallaresa (estimation de Tmax à environ 350 °C ; Cochelin et al., 2018), le massif de Maladeta a pu atteindre une plus forte température (estimées communément à 300°C) et un enfouissement plus conséquent que les autres plutons. La couverture Paléozoïque initiale est estimée à environ 6 km dans la partie sud du massif de Maladeta. A cela viennent s'ajouter les dépôts du bassin d'Organya (possiblement ~4 km) durant l'extension Mésozoïque et le chevauchement de l'unité de Gavarnie sur celle de Orri (Metcalf et al., 2009). Ceci permet donc l'estimation d'une paléoprofondeur d'environ 10-11 km avant le pic d'exhumation à la transition Eocène-Oligocène (**Fig. 94**).

La spatialisation et la reconstruction du évolution des gradients géothermiques est primordiale afin de pouvoir évaluer la part de refroidissement due à l'exhumation des roches. En effet, la baisse du gradient normal induit un refroidissement sans mouvement vertical, et peut alors légèrement accentuer une éventuelle exhumation enregistrée sur la même période. Par ailleurs, la restauration de ces gradients nécessite l'estimation d'une paléo-profondeur associée au massif pour une période donnée, mais également l'estimation d'une température de fermeture pour la méthode associée (principalement ZFT et ZHe pour la thermicité associée à l'initiation de la collision). Comme détaillé précédemment (cf. Partie 6 Thermochronologie), la température de fermeture des thermochronomètres sur zircon est dépendante de l'endommagement des zircons par projection α lié à la désintégration de l'Uranium effectif (eU). Cette température dépend donc de deux facteurs, la quantité initiale d'Uranium effectif et l'âge des zircons. La période de formation de ces minéraux, et par extension des plutons, est donc une donnée importante. Dans la chaîne Pyrénéenne, les plutons sont formés durant la période tardi-Varisque et n'ont pas subi de températures supérieures à 300°C après leur mise en place. Ainsi, l'âge des massifs et leur histoire thermique (impliquant un faible recuit des défauts) suggère une température de fermeture plutôt basse, estimée à 240±20 °C pour les ZFT (Bernet, 2009).

Le fort gradient géothermique Crétacé associé au nord de la Zone Axiale permet l'enregistrement ZFT des premières phases d'exhumation malgré un enfouissement limité. La forte thermicité causée par le rifting est également associée à plusieurs épisodes de circulation hydrothermale. L'extension Mésozoïque pourrait avoir permit l'infiltration de saumures dans les structures pré-existantes pour une expulsion durant les premières étapes d'inversion. Par ailleurs, ces flux favorisent les transferts de chaleurs marqués par la thermicité Mésozoïque et induisent un métasomatisme en sub-surface.

7.2 Impact rhéologique de l'héritage et styles de déformations impliqués

Ce métasomatisme de basse température induit la formation de phyllosilicates probablement facilitée par la circulation de fluides le long du contact Socle-Trias (Fig. 59). Les datations disponibles (McCaig and Miller, 1986) suggèrent l'activation de zones de cisaillement (e.g. Mérens et Lladorre shear zone) en failles « localisées » (Cochelin et al., 2018) durant la collision Alpine. Cependant, ces zones montrent un cisaillement diffus sur quelques centaines de mètres dans les roches Paléozoïques. Cette déformation pourrait-être facilitée par le glissement inter-couches particulièrement dans les roches schisteuses riches en phyllosilicates.

A échelle microscopique, le processus de déformation est principalement dépendant de la fraction en phyllosilicates. En effet, dans les roches quartziques, les processus en cause sont centrés sur la déformation interne et la recristallisation dynamique du quartz (Bulging, rotation de sous-grains, voire migration de joint de grains). En revanche, les roches comportant une fraction plus importante en phyllosilicates (e.g., micaschistes) permet la formation d'un réseau interconnecté et favorise le glissement intergrain sur le plan <001>, la déformation ductile, ou encore la cataclase de ces minéraux.

Par ailleurs, plusieurs zones de cisaillement sont également observables dans les massifs plutoniques ponctuant le socle (méta)sédimentaire Paléozoïque de la Zone Axiale. L'analyse des déformations internes aux plutons de Maladeta et Bielsa (cf. Partie 4) montre une variabilité significative des processus d'accommodation de la déformation. Cette dernière est liée à la pétrologie initiale et aux conditions P-T, mais surtout au passage de flux hydrothermaux dans les structures existantes. Ces fluides permettent principalement la déstabilisation des feldspaths au profit d'agrégats de fins micas blancs (< 50µm). Par un phénomène de pompage sismique et de dilatance (A.M McCaig et al., 2000a), les fluides sont initialement stockés dans les structures (notamment les niveaux de Permo-Trias). Puis, leur circulation dans la roche est ensuite induite par la compression Alpine, qui facilite la déformation de la roche par l'interconnexion des agrégats et permet l'évacuation d'une partie de l'argon contenu dans les minéraux.

Les roches de Bielsa (et plus généralement des massifs de l'ouest de la Zone Axiale) permettent la formation de zones de cisaillement phyllonitiques par l'interconnexion des agrégats de micas blancs durant la compression Alpine. Ainsi, à l'instar des micaschistes Paléozoïques, les cisaillements inverses de Bielsa font intervenir des processus d'accommodation centrés sur les phyllosilicates. En revanche, Maladeta montre principalement des zones de cisaillement mettant en évidence une accommodation centrée sur la déformation des quartz (recristallisation dynamique et

déformation interne), ainsi qu'un processus de cataclase global induit par la prépondérance de feldspaths (plus ou moins altérés).

La part de déformation distribuée à grande échelle est donc mise en évidence par le refroidissement lent enregistré durant premières phases de collision (voir Partie 6), mais également par l'activation en parallèle de plusieurs zones de cisaillement (voir Partie 5). Les premiers stades de déformation Alpine enregistrent un refroidissement lent dans le nord de la ZA (~2 °C/Ma). Ce dernier est associé à une dénudation des épaules de rift correspondant aux massifs les plus au nord de Gavarnie (e.g. Bethmale). Les faibles vitesses d'exhumation associées à la baisse graduelle du fort gradient thermique hérité permettent de supposer une relaxation thermique post-rifting Albo-Cénomanien (à partir d'environ 90 Ma), mais également une déformation interne distribuée de l'unité de Gavarnie durant les premières phases de raccourcissement. Vers 65 Ma, le refroidissement accélère légèrement dans la partie nord de Gavarnie (~ 5 – 10 °C/Ma) suite à la suture du domaine du rift à environ 75-70 Ma. Vers 50 Ma, la déformation est enregistrée par l'unité de Orri (e.g. Barruera) jusqu'à environ 40 Ma. Cette lente exhumation continue de la ZA (~ 200 m/Ma) et sa migration vers Maladeta est enregistrée dès les premières phases de convergence Alpine (Fig. 100).

Entre 37 et 32 Ma, cette déformation lente et distribuée est suivie d'une forte accélération de l'exhumation (~ 800 m/Ma) uniquement enregistrée clairement par le massif de Maladeta. Cette période marque le passage d'une déformation distribuée à une localisation sur le système chevauchant de Rialp, Morreres et Sierra Marginales jusqu'à ~24Ma. Cependant, d'environ 55 à ~36 Ma, la déformation distribuée est également contemporaine à l'activation du système Orri-Montsec.

Le raccourcissement distribuée de la Zone Axiale mise en évidence de 75-70 à 40 Ma est difficile à estimer. La reconstruction séquentielle (cf. Partie 6) de la collision alpine le long du profil ECORS-Pyrénées permet d'estimer un raccourcissement de 20 km au moins (environ 22 % du raccourcissement total syn-collisionel). L'estimation de cette valeur est principalement calqué sur le déplacement initialement attribué au chevauchement de Gavarnie-Boixols de 72 à 65 Ma en conservant le raccourcissement estimé par les restaurations précédentes (Mouthereau et al., 2014). Le long du profil étudié, le raccourcissement enregistré sur les chevauchements dans la ZSP (Boixols, Montsec..) limitent par extension celui attribué à leur prolongation dans la ZA (Orri, Rialp..). Ainsi, afin de conserver l'enfouissement de Maladeta sous l'unité de Gavarnie jusqu'à l'Oligocène, une forte déformation interne est proposée depuis les premières phases de collision fin Crétacé jusqu'à mi-Eocene. Par ailleurs, les enregistrement thermochronologiques continus dans la ZA montrent une déformation distribuée sur Gavarnie entre 65 et 50 Ma (Fig. 100), malgré la

période de quiescence tectonique (Grool et al., 2018; Rosenbaum et al., 2002). La période dite « de quiescence » dans les Pyrénées correspond donc peut être à une phase de déformation distribuée dans la Zone Axiale.

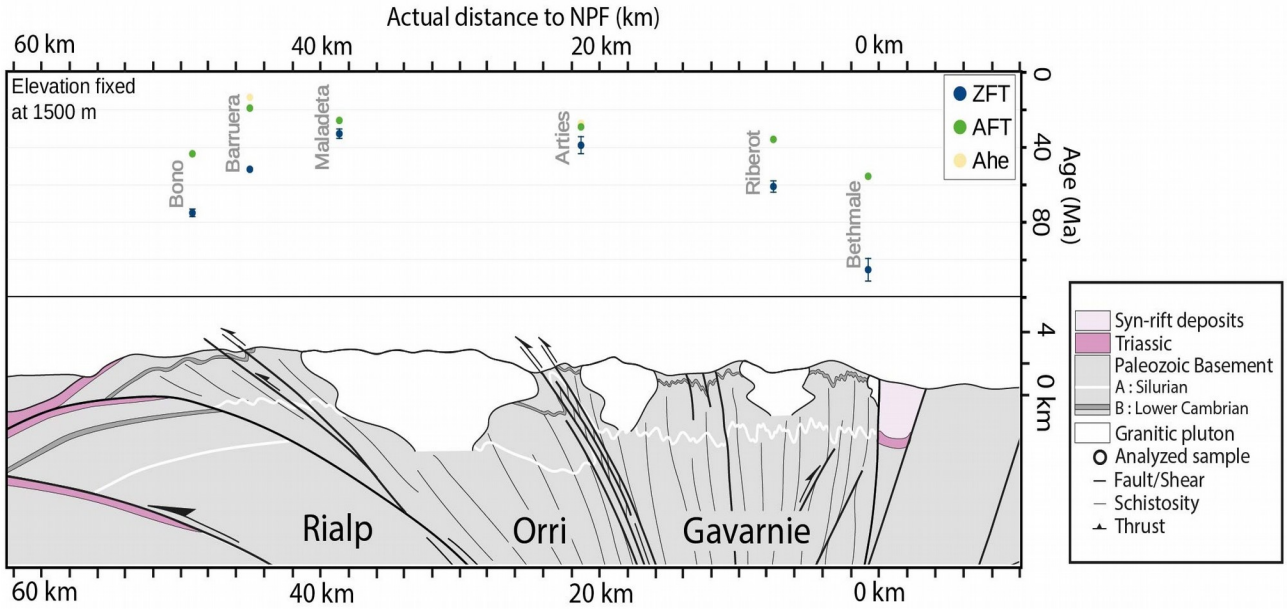


Figure 100: Evolution des enregistrements thermochronologiques en fonction de leur distance actuelle à la faille nord Pyrénéenne (axe-X). Les données thermochronologiques sont normalisées à une altitude de 1500 m et les données sont également basée sur Fitzgerald et al. (1999), Sinclair et al. (2005), et Gibson et al. (2007)

7.3 Continuité latérale

D'est en ouest, les paramètres contrôlant la rhéologie de la Zone Axiale (l'héritage structural, les conditions P-T, voir la pétrographie) changent. Par ailleurs, les reconstructions cinématique de la plaque Ibérique (Jammes et al., 2009; Olivet, 1996) et les données thermochronologiques attestent également d'une progression vers l'ouest de la déformation durant la suture du rift et, in extenso, la collision Alpine. De plus, les restauration récentes (Espurt et al., 2019; Grool et al., 2018; Mouthereau et al., 2014; Teixell et al., 2018) montrent également une diminution du raccourcissement vers l'ouest. En excluant l'accommodation par la subduction du domaine distal du rift, ces estimations montrent un raccourcissement de 111 km à l'est (Grool et al., 2018), à 92 km le long du profil ECORS-Pyrénées (Mouthereau et al., 2014), et de 71 km pour le profil ECORS-Arzacq (Espurt et al., 2019; Teixell et al., 2018). Ces variations de raccourcissement affectent potentiellement les vitesses d'exhumation. Ces différences peuvent également, en partie, conduire à des variations dans les processus d'accommodation à petite échelle (e.g. GBS des micas blancs, cataclase des quartz et feldspaths) voire modifier le régime de déformation à plus grande échelle (accommodation distribuée/localisée).

Dans notre zone d'étude, les analyses structurales disponibles mettent en évidence une baisse notable des valeurs de pendage entre les structures du centre de la ZA correspondant à notre reconstruction (~ 75N), et celles associées au profil ECORS-Pyrénées (~ 50N) à 10 km vers l'Est

(cf. Partie 4 et 6 ; Cochelin et al., 2018). Cette verticalisation des pendages peut également permettre un blocage et une réduction de l'implication des structures locales le long de notre reconstruction (e.g. chevauchement de Gavarnie, prolongement de la faille/cisaillement de Lladorre) dans l'accommodation du raccourcissement, et ce au profit d'une déformation distribuée des unités tectoniques. A cette courte distance, la séquence d'activation des chevauchements, ainsi que le timing d'exhumation, est conservée. Vers le profil ECORS-Arzacq (Ouest), l'initiation du refroidissement orogénique est enregistrée entre 72 et 60 Ma par les ZHe de Bordères-Louron (unité de Gavarnie-Lakhora), tandis que les ZFT permettent d'observer un enregistrement Crétacé (~95 Ma) associé au fort gradient géothermique post-rift. Au sud de l'unité de Lakhora (Fig. 1), le massif de Néouvielle montre un enfouissement sous des dépôts turbiditiques et l'unité de Lakhora entre 55 et 46 Ma (Bellahsen et al., 2019). Le refroidissement de Néouvielle, enregistré par les ZFT (Bellahsen et al., 2019 ; Pik et al., in prep), met en évidence l'initiation de l'exhumation avant 47 – 46 Ma. Celle-ci est lente puisque contemporaine à la fin de l'activité du chevauchement de Lakhora, puis accélère vers 45 – 40 Ma par un déplacement sur le chevauchement de Gavarnie. Ce dernier contribue à un enfouissement de l'unité de Guarga-Bielsa jusqu'à environ 35 Ma. A cette période, l'exhumation de Bielsa (unité de Guarga-Bielsa) et l'unité de Gavarnie débutent leur exhumation commune depuis des températures maximales estimées à ~ 250°C pour Bielsa (Bellahsen et al., 2019) et ~310 °C pour Néouvielle (Pik et al., in prep). Ces phases impliquent l'activité de plusieurs chevauchements : (i) un début d'ativité à 55 Ma pour le chevauchement de Lakhora ; (ii) Suivit de l'activité du chevauchement de Larra vers jusqu'à 45 – 40 Ma (Teixell, 1996) ; (iii) une activité de 45 à 35 – 30 Ma pour le chevauchement de Gavarnie ; (iv) un déplacement de 35 Ma jusqu'à au moins 30 – 25 Ma pour celui de Guarga. La séquence d'exhumation enregistrée sur la partie ouest des Pyrénées est donc 15 à 20 Ma plus jeune. De plus, la première phase d'exhumation lente et distribuée n'y est pas enregistrée. Cette absence de données pourrait s'expliquer par le plus faible enfouissement de cette zone. En revanche, cette déformation est principalement mise en évidence par la datation de zones de cisaillements début Eocene (e.g. cisaillement des Eaux-chaudes daté à 48 Ma par Wayne and McCaig, 1998).

Ainsi, la datation de ces zones de déformation distribuées notamment observables dans les massifs plutoniques de la Zone Axiale, permet de souligner et d'apporter des contraintes sur la première phase d'exhumation lente observée durant la collision Alpine. Dans le massif de Bielsa (Fig. 1, 59), les datations K-Ar in situ (cf. Partie 5) mettent en évidence une réouverture du système argon durant la période Mésozoïque, voire Cénozoïque (Airaghi et al., in review). Ces données sont interprétées comme des épisodes de circulation hydrothermale ou l'activation de zones de cisaillement phyllonitiques inverses formées dans des structures tardi-Varisques (vers 270 Ma). Par

ailleurs, l'extension de ces datations aux métasédiments Paléozoïques pourrait permettre de mieux contraindre les premières phases d'exhumation, ainsi que la progression de la déformation distribuée dans la ZA en général.

7.4 Nouvelles implications pour la reconstruction séquentielle relative à la collision Alpine

Les restaurations correspondant au transect étudié dans le centre de la Zone Axiale (10 km à l'ouest du profil ECORS-Pyrénées) impliquent plusieurs modifications par rapport aux modèles précédents (e.g., Roure et al., 1989; Munoz et al., 1992; Mouthereau et al., 2014; Cochelin et al., 2018). En profondeur, notre reconstruction séquentielle est principalement basée sur les études sismiques récentes (Chevrot et al., 2018). Le raccourcissement total utilisé provient des reconstructions récentes correspondant au centre de la Zone Axiale (Mouthereau et al., 2014), mais est réparti différemment par rapport aux modèles « classiques ». Ainsi, durant la déformation Alpine, le raccourcissement attribué à chaque structure est majoritairement basé sur les enregistrements géologiques de la zone sud Pyrénéenne (e.g. Meigs et al., 1996 ; Deramond et al., 1993 ; Bond & McClay, 1996), mais également sur le set de données thermochronologique disponible sur la ZA. Ceci diminue alors la contribution de ces structures au raccourcissement Alpin et permet de considérer un raccourcissement distribué évalué à 20 km. En accord avec des publications plus récentes (Cochelin et al., 2018), la reconstruction proposée (Partie 6) suppose également une rotation limitée des structures de la ZA en comparaison des modèles « classiques ». Ces derniers montrent un antiformal stack (empilement des unités tectoniques) plus prononcé, tandis que sur notre reconstruction ce processus est principalement associé au sous-placage de l'unité de Rialp après 40 Ma. Afin de permettre la verticalisation de la faille nord pyrénéenne, l'activation de zones de cisaillement dans l'unité de Gavarnie est alors proposée (Fig. 94).

Comme évoqué plus haut, les données thermochronologiques ZFT permettent de plus clairement définir une première période de déformation distribuée sur l'ensemble de la Zone Axiale. Cette dernière remplace le raccourcissement initialement localisé sur le chevauchement de Gavarnie (e.g. Roure et al., 1989 ; Munoz et al., 1992 ; Mouthereau et al., 2014). En effet, les enregistrements thermochronologiques continus répartis le long du profil ECORS-Pyrenees ne vont pas dans le sens d'une migration de la déformation vers le sud (Sinclair et al., 2005), mais supportent une exhumation de l'ensemble de la Zone Axiale de la fin Crétacé à l'Eocene. Cette dernière est supportée par l'activation de multiples zones de cisaillement au sein de la ZA sur la même période (McCaig & Miller, 1986; Wayne & McCaig, 1998; Airaghi et al., in review), ainsi que par le contexte thermal hérité de la période de rifting (mis en évidence par les populations ZFT syn-rift ;

Fig. 92) favorisant également le développement d'un régime de déformation plus ductile. Les taux d'exhumations lents, ainsi que l'absence d'enregistrement structural clair, rendent la déformation distribuée complexe à contraindre. Ainsi, il peut en résulter l'interprétation d'une période dite « de quiescence » dans la séquence de formation du prisme orogénique.

Ce type de déformation « distribuée » ou « multi-localisée » (plusieurs structures actives sur une même période) ne se limite pas au prisme orogénique Pyrénéen. En effet, dans le socle des massifs cristallins externes (ECMs) des Alpes (massif du Mont Blanc, d'Oisans et les Grandes Rousses) plusieurs zones de cisaillement sont observables (Steck et al., 1997). Par ailleurs, leur activité est supportée par la présence d'anticlinaux dans les roches de la couverture (Bellahsen et al., 2014). Les conditions associées à la circulation de fluide dans les cisaillements (correspondent à un pic thermique ~ 400°C ; Simon-Labric et al., 2009 ; Bellanger et al., 2015), ainsi que la reconstruction thermostructurale des massifs, permet de situer leur période d'activité entre 32 à 25 Ma (Boutoux et al., 2016). Cette déformation distribuée correspond donc également à une phase précoce du raccourcissement, et est ensuite localisée sur les rampes crustales vers 25 Ma, permettant une exhumation de ces roches à l'avant du prisme (Van der Beek et al., 2010). Par ailleurs, la répartition spatiale N-S de la déformation distribuée suppose un contrôle significatif par l'architecture héritée de la marge (Bellahsen et al., 2014). Dans la chaîne Himalayaenne, le système de détachement sud-Tibétain (STDS) montre également la formation de larges (~ 1 km) zones de cisaillement durant les premiers stades de raccourcissement. La datation par U-Th-Pb sur monazites montre une activité de ces structures à au moins 20 Ma, puis recoupée par la suite par une série de déformation cassantes plus localisées (Cottle et al., 2007). Des séquences similaires sont également observables dans les orogènes plus chaudes et anciennes. Dans les Caledonides d'Ecosse, et plus particulièrement dans les Highlands, les données U-Pb sur apatites montrent une distribution globale de la déformation (fin Ordovicien-Silurien) durant ~35 Ma avant d'être à nouveau localisée sur le chevauchement de Moine (Jewison et al., submitted). Dans la partie Est de la Cordillère des Andes, les données thermochronologiques montrent également une déformation distribuée avec une progression en séquence vers la partie Sub-Andéenne (de 37 à 26 Ma ; Eichelberger et al., 2013), suivie par la localisation de la déformation sur une rampe crustale vers 18-15 Ma. Par ailleurs, dans le sud de la Californie, les données thermochronologiques provenant de la Western Transverse Range montre également une délocalisation sur plusieurs failles et montrent des taux d'exhumation relativement lents (~110 m/Ma) similaires à ceux rencontré dans la ZA des Pyrénées (Meigs et al., 2003). La déformation distribuée, sous la forme de zones de cisaillement, est donc régulièrement associée aux premières étapes de formations du prisme orogénique, lorsque les conditions sont le plus propice à leur apparition (P-T, hydratation, vitesse de raccourcissement).

8 Conclusion Générale

Cette étude pluridisciplinaire focalisée sur le centre de la Zone Axiale s'appuie sur un set de données thermochronologique BT (19 ages ZFT, 3 AFT, 6 ZHe) couplé aux datations disponibles (Fitzgerald et al., 1999; Gibson et al., 2007; Metcalf et al., 2009; Sinclair, 2005), ainsi que sur une étude structurale multi-échelle. Cette dernière vise à détailler les processus d'accommodation actifs durant la collision Alpine et permet ainsi d'affiner le développement de nouvelles méthodes de datation thermochronologique (triple datation ZFT, ZHe, U-Pb) et géochronologique (K/Ar insitu sur des agrégats de micas fins < 50 µm).

Les données acquises permettent de mettre en évidence une séquence constituée de plusieurs grandes phases de refroidissement et d'exhumation : (i) L'enregistrement des traces de fission sur zircon sur la partie nord de Gavarnie suggère un fort héritage géothermique (~ 48±25 °C/km) associé au rifting Albo-Cénomanien, qui perdure durant les premières phases de collision Alpine (~ 65 Ma). (ii) Les thermochronomètres sur zircon permettent également de contraindre les premières phases d'exhumation et de définir une accélération du refroidissement vers 65 Ma (passage de ~ 2°C/Ma à 5 – 10 °C/Ma) dans les plutons de l'unité de Gavarnie. Au regard des structures montrant une déformation délocalisée dans la Zone Axiale, cette déformation est interprétée comme une période de raccourcissement lente et distribuée. (iii) Entre 50 et 40 Ma, cette dernière est enregistrée par le massif de Barruera. Les données géologiques disponibles dans la zone sud pyrénéenne mettent également en évidence l'initiation du raccourcissement localisé sur le chevauchement d'Orri-Montsec. Cette période marque une transition entre une déformation distribuée lente et sa localisation sur le chevauchement d'Orri dans la ZA. Par ailleurs, l'enregistrement Crétacé des ZFT associées au massif le plus au sud (e.g. Bono) est interprété comme l'effet de la relaxation thermique associée à la fin de la suture nord-pyrénéenne sur un massif peu profond. (iv) A 40 – 37 Ma, le refroidissement s'accélère (~30 °C/Ma) et est mis en évidence par un pic d'exhumation (~ 800 m/Ma) enregistré uniquement sur Maladeta. La fin de cette phase est marquée par l'arrêt du raccourcissement sur le chevauchement de Sierra Marginales-Rialp enregistré dans la ZSP. (v) Durant la période Miocène, la phase post-orogénique de Orri est marquée par un faible taux de refroidissement (~ 2°C/Ma). Cette dernière se termine par une exhumation plus rapide à partir de 8 Ma, d'après les modélisation QTQt sur le massif de Barruera.

Le développement de nouvelles méthodes thermo(geo)chronologiques, telles que la double-datation (ZFT et (U-Th)/He) sur zircon, permet d'affiner les données et de reconstruire un chemin T-t correspondant à un seul échantillon. Par ailleurs, le développement de K-Ar in situ sur micas fin

(< 50 µm) permet la datation de cisaillements phyllonitiques, et par extension de la déformation distribuée lente attribuée aux premières phases de collision. Les premières datations mettent en évidence un metasomatisme de bas degré, associée à la destabilisation des feldspaths en micas blancs, entre la mise en place du pluton de Bielsa et ~ 230 Ma. Par ailleurs, la dernière ouverture du système K-Ar témoigner d'une circulation de fluide et de la formation de zones de cisaillement Alpines durant les premières phases de collision. En ce sens, ces zones de cisaillement sont possiblement impliquées dans la déformation distribuée mise en évidence par les thermochronomètres.

Bibliographie générale

Abd Elmola, A., Buatier, M., Monié, P., Labaume, P., Trap, P., Charpentier, D., 2018a. 40Ar/39Ar muscovite dating of thrust activity: a case study from the Axial Zone of the Pyrenees. Tectonophysics 745, 412–429. https://doi.org/10.1016/j.tecto.2018.09.004

Abd Elmola, A., Buatier, M., Monié, P., Labaume, P., Trap, P., Charpentier, D., 2018b. 40Ar/39Ar muscovite dating of thrust activity: a case study from the Axial Zone of the Pyrenees. Tectonophysics 745, 412–429. https://doi.org/10.1016/j.tecto.2018.09.004

Airaghi, L., Bellahsen, N., Dubacq, B., Chew, D., Janots, E., Rosenberg, C., Waldner, M., Omar, B., Magnin, V., in review. Greenschist-facies mineral assemblages in granite record transition from early crustal softening to strain and fluid flow localization over 310 Ma (Bielsa massif, Axial zone of the Pyrenees). EPSL.

Albarède, F., Michard-Vitrac, A., 1978. Age and significance of the North Pyrenean metamorphism. Earth Planet. Sci. Lett. 40, 327–332. https://doi.org/10.1016/0012-821X(78)90157-7

Aurejac, J.-B., Gleizes, G., Diot, H., Bouchez, J.-L., 2004. Réponse à l'observation de B. Laumonier. Bull. Société Géologique Fr. 175, 660–661. https://doi.org/10.2113/175.6.660

Ballèvre, M., Catalán, J.R.M., López-Carmona, A., Pitra, P., Abati, J., Fernández, R.D., Ducassou, C., Arenas, R., Bosse, V., Castiñeiras, P., Fernández-Suárez, J., Barreiro, J.G., Paquette, J.-L., Peucat, J.-J., Poujol, M., Ruffet, G., Martínez, S.S., 2014. Correlation of the nappe stack in the Ibero-Armorican arc across the Bay of Biscay: a joint French–Spanish project. Geol. Soc. Lond. Spec. Publ. 405, 77–113. https://doi.org/10.1144/SP405.13

Banks, D.A., Yardley, B.W.D., Campbell, A.R., Jarvis, K.E., 1994. REE composition of an aqueous magmatic fluid: A fluid inclusion study from the Capitan Pluton, New Mexico, U.S.A. Chem. Geol. 113, 259–272. https://doi.org/10.1016/0009-2541(94)90070-1

Barbarand, J., Carter, A., Wood, I., Hurford, T., 2003. Compositional and structural control of fission-track annealing in apatite. Chem. Geol. 198, 107–137. https://doi.org/10.1016/S0009-2541(02)00424-2

Bauer, P., Rosenberg, C., Handy, M.R., 2000. 'See-through' deformation experiments on brittle–viscous norcamphor at controlled temperature, strain rate and applied confining pressure. J. Struct. Geol. 22, 281–289. https://doi.org/10.1016/S0191-8141(99)00144-3

Beamud, E., Muñoz, J.A., Fitzgerald, P.G., Baldwin, S.L., Garcés, M., Cabrera, L., Metcalf, J.R., 2011. Magnetostratigraphy and detrital apatite fission track thermochronology in syntectonic conglomerates: constraints on the exhumation of the South-Central Pyrenees: South-Central Pyrenees magnetostratigraphy and thermochronology. Basin Res. 23, 309–331. https://doi.org/10.1111/j.1365-2117.2010.00492.x

Beaumont, C., Muñoz, J.A., Hamilton, J., Fullsack, P., 2000. Factors controlling the Alpine evolution of the central Pyrenees inferred from a comparison of observations and geodynamical models. J. Geophys. Res. Solid Earth 105, 8121–8145. https://doi.org/10.1029/1999JB900390

Bellahsen, N., bayet, L., Denèle, Y., Waldner, M., Airaghi, L., Rosenberg, C., Dubacq, B., Mouthereau, F., Bernet, M., Lahfid, A., Vacherat, A., Pik, R., 2019. Shortening of the Axial Zone, Pyrenees: shortening sequence, upper crustal mylonites and crustal strength.

Bellahsen, N., Mouthereau, F., Boutoux, A., Bellanger, M., Lacombe, O., Jolivet, L., Rolland, Y., 2014. Collision kinematics in the western external Alps: Kinematics of the Alpine collision. Tectonics 33, 1055–1088. https://doi.org/10.1002/2013TC003453

Berastegui, X., Losantos, M., Munoz, J.A., Puigdefàbregas, C., 1993. Tall geologic del Pirineu Central 1/200.000. Publ. Geol. Catalunya Inst. Cartographic de Catalunya 62.

Bernet, M., 2009. A field-based estimate of the zircon fission-track closure temperature. Chem. Geol. 259, 181–189. https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2008.10.043

Bernet, M., Brandon, M., Garver, J.L., Reiners, P.W., Fitzgerald, P.G., 2002. Determining the zircon fission-track closure temperature. Presented at the GSA Cordilleran Section, 98th annual meeting.

Bernet, M., Garver, J.L., 2005. Fission-track Analysis of Detrital Zircon. Rev. Mineral. Geochem. 58, 205–237. https://doi.org/10.2138/rmg.2005.58.8

Blanpied, M.L., Lockner, D.A., Byerlee, J.D., 1995. Frictional slip of granite at hydrothermal conditions. J. Geophys. Res. Solid Earth 100, 13045–13064. https://doi.org/10.1029/95JB00862

Bodin, J., Ledru, P., 1986. Nappes hercyniennes precoces à`matériel dévonien heteropique dans les Pyrenees ariegeoises. CRAS Paris 969–974.

Bos, B., 2002. Frictional-viscous flow of phyllosilicate-bearing fault rock: Microphysical model and implications for crustal strength profiles. J. Geophys. Res. 107. https://doi.org/10.1029/2001JB000301

Bos, B., Spiers, C.J., 2001. Experimental investigation into the microstructural and mechanical evolution of phyllosilicate-bearing fault rock under conditions favouring pressure solution. J. Struct. Geol. 23, 1187–1202. https://doi.org/10.1016/S0191-8141(00)00184-X

Bosse, V., Ballèvre, M., Féraud, G., Peucat, J.-J., 2000. Petrological and geochronological constraints in the Île de Groix blueschists (Armorican Massif, France). Basement Tecton. 15, 63–66.

Bouchez, J.L., Gleizes, G., 1995. Two-stage deformation of the Mont-Louis-Andorra granite pluton (Variscan Pyrenees) inferred from magnetic susceptibility anisotropy. J. Geol. Soc. 152, 669–679. https://doi.org/10.1144/gsjgs.152.4.0669

Bouchez, J.L., Gleizes, G., Djouadi, T., Rochette, P., 1990. Microstructure and magnetic susceptibility applied to emplacement kinematics of granites: the example of the foix pluton (French pyrenees). Tectonophysics 184, 157–171. https://doi.org/10.1016/0040-1951(90)90051-9

Bourdelle, F., Cathelineau, M., 2015. Low-temperature chlorite geothermometry: a graphical representation based on a T-R^2+ –Si diagram. Eur. J. Mineral. 27, 617–626. https://doi.org/10.1127/ejm/2015/0027-2467

Bourdelle, F., Parra, T., Chopin, C., Beyssac, O., 2013. A new chlorite geothermometer for diagenetic to low-grade metamorphic conditions. Contrib. Mineral. Petrol. 165, 723–735. https://doi.org/10.1007/s00410-012-0832-7

Boven, A., Pasteels, P., Kelley, S.P., Punzalan, L., Bingen, B., Demaiffe, D., 2001. 40Ar/39Ar study of plagioclases from the Rogaland anorthosite complex (SW Norway); an attempt to understand argon ages in plutonic plagioclase. Chem. Geol. 176, 105–135. https://doi.org/10.1016/S0009-2541(00)00372-7

Brandon, M.T., Roden-Tice, M.K., Garver, J.I., 1998. Late Cenozoic exhumation of the Cascadia accretionary wedge in the Olympic Mountains, northwest Washington State. GSA Bull. 110, 985–1009. https://doi.org/10.1130/0016-7606(1998)110<0985:LCEOTC>2.3.CO;2

Braun, J., Beek, P. van der, Batt, G., 2006. Quantitative thermochronology: numerical methods for the interpretation of thermochronological data. Cambridge University Press, Cambridge ; New York.

Burg, J.-P., Driessche, J. van den, Brun, J.-P., 1994. Syn- to post-thickening extension in the Variscan belt of Western Europe : Modes and structural consequences.

Capellà, I., Bou, O., 1997. La estructura del domo de la Rabassa y del sector oriental del sinclinal de Llavorsí (Pirineo Central). Estud. Geológicos 53, 121–133. https://doi.org/10.3989/egeol.97533-4237

Capella, I., Carreras, J., 1996. LA ZONACION ESTRUCTURAL DEL HERCINICO DEL PIRINEO CENTRAL EN EL ANTICLINORIO DE LA PALLARESA. Estud. Geol 51–61.

Carreras, J., Debat, P., 1996. Tectonique Hercynienne, in Synthèse géologique et géophysique des

Pyrénées. BRGM-ITGE 1, 501–584.
Carreras, J., Julivert, M., Santanach, P., 1980. Hercynian mylonite belts in the eastern Pyrenees: an example of shear zones associated with late folding. J. Struct. Geol. 2, 5–9. https://doi.org/10.1016/0191-8141(80)90028-0
Casas, A., 2003. Basement deformation: tertiary folding and fracturing of the Variscan Bielsa granite (Axial zone, central Pyrenees). Geodin. Acta 16, 99–117. https://doi.org/10.1016/j.geoact.2003.09.001
Casas, J.M., Domingo, F., Poblet, J., Soler, A., 1989. On the role of the Hercynian and Alpine thrusts in the Upper Paleozoic rocks of the Central and Eastern Pyrenees. Geodin. Acta 3, 135–147. https://doi.org/10.1080/09853111.1989.11105181
Casas, J.M., Fernández, O., Domingo, F., 2007. Carboniferous normal faults in the Eastern Pyrenees: evidences and age constrains of syn-orogenic Variscan extension. Geodin. Acta 20, 385–392. https://doi.org/10.3166/ga.20.385-392
Chevrot, S., Sylvander, M., Diaz, J., Martin, R., Mouthereau, F., Manatschal, G., Masini, E., Calassou, S., Grimaud, F., Pauchet, H., Ruiz, M., 2018. The non-cylindrical crustal architecture of the Pyrenees. Sci. Rep. 8, 9591. https://doi.org/10.1038/s41598-018-27889-x
Choukroune, P., 1992. Tectonic Evolution of the Pyrenees. Annu. Rev. Earth Planet. Sci. 20, 143–158. https://doi.org/10.1146/annurev.ea.20.050192.001043
Choukroune, P., 1967. Etude structurale du substratum de la nappe de Gavarnie dans la région de Bielsa : Pyrénées centrales espagnoles.
Choukroune, P., Seguret, M., Galdeano, A., 1973. Caracteristiques et evolution structurale des Pyrenees; un modele de relations entre zone orogenique et mouvement des plaques. Bull. Société Géologique Fr. S7-XV, 600–611. https://doi.org/10.2113/gssgfbull.S7-XV.5-6.600
Clariana, P., 2001. Significado de los pliegues N-S en el área del río Civis. Sector oriental del flanco sur del sinclinal de Llavorsí (Zona Axial, Pirineos Centrales) 8.
Clauer, N., 2013. The K-Ar and 40Ar/39Ar methods revisited for dating fine-grained K-bearing clay minerals. Chem. Geol. 354, 163–185. https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2013.05.030
Clauer, N., Zwingmann, H., Liewig, N., Wendling, R., 2012. Comparative 40Ar/39Ar and K–Ar dating of illite-type clay minerals: A tentative explanation for age identities and differences. Earth-Sci. Rev. 115, 76–96. https://doi.org/10.1016/j.earscirev.2012.07.003
Clerc, C., Lagabrielle, Y., 2014. Thermal control on the modes of crustal thinning leading to mantle exhumation: Insights from the Cretaceous Pyrenean hot paleomargins. Tectonics 33, 1340–1359. https://doi.org/10.1002/2013TC003471
Cochelin, B., 2017. Champ de déformation du socle paléozoïque des Pyrénées. Université Toulouse 3 Paul Sabatier, Toulouse.
Cochelin, B., Lemirre, B., Denèle, Y., de Saint Blanquat, M., Lahfid, A., Duchêne, S., 2018. Structural inheritance in the Central Pyrenees: the Variscan to Alpine tectonometamorphic evolution of the Axial Zone. J. Geol. Soc. 175, 336–351. https://doi.org/10.1144/jgs2017-066
Cosca, M., Stunitz, H., Bourgeix, A.-L., Lee, J.P., 2011. 40Ar∗ loss in experimentally deformed muscovite and biotite with implications for 40Ar/39Ar geochronology of naturally deformed rocks. Geochim. Cosmochim. Acta 75, 7759–7778. https://doi.org/10.1016/j.gca.2011.10.012
Crank, J., Gupta, R.S., 1975. Isotherm Migration Method in two dimensions. Int. J. Heat Mass Transf. 18, 1101–1107. https://doi.org/10.1016/0017-9310(75)90228-8
Crowley, K. d, Cameron, M., Schaefer, R. l, 1991. Experimental studies of annealing of etched fission tracks in fluorapatite. Geochim. Cosmochim. Acta 55, 1449–1465. https://doi.org/10.1016/0016-7037(91)90320-5
Cumbest, R.J., Johnson, E.L., Onstott, T.C., 1994. Argon composition of metamorphic fluids: Implications for 40Ar/39Ar geochronology. GSA Bull. 106, 942–951.

https://doi.org/10.1130/0016-7606(1994)106<0942:ACOMFI>2.3.CO;2
De Andrade, V., Vidal, O., Lewin, E., O'Brien, P., Agard, P., 2006. Quantification of electron microprobe compositional maps of rock thin sections: an optimized method and examples: QUANTITATIVE ELECTRON MICROPROBE COMPOSITIONAL MAPS. J. Metamorph. Geol. 24, 655–668. https://doi.org/10.1111/j.1525-1314.2006.00660.x
de Caritat, P., Hutcheon, I., Walshe, J.L., 1993. Chlorite Geothermometry: A Review. Clays Clay Miner. 41, 219–239. https://doi.org/10.1346/CCMN.1993.0410210
de Saint Blanquat, M., Bajolet, F., Grand'Homme, A., Proietti, A., Zanti, M., Boutin, A., Clerc, C., Lagabrielle, Y., Labaume, P., 2016. Cretaceous mantle exhumation in the central Pyrenees: New constraints from the peridotites in eastern Ariège (North Pyrenean zone, France). Comptes Rendus Geosci., From rifting to mountain building: the Pyrenean Belt 348, 268–278. https://doi.org/10.1016/j.crte.2015.12.003
Deer, W.A., Howie, R.A., Zussman, J., 2009. Rock Forming Minerals: Layered Silicates Excluding Micas and Clay Minerals, Volume 3B. Geological Society of London.
Denèle, Y., Olivier, P., Gleizes, G., 2008. Progressive deformation of a zone of magma transfer in a transpressional regime: The Variscan Mérens shear zone (Pyrenees, France). J. Struct. Geol. 30, 1138–1149. https://doi.org/10.1016/j.jsg.2008.05.006
Denèle, Y., Olivier, P., Gleizes, G., Barbey, P., 2009. Decoupling between the middle and upper crust during transpression-related lateral flow: Variscan evolution of the Aston gneiss dome (Pyrenees, France). Tectonophysics 477, 244–261. https://doi.org/10.1016/j.tecto.2009.04.033
Denèle, Y., Olivier, P., Gleizes, G., Barbey, P., 2007. The Hospitalet gneiss dome (Pyrenees) revisited: lateral flow during Variscan transpression in the middle crust. Terra Nova 19, 445–453. https://doi.org/10.1111/j.1365-3121.2007.00770.x
Deramond, J., Rambach, J.M., 1979. Mesure de la deformation dans la nappe de Gavarnie (Pyrenees centrales); interpretation cinematique. Bull. Soc. Geol. Fr. S7-XXI, 201–211. https://doi.org/10.2113/gssgfbull.S7-XXI.2.201
Deramond, J., Souquet, P., Fondecave-Wallez, M.-J., Specht, M., 1993. Relationships between thrust tectonics and sequence stratigraphy surfaces in foredeeps: model and examples from the Pyrenees (Cretaceous-Eocene, France, Spain). Geol. Soc. Lond. Spec. Publ. 71, 193–219. https://doi.org/10.1144/GSL.SP.1993.071.01.09
Di Vincenzo, G., Tonarini, S., Lombardo, B., Castelli, D., Ottolini, L., 2006. Comparison of 40Ar–39Ar and Rb–Sr Data on Phengites from the UHP Brossasco–Isasca Unit (Dora Maira Massif, Italy): Implications for Dating White Mica. J. Petrol. 47, 1439–1465. https://doi.org/10.1093/petrology/egl018
Dodson, M.H., 1973. Closure temperature in cooling geochronological and petrological systems. Contrib. Mineral. Petrol. 40, 259–274. https://doi.org/10.1007/BF00373790
Donelick, R.A., Ketcham, R.A., Carlson, W.D., 1999. Variability of apatite fission-track annealing kinetics; II, Crystallographic orientation effects. Am. Mineral. 84, 1224–1234. https://doi.org/10.2138/am-1999-0902
Dong, H., Hall, C.M., Halliday, A.N., Peacor, D.R., 1997. Laser 40Ar瑕39Ar dating of microgram-size illite samples and implications for thin section dating. Geochim. Cosmochim. Acta 61, 3803–3808. https://doi.org/10.1016/S0016-7037(97)00286-X
Dong, H., Hall, C.M., Peacor, D.R., Halliday, A.N., 1995. Mechanisms of Argon Retention in Clays Revealed by Laser 40Ar-39Ar Dating. Science 267, 355–359. https://doi.org/10.1126/science.267.5196.355
Druguet, E., Alsop, G.I., Carreras, J., 2009. Coeval brittle and ductile structures associated with extreme deformation partitioning in a multilayer sequence. J. Struct. Geol. 31, 498–511. https://doi.org/10.1016/j.jsg.2009.03.004
Dubacq, B., Vidal, O., De Andrade, V., 2010. Dehydration of dioctahedral aluminous

phyllosilicates: thermodynamic modelling and implications for thermobarometric estimates. Contrib. Mineral. Petrol. 159, 159–174. https://doi.org/10.1007/s00410-009-0421-6

Dunlap, W., Kronenberg, A., 2001. Argon loss during deformation of micas: constraints from laboratory deformation experiments. Contrib. Mineral. Petrol. 141, 174–185. https://doi.org/10.1007/s004100000217

Espurt, N., Angrand, P., Teixell, A., Labaume, P., Ford, M., de Saint Blanquat, M., Chevrot, S., 2019. Crustal-scale balanced cross-section and restorations of the Central Pyrenean belt (Nestes-Cinca transect): Highlighting the structural control of Variscan belt and Permian-Mesozoic rift systems on mountain building. Tectonophysics 764, 25–45. https://doi.org/10.1016/j.tecto.2019.04.026

Evans, N.G., Gleizes, G., Leblanc, D., Bouchez, J.-L., 1997. Hercynian tectonics in the Pyrenees: a new view based on structural observations around the Bassie`s granite pluton. J. Struct. Geol. 19, 195–208. https://doi.org/10.1016/S0191-8141(96)00080-6

Fechtig, H., Kalbitzer, S., 1966. The Diffusion of Argon in Potassium-Bearing Solids, in: Potassium Argon Dating. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, pp. 68–107. https://doi.org/10.1007/978-3-642-87895-4_4

Filleaudeau, P.-Y., 2011. Croissance et dénudation des Pyrénées du Crétacé supérieur au Paléogène: apports de l'analyse de bassin et thermochronométrie détritique. Université Pierre et Marie Curie, Paris.

Fillon, C., van der Beek, P., 2012. Post-orogenic evolution of the southern Pyrenees: constraints from inverse thermo-kinematic modelling of low-temperature thermochronology data. Basin Res. 24, 418–436. https://doi.org/10.1111/j.1365-2117.2011.00533.x

Fitzgerald, P.G., Muñoz, J.A., Coney, P.J., Baldwin, S.L., 1999. Asymmetric exhumation across the Pyrenean orogen: implications for the tectonic evolution of a collisional orogen. Earth Planet. Sci. Lett. 173, 157–170. https://doi.org/10.1016/S0012-821X(99)00225-3

Fleischer, R.L., Price, P.B., 1964. Glass dating by fission fragment tracks. J. Geophys. Res. 69, 331–339. https://doi.org/10.1029/JZ069i002p00331

Fleischer, R.L., Price, P.B., Walker, R.M., 1965. Effects of temperature, pressure, and ionization of the formation and stability of fission tracks in minerals and glasses. J. Geophys. Res. 70, 1497–1502. https://doi.org/10.1029/JZ070i006p01497

Fleischer, R.L., Price, P.B., Walker, Robert M., Walker, Robert Mowbray, 1975. Nuclear Tracks in Solids: Principles and Applications. University of California Press.

Flowers, R.M., Ketcham, R.A., Shuster, D.L., Farley, K.A., 2009. Apatite (U–Th)/He thermochronometry using a radiation damage accumulation and annealing model. Geochim. Cosmochim. Acta 73, 2347–2365. https://doi.org/10.1016/j.gca.2009.01.015

Flude, S., Sherlock, S.C., Lee, M.R., Kelley, S.P., 2013. Disturbance to the 40Ar/39Ar system in feldspars by electron and ion beam irradiation. Chem. Geol. 355, 1–12. https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2013.07.003

Foland, K.A., Hubacher, F.A., Arehart, G.B., 1992. 40Ar39Ar dating of very fine-grained samples: An encapsulated-vial procedure to overcome the problem of 39Ar recoil loss. Chem. Geol. 102, 269–276. https://doi.org/10.1016/0009-2541(92)90161-W

Fusseis, F., Handy, M.R., 2008. Micromechanisms of shear zone propagation at the brittle–viscous transition. J. Struct. Geol. 30, 1242–1253. https://doi.org/10.1016/j.jsg.2008.06.005

Gallagher, K., Brown, R., Johnson, C., 1998. Fission Track Analysis and Its Applications to Geological Problems. Annu. Rev. Earth Planet. Sci. 26, 519–572. https://doi.org/10.1146/annurev.earth.26.1.519

Gautheron, C., Tassan-Got, L., Barbarand, J., Pagel, M., 2009. Effect of alpha-damage annealing on apatite (U–Th)/He thermochronology. Chem. Geol. 266, 157–170. https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2009.06.001

Gentner, W., Jensen, F., Mehnert, K.R., 1954. Notizen: Zur geologischen Altersbestimmung von

Kalifeldspat nach der Kalium-Argon-Methode. Z. Für Naturforschung A 9. https://doi.org/10.1515/zna-1954-0216

Gentner, W., Kley, W., 1957. Argonbestimmungen an Kaliummineralien—IV die frage der argonverluste in kalifeldspäten und glimmermineralien. Geochim. Cosmochim. Acta 12, 323–329. https://doi.org/10.1016/0016-7037(57)90043-1

Gentner, W., Trendelenburg, E.A., 1954. Experimentelle Untersuchungen über die Diffusion von Helium in Steinsalzen und Sylvinen. Geochim. Cosmochim. Acta 6, 261–267. https://doi.org/10.1016/0016-7037(54)90004-6

Giacomini, F., Braga, R., Tiepolo, M., Tribuzio, R., 2007. New constraints on the origin and age of Variscan eclogitic rocks (Ligurian Alps, Italy). Contrib. Mineral. Petrol. 153, 29–53. https://doi.org/10.1007/s00410-006-0131-2

Gibson, M., Sinclair, H.D., Lynn, G.J., Stuart, F.M., 2007. Late- to post-orogenic exhumation of the Central Pyrenees revealed through combined thermochronological data and modelling. Basin Res. 19, 323–334. https://doi.org/10.1111/j.1365-2117.2007.00333.x

Gleizes, G., Crevon, G., Asrat, A., Barbey, P., 2006. Structure, age and mode of emplacement of the Hercynian Bordères-Louron pluton (Central Pyrenees, France). Int. J. Earth Sci. 95, 1039–1052. https://doi.org/10.1007/s00531-006-0088-4

Gleizes, G., Leblanc, D., Bouchez, J.L., 1997. Variscan granites of the Pyrenees revisited: their role as syntectonic markers of the orogen. Terra Nova 9, 38–41. https://doi.org/10.1046/j.1365-3121.1997.d01-9.x

Gleizes, G., Leblanc, D., Olivier, P., Bouchez, J., 2001. Strain partitioning in a pluton during emplacement in transpressional regime: the example of the Néouvielle granite (Pyrenees). Int. J. Earth Sci. 90, 325–340. https://doi.org/10.1007/s005310000144

Gleizes, G., Leblanc, D., Santana, V., Olivier, P., Bouchez, J.L., 1998. Sigmoidal structures featuring dextral shear during emplacement of the Hercynian granite complex of Cauterets–Panticosa (Pyrenees). J. Struct. Geol. 20, 1229–1245. https://doi.org/10.1016/S0191-8141(98)00060-1

Golberg, J.M., Leyreloup, A.F., 1990. High temperature-low pressure Cretaceous metamorphism related to crustal thinning (Eastern North Pyrenean Zone, France). Contrib. Mineral. Petrol. 104, 194–207. https://doi.org/10.1007/BF00306443

Goodenough, K.M., Millar, I., Strachan, R.A., Krabbendam, M., Evans, J.A., 2011. Timing of regional deformation and development of the Moine Thrust Zone in the Scottish Caledonides: constraints from the U–Pb geochronology of alkaline intrusions. J. Geol. Soc. 168, 99–114. https://doi.org/10.1144/0016-76492010-020

Green, P.F., 1985. Comparison of zeta calibration baselines for fission-track dating of apatite, zircon and sphene. Chem. Geol. Isot. Geosci. Sect. 58, 1–22. https://doi.org/10.1016/0168-9622(85)90023-5

Green, P.F., Duddy, I.R., Gleadow, A.J.W., Tingate, P.R., Laslett, G.M., 1986. Thermal annealing of fission tracks in apatite: 1. A qualitative description. Chem. Geol. Isot. Geosci. Sect., Calibration of the Phanerozoic Time Scale 59, 237–253. https://doi.org/10.1016/0168-9622(86)90074-6

Grool, A.R., Ford, M., Vergés, J., Huismans, R.S., Christophoul, F., Dielforder, A., 2018. Insights Into the Crustal-Scale Dynamics of a Doubly Vergent Orogen From a Quantitative Analysis of Its Forelands: A Case Study of the Eastern Pyrenees. Tectonics 37, 450–476. https://doi.org/10.1002/2017TC004731

Guenthner, W.R., Reiners, P.W., Ketcham, R.A., Nasdala, L., Giester, G., 2013. Helium diffusion in natural zircon: Radiation damage, anisotropy, and the interpretation of zircon (U-Th)/He thermochronology. Am. J. Sci. 313, 145–198. https://doi.org/10.2475/03.2013.01

Halter, W.E., Pettke, T., Heinrich, C.A., Rothen-Rutishauser, B., 2002. Major to trace element analysis of melt inclusions by laser-ablation ICP-MS: methods of quantification. Chem.

Geol. 183, 63–86. https://doi.org/10.1016/S0009-2541(01)00372-2
Hames, W.E., Bowring, S.A., 1994. An empirical evaluation of the argon diffusion geometry in muscovite. Earth Planet. Sci. Lett. 124, 161–169. https://doi.org/10.1016/0012-821X(94)00079-4
Handy, M.R., 1994. Flow laws for rocks containing two non-linear viscous phases: A phenomenological approach. J. Struct. Geol. 16, 287–301. https://doi.org/10.1016/0191-8141(94)90035-3
Handy, M.R., 1989. Deformation regimes and the rheological evolution of fault zones in the lithosphere: the effects of pressure, temperature, grainsize and time. Tectonophysics 163, 119–152. https://doi.org/10.1016/0040-1951(89)90122-4
Handy, M.R., Hirth, G., Hovius, N., Reutter, W., 2007. Tectonic Faults: Agents of Change on a Dynamic Earth. MIT Press.
Handy, M.R., Wissing, S.B., Streit, L.E., 1999. Frictional–viscous flow in mylonite with varied bimineralic composition and its effect on lithospheric strength. Tectonophysics 303, 175–191. https://doi.org/10.1016/S0040-1951(98)00251-0
Harrison, T.M., Célérier, J., Aikman, A.B., Hermann, J., Heizler, M.T., 2009. Diffusion of 40Ar in muscovite. Geochim. Cosmochim. Acta 73, 1039–1051. https://doi.org/10.1016/j.gca.2008.09.038
Harrison, T.M., Duncan, I., McDougall, I., 1985. Diffusion of 40Ar in biotite: Temperature, pressure and compositional effects. Geochim. Cosmochim. Acta 49, 2461–2468. https://doi.org/10.1016/0016-7037(85)90246-7
Henderson, I.H.C., McCaig, A.M., 1996. Fluid pressure and salinity variations in shear zone-related veins, central Pyrenees, France: Implications for the fault-valve model. Tectonophysics 262, 321–348. https://doi.org/10.1016/0040-1951(96)00018-2
Hiess, J., Condon, D.J., McLean, N., Noble, S.R., 2012. 238U/235U systematics in terrestrial U-bearing minerals. Science 1610–1614.
Holland, T.J.B., Powell, R., 2011. An improved and extended internally consistent thermodynamic dataset for phases of petrological interest, involving a new equation of state for solids: THERMODYNAMIC DATASET FOR PHASES OF PETROLOGICAL INTEREST. J. Metamorph. Geol. 29, 333–383. https://doi.org/10.1111/j.1525-1314.2010.00923.x
Hulsbosch, N., Boiron, M.-C., Thomas, R., Van Daele, J., Dewaele, S., Muchez, P., 2019. Evaluation of the petrogenetic significance of melt inclusions in pegmatitic schorl-dravite from graphic tourmaline-quartz assemblages: Application of LA-ICP-QMS analyses and volume ratio calculations. Geochim. Cosmochim. Acta 244, 308–335. https://doi.org/10.1016/j.gca.2018.10.023
Humayun, M., Clayton, R.N., 1995. Potassium isotope cosmochemistry: Genetic implications of volatile element depletion. Geochim. Cosmochim. Acta 59, 2131–2148. https://doi.org/10.1016/0016-7037(95)00132-8
Huyghe, D., Mouthereau, F., Emmanuel, L., 2012. Oxygen isotopes of marine mollusc shells record Eocene elevation change in the Pyrenees. Earth Planet. Sci. Lett. 345–348, 131–141. https://doi.org/10.1016/j.epsl.2012.06.035
Inoue, A., Meunier, A., Patrier-Mas, P., Rigault, C., Beaufort, D., Vieillard, P., 2009. Application of chemical geothermometry to low-temperature trioctahedral chlorites. Clays Clay Miner. 57, 371–382. https://doi.org/10.1346/CCMN.2009.0570309
Itaya, T., Takasugi, H., 1988. Muscovite K-Ar ages of the Sanbagawa schists, Japan and argon depletion during cooling and deformation. Contrib. Mineral. Petrol. 100, 281–290. https://doi.org/10.1007/BF00379739
Itaya, T., Tsujimori, T., Liou, J.G., 2011. Evolution of the Sanbagawa and Shimanto high-pressure belts in SW Japan: Insights from K–Ar (Ar–Ar) geochronology. J. Asian Earth Sci. 42, 1075–1090. https://doi.org/10.1016/j.jseaes.2011.06.012

Jammes, S., Manatschal, G., Lavier, L., Masini, E., 2009. Tectonosedimentary evolution related to extreme crustal thinning ahead of a propagating ocean: Example of the western Pyrenees: EXTREME CRUSTAL THINNING IN THE PYRENEES. Tectonics 28, n/a-n/a. https://doi.org/10.1029/2008TC002406

Jolivet, M., Labaume, P., Monié, P., Brunel, M., Arnaud, N., Campani, M., 2007a. Thermochronology constraints for the propagation sequence of the south Pyrenean basement thrust system (France-Spain): PROPAGATION OF THE SOUTH PYRENEAN PRISM. Tectonics 26, n/a-n/a. https://doi.org/10.1029/2006TC002080

Jolivet, M., Labaume, P., Monié, P., Brunel, M., Arnaud, N., Campani, M., 2007b. Thermochronology constraints for the propagation sequence of the south Pyrenean basement thrust system (France-Spain): PROPAGATION OF THE SOUTH PYRENEAN PRISM. Tectonics 26, n/a-n/a. https://doi.org/10.1029/2006TC002080

Jolivet, M., Labaume, P., Monié, P., Brunel, M., Arnaud, N., Campani, M., 2007c. Thermochronology constraints for the propagation sequence of the south Pyrenean basement thrust system (France-Spain): PROPAGATION OF THE SOUTH PYRENEAN PRISM. Tectonics 26, n/a-n/a. https://doi.org/10.1029/2006TC002080

Kelley, S., 2002. Excess argon in K–Ar and Ar–Ar geochronology. Chem. Geol. 188, 1–22. https://doi.org/10.1016/S0009-2541(02)00064-5

Ketcham, R.A., Carter, A., Donelick, R.A., Barbarand, J., Hurford, A.J., 2007. Improved modeling of fission-track annealing in apatite. Am. Mineral. 92, 799–810. https://doi.org/10.2138/am.2007.2281

Ketcham, R.A., Donelick, R.A., Carlson, W.D., 1999. Variability of apatite fission-track annealing kinetics; III, Extrapolation to geological time scales. Am. Mineral. 84, 1235–1255. https://doi.org/10.2138/am-1999-0903

Ketcham, R.A., Gautheron, C., Tassan-Got, L., 2011. Accounting for long alpha-particle stopping distances in (U–Th–Sm)/He geochronology: Refinement of the baseline case. Geochim. Cosmochim. Acta 75, 7779–7791. https://doi.org/10.1016/j.gca.2011.10.011

Kohlstedt, D.L., Evans, B., Mackwell, S.J., 1995. Strength of the lithosphere: Constraints imposed by laboratory experiments. J. Geophys. Res. Solid Earth 100, 17587–17602. https://doi.org/10.1029/95JB01460

Kula, J., Spell, T.L., Zanetti, K.A., 2010. 40Ar/39Ar analyses of artificially mixed micas and the treatment of complex age spectra from samples with multiple mica populations. Chem. Geol. 275, 67–77. https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2010.04.015

Labaume, P., Séguret, M., Seyve, C., 1985. Evolution of a turbiditic foreland basin and analogy with an accretionary prism: Example of the Eocene South-Pyrenean Basin. Tectonics 4, 661–685. https://doi.org/10.1029/TC004i007p00661

Lacroix, P., Perfettini, H., Taipe, E., Guillier, B., 2014. Coseismic and postseismic motion of a landslide: Observations, modeling, and analogy with tectonic faults. Geophys. Res. Lett. 41, 6676–6680. https://doi.org/10.1002/2014GL061170

Lagabrielle, Y., Bodinier, J.-L., 2008. Submarine reworking of exhumed subcontinental mantle rocks: field evidence from the Lherz peridotites, French Pyrenees. Terra Nova 20, 11–21. https://doi.org/10.1111/j.1365-3121.2007.00781.x

Lagabrielle, Y., Labaume, P., de Saint Blanquat, M., 2010. Mantle exhumation, crustal denudation, and gravity tectonics during Cretaceous rifting in the Pyrenean realm (SW Europe): Insights from the geological setting of the lherzolite bodies: PYRENEAN LHERZOLITES, GRAVITY TECTONICS. Tectonics 29, n/a-n/a. https://doi.org/10.1029/2009TC002588

Lamouroux, C., Debat, P., Deramond, J., Majeste-Menjoulas, C., 1979. Influence de massifs plutoniques hercyniens dans l'evolution des structures pyreneennes; exemple du massif du Neouvielle. Bull. Soc. Geol. Fr. S7-XXI, 213–220. https://doi.org/10.2113/gssgfbull.S7-XXI.2.213

Laslett, G.M., Green, P.F., Duddy, I.R., Gleadow, A.J.W., 1987. Thermal annealing of fission tracks in apatite 2. A quantitative analysis. Chem. Geol. Isot. Geosci. Sect. 65, 1–13. https://doi.org/10.1016/0168-9622(87)90057-1

Laumonier, B., 2010. Polymétamorphisme et évolution crustale dans les Pyrénées orientales pendant l'orogenèse varisque au Carbonifère supérieur. Sull Soc Géol Fr 181, 411–428.

Laumonier, B., 1998. Les Pyrénées centrales et orientales au début du Paléozoique (Cambrien s.l.): évolution paléogéographique et géodynamique. Geodin. Acta 11, 1–11. https://doi.org/10.1016/S0985-3111(98)80024-7

LAUMONIER, B., AUTRAN, A., BARBEY, P., CHEILLETZ, A., BAUDIN, T., COCHERIE, A., GUERROT, C., 2004. Conséquences de l'absence de socle cadomien sur l'âge et la significationdes séries pré-varisques (anté-Ordovicien supérieur)du sud de la France (Pyrénées, Montagne Noire). Bull. Société Géologique Fr. 175, 642–655.

Laumonier, B., Barbey, P., Denèle, Y., Olivier, P., Paquette, J.-L., 2014. Réconcilier les données stratigraphiques, radiométriques, plutoniques, volcaniques et structurales au Pennsylvanien supérieur (Stéphanien - Autunien p.p.) dans l'Est des Pyrénées hercyniennes (France, Espagne). Rev Géol Pyrén 1, 10.

Liang, Y., 2017. Effect of pressure on closure temperature of a trace element in cooling petrological systems. Contrib. Mineral. Petrol. 172. https://doi.org/10.1007/s00410-016-1327-8

Losantos, M., Palau, J., Sanz, J., 1986a. Considerations about Hercynian thrusting in the Marimanya massif (central Pyrenees). Tectonophysics 129, 71–79. https://doi.org/10.1016/0040-1951(86)90246-5

Losantos, M., Palau, J., Sanz, J., 1986b. Considerations about Hercynian thrusting in the Marimanya massif (central Pyrenees). Tectonophysics 129, 71–79. https://doi.org/10.1016/0040-1951(86)90246-5

Majeste-Menjoulas, C., 1979. Structure du Paleozoique dans la Nappe alpine de Gavarnie (Pyrenees centrales); influence de la configuration du socle. Bull. Soc. Geol. Fr. S7-XXI, 195–199. https://doi.org/10.2113/gssgfbull.S7-XXI.2.195

Majoor, F.J.M., 1988. A geochronological study of the axial zone of the central Pyrenees, with emphasis on variscan events and alpine resetting.

Mark Harrison, T., Heizler, M.T., Lovera, O.M., Chen Wenji, Grove, M., 1994. A chlorine disinfectant for excess argon released from K-felsspar during step heating. Earth Planet. Sci. Lett. 123, 95–104. https://doi.org/10.1016/0012-821X(94)90260-7

Masini, E., Manatschal, G., Tugend, J., Mohn, G., Flament, J.-M., 2014. The tectono-sedimentary evolution of a hyper-extended rift basin: the example of the Arzacq–Mauléon rift system (Western Pyrenees, SW France). Int. J. Earth Sci. 103, 1569–1596. https://doi.org/10.1007/s00531-014-1023-8

Maurel, O., 2003. L'exhumation de la Zone Axiale des Pyrénées orientales: Une approche thermo-chronologique multi-méthodes du rôle des failles. Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc.

Maurel, O., Moniè, P., Pik, R., Arnaud, N., Brunel, M., Jolivet, M., 2008. The Meso-Cenozoic thermo-tectonic evolution of the Eastern Pyrenees: an 40Ar/39Ar fission track and (U–Th)/He thermochronological study of the Canigou and Mont-Louis massifs. Int. J. Earth Sci. 97, 565–584. https://doi.org/10.1007/s00531-007-0179-x

Maurel, O., Monié, P., Respaut, J.P., Leyreloup, A.F., Maluski, H., 2003. Pre-metamorphic 40Ar/39Ar and U–Pb ages in HP metagranitoids from the Hercynian belt (France). Chem. Geol. 193, 195–214. https://doi.org/10.1016/S0009-2541(02)00351-0

McCaig, A., 1986. Thick- and thin-skinned tectonics in the Pyrenees. Tectonophysics 129, 319–342. https://doi.org/10.1016/0040-1951(86)90259-3

McCaig, A.M., 1988. Deep fluid circulation in fault zones. Geology 16, 867. https://doi.org/10.1130/0091-7613(1988)016<0867:DFCIFZ>2.3.CO;2

McCaig, A.M., 1987. Deformation and fluid-rock interaction in metasomatic dilatant shear bands. Tectonophysics 135, 121–132. https://doi.org/10.1016/0040-1951(87)90156-9
McCAIG, A.M., 1984. Fluid-rock interaction in some shear zones from the Pyrenees. J. Metamorph. Geol. 2, 129–141. https://doi.org/10.1111/j.1525-1314.1984.tb00292.x
McCaig, A.M., Miller, J.A., 1986. 40Ar-39Ar age of mylonites along the Merens Fault, central Pyrenees. Tectonophysics 129, 149–172. https://doi.org/10.1016/0040-1951(86)90250-7
McCaig, A.M, Tritlla, J., Banks, D.A., 2000a. Fluid flow patterns during Pyrenean thrusting. J. Geochem. Explor. 69–70, 539–543. https://doi.org/10.1016/S0375-6742(00)00060-1
McCaig, A.M, Tritlla, J., Banks, D.A., 2000b. Fluid mixing and recycling during Pyrenean thrusting: evidence from fluid inclusion halogen ratios. Geochim. Cosmochim. Acta 64, 3395–3412. https://doi.org/10.1016/S0016-7037(00)00437-3
McCaig, A. M., Wayne, D.M., Rosenbaum, J.M., 2000. Fluid expulsion and dilatancy pumping during thrusting in the Pyrenees: Pb and Sr isotope evidence. Geol. Soc. Am. Bull. 112, 1199–1208. https://doi.org/10.1130/0016-7606(2000)112<1199:FEADPD>2.0.CO;2
McDougall, I., Dougall, I.M., Harrison, T.M., McDougall, P. of G.I., Harrison, C. in E.M.M., Harrison, P. of G.D. of E. and S.S.T.M., 1999. Geochronology and Thermochronology by the 40Ar/39Ar Method. Oxford University Press.
McIntosh, K., van Avendonk, H., Lavier, L., Lester, W.R., Eakin, D., Wu, F., Liu, C.-S., Lee, C.-S., 2013. Inversion of a hyper-extended rifted margin in the southern Central Range of Taiwan. Geology 41, 871–874. https://doi.org/10.1130/G34402.1
Meigs, A.J., Burbank, D.W., 1997. Growth of the South Pyrenean orogenic wedge. Tectonics 16, 239–258. https://doi.org/10.1029/96TC03641
Meigs, A.J., Vergés, J., Burbank, D.W., 1996. Ten-million-year history of a thrust sheet. Geol. Soc. Am. Bull. 108, 1608–1625. https://doi.org/10.1130/0016-7606(1996)108<1608:TMYHOA>2.3.CO;2
Menegon, L., Pennacchioni, G., Heilbronner, R., Pittarello, L., 2008. Evolution of quartz microstructure and c-axis crystallographic preferred orientation within ductilely deformed granitoids (Arolla unit, Western Alps). J. Struct. Geol. 30, 1332–1347. https://doi.org/10.1016/j.jsg.2008.07.007
Merrihue, C., Turner, G., 1966. Potassium-argon dating by activation with fast neutrons. J. Geophys. Res. 71, 2852–2857. https://doi.org/10.1029/JZ071i011p02852
Metcalf, J.R., Fitzgerald, P.G., Baldwin, S.L., Muñoz, J.-A., 2009. Thermochronology of a convergent orogen: Constraints on the timing of thrust faulting and subsequent exhumation of the Maladeta Pluton in the Central Pyrenean Axial Zone. Earth Planet. Sci. Lett. 287, 488–503. https://doi.org/10.1016/j.epsl.2009.08.036
Meunier, A., 2003. Argiles. GORDON BRE.
Mezger, J.E., Schnapperelle, S., Rölke, C., 2012. Evolution of the Central Pyrenean Mérens fault controlled by near collision of two gneiss domes. Hallesches Jahrb. Für Geowiss. 34, 11–30.
Mohn, G., Manatschal, G., Beltrando, M., Masini, E., Kusznir, N., 2012. Necking of continental crust in magma-poor rifted margins: Evidence from the fossil Alpine Tethys margins: NECKING OF CONTINENTAL CRUST. Tectonics 31, n/a-n/a. https://doi.org/10.1029/2011TC002961
Monie, P., Soliva, J., Brunel, M., Maluski, H., 1994. Les cisaillements mylonitiques du granite de Millas (Pyrenees, France); age Cretace 40 Ar/ 39 Ar et interpretation tectonique. Bull. Société Géologique Fr. 165, 559–571.
Montigny, R., Azambre, B., Rossy, M., Thuizat, R., 1986. K-Ar Study of cretaceous magmatism and metamorphism in the pyrenees: Age and length of rotation of the Iiberian Peninsula. Tectonophysics, The Geological Evolution of the Pyrenees 129, 257–273. https://doi.org/10.1016/0040-1951(86)90255-6
Morris, R.G., Sinclair, H.D., Yelland, A.J., 1998. Exhumation of the Pyrenean orogen: implications

for sediment discharge. Basin Res. 10, 69–85.
Mouthereau, F., Filleaudeau, P.-Y., Vacherat, A., Pik, R., Lacombe, O., Fellin, M.G., Castelltort, S., Christophoul, F., Masini, E., 2014. Placing limits to shortening evolution in the Pyrenees: Role of margin architecture and implications for the Iberia/Europe convergence: Plate convergence in the Pyrenees. Tectonics 33, 2283–2314. https://doi.org/10.1002/2014TC003663
Mouthereau, F., Lacombe, O., 2006. Inversion of the Paleogene Chinese continental margin and thick-skinned deformation in the Western Foreland of Taiwan. J. Struct. Geol. 28, 1977–1993. https://doi.org/10.1016/j.jsg.2006.08.007
Mouthereau, F., Lacombe, O., Vergés, J., 2012. Building the Zagros collisional orogen: Timing, strain distribution and the dynamics of Arabia/Eurasia plate convergence. Tectonophysics 532–535, 27–60. https://doi.org/10.1016/j.tecto.2012.01.022
Mulch, A., Cosca, M., Handy, M., 2002. In-situ UV-laser 40Ar/39Ar geochronology of a micaceous mylonite : an example of defect-enhanced argon loss. Contrib. Mineral. Petrol. 142, 738–752. https://doi.org/10.1007/s00410-001-0325-6
Mulch, A., Cosca, M.A., 2004. Recrystallization or cooling ages: in situ UV-laser 40Ar/39Ar geochronology of muscovite in mylonitic rocks. J. Geol. Soc. 161, 573–582. https://doi.org/10.1144/0016-764903-110
Muñoz, J.A., 1992a. Evolution of a continental collision belt: ECORS-Pyrenees crustal balanced cross-section, in: McClay, K.R. (Ed.), Thrust Tectonics. Springer Netherlands, Dordrecht, pp. 235–246. https://doi.org/10.1007/978-94-011-3066-0_21
Muñoz, J.A., 1992b. Evolution of a continental collision belt: ECORS-Pyrenees crustal balanced cross-section, in: McClay, K.R. (Ed.), Thrust Tectonics. Springer Netherlands, Dordrecht, pp. 235–246. https://doi.org/10.1007/978-94-011-3066-0_21
Mutti, E., 1985. Stratigraphy and facies characteristics of the Eocene Hecho Group turbidire systems, south-central Pyrenee. Int Assoc of Sedimentol 521–576.
Naeser, C.W., 1967. THE USE OF APATITE AND SPHENE FOR FISSION TRACK AGE DETERMINATIONS. Geol. Soc. Am. Bull. 78, 1523. https://doi.org/10.1130/0016-7606(1967)78[1523:TUOAAS]2.0.CO;2
Naylor, M., Sinclair, H.D., 2008. Pro- vs. retro-foreland basins: Pro- vs. retro-foreland basins. Basin Res. 20, 285–303. https://doi.org/10.1111/j.1365-2117.2008.00366.x
Nédélec, A., Bouchez, J.L., 2011. Pétrologie des granites: structure, cadre écologique, Collection “Interactions.” Vuibert : Société géologique de France, Paris.
Niemeijer, A.R., Spiers, C.J., 2005. Influence of phyllosilicates on fault strength in the brittle-ductile transition: insights from rock analogue experiments. Geol. Soc. Lond. Spec. Publ. 245, 303–327. https://doi.org/10.1144/GSL.SP.2005.245.01.15
Nur, A., Byerlee, J.D., 1971. An exact effective stress law for elastic deformation of rock with fluids. J. Geophys. Res. 76, 6414–6419. https://doi.org/10.1029/JB076i026p06414
Oliva-Urcia, B., 2018. THIRTY YEARS (1988-2018) OF ADVANCES IN THE KNOWLEDGE OF THE STRUCTURAL EVOLUTION OF THE SOUTH-CENTRAL PYRENEES DURING THE CENOZOIC COLLISION, A SUMMARY. Rev. Soc. Geológica Esp. 51–68.
Olivet, J., 1996. Kinematics of the Iberian Plate. Bull. Cent. Rech. Explor.-Prod. Elf Aquitaine 20, 131–195.
Olivier, P., Gleizes, G., Paquette, J.-L., Muñoz Sáez, C., 2008. Structure and U–Pb dating of the Saint-Arnac pluton and the Ansignan charnockite (Agly Massif): a cross-section from the upper to the middle crust of the Variscan Eastern Pyrenees. J. Geol. Soc. 165, 141–152. https://doi.org/10.1144/0016-76492006-185
Onstott, T.C., Miller, M.L., Ewing, R.C., Arnold, G.W., Walsh, D.S., 1995. Recoil refinements: Implications for the 40Ar/39Ar dating technique. Geochim. Cosmochim. Acta 59, 1821–1834. https://doi.org/10.1016/0016-7037(95)00085-E

Onstott, T.C., Mueller, C., Vrolijk, P.J., Pevear, D.R., 1997. Laser microprobe analyses of fine-grained illite. Geochim. Cosmochim. Acta 61, 3851–3861. https://doi.org/10.1016/S0016-7037(97)00288-3

Oriolo, S., Wemmer, K., Oyhantçabal, P., Fossen, H., Schulz, B., Siegesmund, S., 2018. Geochronology of shear zones – A review. Earth-Sci. Rev. 185, 665–683. https://doi.org/10.1016/j.earscirev.2018.07.007

Paquette, J.-L., Gleizes, G., Leblanc, D., Bouchez, J.L., 1997. Le granite de Bassiés (Pyrénées): un pluton syntectonique d'âge Westphalien. Géochronologie U–Pb sur zircons. Comptes Rendus Académie Sci. - Ser. IIA - Earth Planet. Sci. 324, 387–392.

Paquette, J.-L., Ménot, R.-P., Pin, C., Orsini, J.-B., 2003. Episodic and short-lived granitic pulses in a post-collisional setting: evidence from precise U–Pb zircon dating through a crustal cross-section in Corsica. Chem. Geol. 198, 1–20. https://doi.org/10.1016/S0009-2541(02)00401-1

Passchier, C.W., Trouw, R.A.J., 2005. Microtectonics, 2nd, rev. and enl. ed ed. Springer, Berlin ; New York.

Poblet, J., 1991. Estructura de les unitats del vessant sud de la zona axial delPirineu central. Tesi Doctoral. Universitat de Barcelona, Barcelona.

Price, P.B., Fleischer, R.L., 1971. Identification of Energetic Heavy Nuclei With Solid Dielectric Track Detectors: Applications to Astrophysical and Planetary Studies. Annu. Rev. Nucl. Sci. 21, 295–334.

Price, P.B., Walker, R.M., 1963. Fossil tracks of charged particles in mica and the age of minerals. J. Geophys. Res. 68, 4847–4862. https://doi.org/10.1029/JZ068i016p04847

Puigdefàbregas, C., Souquet, P., 1986. Tecto-sedimentary cycles and depositional sequences of the Mesozoic and Tertiary from the Pyrenees. Tectonophysics, The Geological Evolution of the Pyrenees 129, 173–203. https://doi.org/10.1016/0040-1951(86)90251-9

Purdy, J.W., Jager, E., 1976. K-Ar ages on rock forming minerals from Central Alps: Memoire de Padova.

Rahl, J.M., Haines, S.H., van der Pluijm, B.A., 2011. Links between orogenic wedge deformation and erosional exhumation: Evidence from illite age analysis of fault rock and detrital thermochronology of syn-tectonic conglomerates in the Spanish Pyrenees. Earth Planet. Sci. Lett. 307, 180–190. https://doi.org/10.1016/j.epsl.2011.04.036

Respaut, J.P., Lancelot, J.P., Lancelot, J.R., 1983. Datation de la mise en place synmétamorphe de la charnockite d'Ansignan (massif de l'Agly) par la méthode U/Pb sur zircons et monazites,. Neues Jahrb Miner. Abh 21–34.

Roberts, M.P., Pin, C., Clemens, J.D., Paquette, J.-L., 2000. Petrogenesis of Mafic to Felsic Plutonic Rock Associations: the Calc-alkaline Quérigut Complex, French Pyrenees. J. Petrol. 41, 809–844. https://doi.org/10.1093/petrology/41.6.809

Román-Berdiel, T., Casas, A.M., Oliva-Urcia, B., Pueyo, E.L., Rillo, C., 2004. The main Variscan deformation event in the Pyrenees: new data from the structural study of the Bielsa granite. J. Struct. Geol. 26, 659–677. https://doi.org/10.1016/j.jsg.2003.09.001

Rosenbaum, G., Lister, G.S., Duboz, C., 2002. Relative motions of Africa, Iberia and Europe during Alpine orogeny. Tectonophysics 359, 117–129. https://doi.org/10.1016/S0040-1951(02)00442-0

Roure, F., Choukroune, P., Berastegui, X., Munoz, J.A., Villien, A., Matheron, P., Bareyt, M., Seguret, M., Camara, P., Deramond, J., 1989. Ecors deep seismic data and balanced cross sections: Geometric constraints on the evolution of the Pyrenees. Tectonics 8, 41–50. https://doi.org/10.1029/TC008i001p00041

Rutherford, E., 1905. Bakerian Lecture: The Succession of Changes in Radioactive Bodies. Philos. Trans. R. Soc. Math. Phys. Eng. Sci. 204, 169–219. https://doi.org/10.1098/rsta.1905.0005

Scaillet, S., 1998. K-Ar (40Ar/39Ar) Geochronology of Ultrahigh Pressure Rocks, in: Hacker, B.R., Liou, J.G. (Eds.), When Continents Collide: Geodynamics and Geochemistry of Ultrahigh-

Pressure Rocks, Petrology and Structural Geology. Springer Netherlands, Dordrecht, pp. 161–201. https://doi.org/10.1007/978-94-015-9050-1_7
Scaillet, S., Feraud, G., Ballevre, M., Amouric, M., 1992. and [(Mg,Fe)Si-Al2] compositional control on argon behaviour in high-pressure white micas: A continuous laser-probe study from the Dora-Maira nappe of the internal western Alps, Italy. Geochim. Cosmochim. Acta 56, 2851–2872. https://doi.org/10.1016/0016-7037(92)90364-O
Schettino, A., Turco, E., 2011. Tectonic history of the western Tethys since the Late Triassic. Geol. Soc. Am. Bull. 123, 89–105. https://doi.org/10.1130/B30064.1
Schneider, S., Hammerschmidt, K., Rosenberg, C.L., Gerdes, A., Frei, D., Bertrand, A., 2015. U–Pb ages of apatite in the western Tauern Window (Eastern Alps): Tracing the onset of collision-related exhumation in the European plate. Earth Planet. Sci. Lett. 418, 53–65. https://doi.org/10.1016/j.epsl.2015.02.020
Seguret, M., 1972. Etude tectonique des nappes de seriesdécollées de la partie centrale du versant sud des Pyrénées.Caractère synsédimentaire, rôle de la compression et de lagravité. Montpellier.
Seidemann, D.E., 1976. An40Ar/39Ar age spectrum for a cordierite-bearing rock: Isolating the effects of excess radiogenic40Ar. Earth Planet. Sci. Lett. 33, 268–272. https://doi.org/10.1016/0012-821X(76)90234-X
Shea, W.T., Kronenberg, A.K., 1993. Strength and anisotropy of foliated rocks with varied mica contents. J. Struct. Geol. 15, 1097–1121. https://doi.org/10.1016/0191-8141(93)90158-7
Shea, W.T., Kronenberg, A.K., 1992. Rheology and deformation mechanisms of an isotropic mica schist. J. Geophys. Res. 97, 15201. https://doi.org/10.1029/92JB00620
Shuster, D.L., Flowers, R.M., Farley, K.A., 2006. The influence of natural radiation damage on helium diffusion kinetics in apatite. Earth Planet. Sci. Lett. 249, 148–161. https://doi.org/10.1016/j.epsl.2006.07.028
Sibson, R.H., Moore, J.Mc.M., Rankin, A.H., 1975. Seismic pumping—a hydrothermal fluid transport mechanism. J. Geol. Soc. 131, 653–659. https://doi.org/10.1144/gsjgs.131.6.0653
Sinclair, H.D., 2005. Asymmetric growth of the Pyrenees revealed through measurement and modeling of orogenic fluxes. Am. J. Sci. 305, 369–406. https://doi.org/10.2475/ajs.305.5.369
Skipton, D.R., Saumur, B.M., St-Onge, M.R., Wodicka, N., Bros, E.R., Morin, A., Brouillette, P., Weller, O.M., Johnston, S.T., 2017. Precambrian bedrock geology of the Pond Inlet–Mary River area,northern Baffin Island, Nunavut. Summ. Act. 2017 Can-Ada-Nunavut Geosci. Off. 49–68.
Smith, P.E., Evensen, N.M., York, D., 1993. First successful 40Ar-39Ar dating of glauconies: Argon recoil in single grains of cryptocrystalline material. Geology 21, 41–44. https://doi.org/10.1130/0091-7613(1993)021<0041:FSAADO>2.3.CO;2
Smye, A.J., Warren, C.J., Bickle, M.J., 2013. The signature of devolatisation: Extraneous 40Ar systematics in high-pressure metamorphic rocks. Geochim. Cosmochim. Acta 113, 94–112. https://doi.org/10.1016/j.gca.2013.03.018
Sobel, E.R., Seward, D., 2010. Influence of etching conditions on apatite fission-track etch pit diameter. Chem. Geol. 271, 59–69. https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2009.12.012
Soula, J.-C., 1982. Characteristics and mode of emplacement of gneiss domes and plutonic domes in central-eastern Pyrenees. J. Struct. Geol. 4, 313–342. https://doi.org/10.1016/0191-8141(82)90017-7
Soula, J.-C., Debat, P., Deramond, J., Guchereau, J.-Y., Lamouroux, C., Pouget, P., Roux, L., 1986. Evolution structurale des ensembles metamorphiques des gneiss et des granitoides dans les Pyrenees centrales. Bull. Société Géologique Fr. II, 79–93. https://doi.org/10.2113/gssgfbull.II.1.79
Srivastava, S.P., Roest, W.R., Kovacs, L.C., Oakey, G., Lévesque, S., Verhoef, J., Macnab, R., 1990.

Motion of Iberia since the Late Jurassic: Results from detailed aeromagnetic measurements in the Newfoundland Basin. Tectonophysics, Alpine Evolution of Iberia and its Continental Margins 184, 229–260. https://doi.org/10.1016/0040-1951(90)90442-B

Steiger, R.H., Jäger, E., 1977. Subcommission on geochronology: Convention on the use of decay constants in geo- and cosmochronology. Earth Planet. Sci. Lett. 36, 359–362. https://doi.org/10.1016/0012-821X(77)90060-7

Stipp, M., Tullis, J., Behrens, H., 2006. Effect of water on the dislocation creep microstructure and flow stress of quartz and implications for the recrystallized grain size piezometer. J. Geophys. Res. 111. https://doi.org/10.1029/2005JB003852

Strens, R.G.J., Freer, R., Firman, R.J., 1987. Stability of chlorite-quartz assemblages in rocks south and west of Keswick, Cumbria. Mineral. Mag. 51, 649–654. https://doi.org/10.1180/minmag.1987.051.363.03

Tagami, T., Galbraith, R.F., Yamada, R., Laslett, G.M., 1998. Revised Annealing Kinetics of Fission Tracks in Zircon and Geological Implications, in: van den Haute, P., de Corte, F. (Eds.), Advances in Fission-Track Geochronology: A Selection of Papers Presented at the International Workshop on Fission-Track Dating, Ghent, Belgium, 1996, Solid Earth Sciences Library. Springer Netherlands, Dordrecht, pp. 99–112. https://doi.org/10.1007/978-94-015-9133-1_8

Teixell, A., 1996. The Ansó transect of the southern Pyrenees: basement and cover thrust geometries. J. Geol. Soc. 153, 301–310. https://doi.org/10.1144/gsjgs.153.2.0301

Teixell, A., Labaume, P., Ayarza, P., Espurt, N., de Saint Blanquat, M., Lagabrielle, Y., 2018. Crustal structure and evolution of the Pyrenean-Cantabrian belt: A review and new interpretations from recent concepts and data. Tectonophysics 724–725, 146–170. https://doi.org/10.1016/j.tecto.2018.01.009

Ternet, Y., Majeste-Menjoulas, J., Canérot, J., Baudin, T., Cocherie, C., Guerrot, C., Rossi, P., 2004. Notice explicative de la feuille Laruns-Somport (p. 192).

Ternois, S., Odlum, M., Ford, M., Pik, R., Stockli, D., Tibari, B., Vacherat, A., Bernard, V., 2019. Thermochronological Evidence of Early Orogenesis, Eastern Pyrenees, France. Tectonics 38, 1308–1336. https://doi.org/10.1029/2018TC005254

Thinon, I., Fidalgo-González, L., Réhault, J.-P., Olivet, J.-L., 2001. Déformations pyrénéennes dans le golfe de Gascogne. Comptes Rendus Académie Sci. - Ser. IIA - Earth Planet. Sci. 332, 561–568. https://doi.org/10.1016/S1251-8050(01)01576-2

Torsvik, T.H., Van der Voo, R., Preeden, U., Mac Niocaill, C., Steinberger, B., Doubrovine, P.V., van Hinsbergen, D.J.J., Domeier, M., Gaina, C., Tohver, E., Meert, J.G., McCausland, P.J.A., Cocks, L.R.M., 2012. Phanerozoic polar wander, palaeogeography and dynamics. Earth-Sci. Rev. 114, 325–368. https://doi.org/10.1016/j.earscirev.2012.06.007

Tugend, J., Manatschal, G., Kusznir, N.J., 2015. Spatial and temporal evolution of hyperextended rift systems: Implication for the nature, kinematics, and timing of the Iberian-European plate boundary. Geology 43, 15–18. https://doi.org/10.1130/G36072.1

Tullis, J., Wenk, H.-R., 1994. Effect of muscovite on the strength and lattice preferred orientations of experimentally deformed quartz aggregates. Mater. Sci. Eng. A 175, 209–220. https://doi.org/10.1016/0921-5093(94)91060-X

Ubide, T., Gale, C., Larrea, P., Arranz, E., Lago, M., Tierz, P., 2014. The Relevance of Crystal Transfer to Magma Mixing: a Case Study in Composite Dykes from the Central Pyrenees. J. Petrol. 55, 1535–1559. https://doi.org/10.1093/petrology/egu033

Vacherat, A., Mouthereau, F., Pik, R., Bellahsen, N., Gautheron, C., Bernet, M., Daudet, M., Balansa, J., Tibari, B., Pinna Jamme, R., Radal, J., 2016. Rift-to-collision transition recorded by tectonothermal evolution of the northern Pyrenees. Tectonics 35, 907–933. https://doi.org/10.1002/2015TC004016

Vacherat, A., Mouthereau, F., Pik, R., Bernet, M., Gautheron, C., Masini, E., Le Pourhiet, L., Tibari,

B., Lahfid, A., 2014. Thermal imprint of rift-related processes in orogens as recorded in the Pyrenees. Earth Planet. Sci. Lett. 408, 296–306. https://doi.org/10.1016/j.epsl.2014.10.014

van Daalen, M., Heilbronner, R., Kunze, K., 1999. Orientation analysis of localized shear deformation in quartz fibres at the brittle–ductile transition. Tectonophysics 303, 83–107. https://doi.org/10.1016/S0040-1951(98)00264-9

van Staal, C.R., Rogers, N., Taylor, B.E., 2001. Formation of low-temperature mylonites and phyllonites by alkali-metasomatic weakening of felsic volcanic rocks during progressive, subduction-related deformation. J. Struct. Geol. 23, 903–921. https://doi.org/10.1016/S0191-8141(00)00163-2

Vance, D., Müller, W., Villa, I.M., 2003. Geochronology: linking the isotopic record with petrology and textures — an introduction. Geol. Soc. Lond. Spec. Publ. 220, 1–24. https://doi.org/10.1144/GSL.SP.2003.220.01.01

Vergely, P., 1970. Etude tectonique des structures pyrénéennes. Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc, Montpelier.

Vergès, J., Fernández, O., Martinez, A., 2002. The Pyrenean orogen: pre-, syn-, and postcollisional evolution. J. Virtual Explor. 8, 55–74.

Vergés, J., Millán, H., Roca, E., Muñoz, J.A., Marzo, M., Cirés, J., Bezemer, T.D., Zoetemeijer, R., Cloetingh, S., 1995. Eastern Pyrenees and related foreland basins: pre-, syn- and post-collisional crustal-scale cross-sections. Mar. Pet. Geol., Integrated Basin Studies 12, 903–915. https://doi.org/10.1016/0264-8172(95)98854-X

Vermeesch, P., 2009. RadialPlotter: A Java application for fission track, luminescence and other radial plots. Radiat. Meas. 44, 409–410. https://doi.org/10.1016/j.radmeas.2009.05.003

Vidal, O., De Andrade, V., Lewin, E., Munoz, M., Parra, T., Pascarelli, S., 2006a. P-T-deformation-Fe3+/Fe2+ mapping at the thin section scale and comparison with XANES mapping: application to a garnet-bearing metapelite from the Sambagawa metamorphic belt (Japan): P-T-DEFORMATION-FE3+/FE2+ MAPPING. J. Metamorph. Geol. 24, 669–683. https://doi.org/10.1111/j.1525-1314.2006.00661.x

Vidal, O., De Andrade, V., Lewin, E., Munoz, M., Parra, T., Pascarelli, S., 2006b. P-T-deformation-Fe3+/Fe2+ mapping at the thin section scale and comparison with XANES mapping: application to a garnet-bearing metapelite from the Sambagawa metamorphic belt (Japan): P-T-DEFORMATION-FE3+/FE2+ MAPPING. J. Metamorph. Geol. 24, 669–683. https://doi.org/10.1111/j.1525-1314.2006.00661.x

Villa, I.M., 2016. Diffusion in mineral geochronometers: Present and absent. Chem. Geol. 420, 1–10. https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2015.11.001

Vissers, R.L.M., 1992. Variscan extension in the Pyrenees. Tectonics 11, 1369–1384. https://doi.org/10.1029/92TC00823

Vissers, R.L.M., Meijer, P.Th., 2012. Mesozoic rotation of Iberia: Subduction in the Pyrenees? Earth-Sci. Rev. 110, 93–110. https://doi.org/10.1016/j.earscirev.2011.11.001

Wagner, C.D., 1972. Sensitivity of detection of the elements by photoelectron spectrometry. Anal. Chem. 44, 1050–1053. https://doi.org/10.1021/ac60314a038

Wagner, G.A., 1988. Apatite fission-track geochrono-thermometer to 60°C: Projected length studies. Chem. Geol. Isot. Geosci. Sect. 72, 145–153. https://doi.org/10.1016/0168-9622(88)90062-0

Wagner, G.A., 1981. Fission-track ages and their geological interpretation. Nucl. Tracks 5, 15–25. https://doi.org/10.1016/0191-278X(81)90022-6

Wagner, G.A., Reimer, G.M., 1972. Fission track tectonics: The tectonic interpretation of fission track apatite ages. Earth Planet. Sci. Lett. 14, 263–268. https://doi.org/10.1016/0012-821X(72)90018-0

Wagner, G.A., Van Den Haute, P., 1992. Fission-Track Dating, Klüwer. ed. Michigan.

Waldner, M., Bellahsen, N., Mouthereau, F., Bernet, M., Pik, R., Rosenberg, C., Balvay, M.,

Submitted. The role of thermal and structural inheritance and Alpine collisional wedge evolution: constraints from new LT thermochronological data from the Axial Zone, Central Pyrenees. Tectonics.

Wang, M., Carver, J.J., Phelan, V.V., Sanchez, L.M., Garg, N., Peng, Y., Nguyen, D.D., Watrous, J., Kapono, C.A., Luzzatto-Knaan, T., Porto, C., Bouslimani, A., Melnik, A.V., Meehan, M.J., Liu, W.-T., Crüsemann, M., Boudreau, P.D., Esquenazi, E., Sandoval-Calderón, M., Kersten, R.D., Pace, L.A., Quinn, R.A., Duncan, K.R., Hsu, C.-C., Floros, D.J., Gavilan, R.G., Kleigrewe, K., Northen, T., Dutton, R.J., Parrot, D., Carlson, E.E., Aigle, B., Michelsen, C.F., Jelsbak, L., Sohlenkamp, C., Pevzner, P., Edlund, A., McLean, J., Piel, J., Murphy, B.T., Gerwick, L., Liaw, C.-C., Yang, Y.-L., Humpf, H.-U., Maansson, M., Keyzers, R.A., Sims, A.C., Johnson, A.R., Sidebottom, A.M., Sedio, B.E., Klitgaard, A., Larson, C.B., Boya P, C.A., Torres-Mendoza, D., Gonzalez, D.J., Silva, D.B., Marques, L.M., Demarque, D.P., Pociute, E., O'Neill, E.C., Briand, E., Helfrich, E.J.N., Granatosky, E.A., Glukhov, E., Ryffel, F., Houson, H., Mohimani, H., Kharbush, J.J., Zeng, Y., Vorholt, J.A., Kurita, K.L., Charusanti, P., McPhail, K.L., Nielsen, K.F., Vuong, L., Elfeki, M., Traxler, M.F., Engene, N., Koyama, N., Vining, O.B., Baric, R., Silva, R.R., Mascuch, S.J., Tomasi, S., Jenkins, S., Macherla, V., Hoffman, T., Agarwal, V., Williams, P.G., Dai, J., Neupane, R., Gurr, J., Rodríguez, A.M.C., Lamsa, A., Zhang, C., Dorrestein, K., Duggan, B.M., Almaliti, J., Allard, P.-M., Phapale, P., Nothias, L.-F., Alexandrov, T., Litaudon, M., Wolfender, J.-L., Kyle, J.E., Metz, T.O., Peryea, T., Nguyen, D.-T., VanLeer, D., Shinn, P., Jadhav, A., Müller, R., Waters, K.M., Shi, W., Liu, X., Zhang, L., Knight, R., Jensen, P.R., Palsson, B.Ø., Pogliano, K., Linington, R.G., Gutiérrez, M., Lopes, N.P., Gerwick, W.H., Moore, B.S., Dorrestein, P.C., Bandeira, N., 2016. Sharing and community curation of mass spectrometry data with Global Natural Products Social Molecular Networking. Nat. Biotechnol. 34, 828–837. https://doi.org/10.1038/nbt.3597

Wayne, D.M., McCaig, A.M., 1998. Dating fluid flow in shear zones: Rb-Sr and U-Pb studies of syntectonic veins in the Neouvielle Massif, Pyrenees. Geol. Soc. Lond. Spec. Publ. 144, 129–135. https://doi.org/10.1144/GSL.SP.1998.144.01.09

Whitchurch, A.L., Carter, A., Sinclair, H.D., Duller, R.A., Whittaker, A.C., Allen, P.A., 2011. Sediment routing system evolution within a diachronously uplifting orogen: Insights from detrital zircon thermochronological analyses from the South-Central Pyrenees. Am. J. Sci. 311, 442–482. https://doi.org/10.2475/05.2011.03

Wibberley, C., 1999. Are feldspar-to-mica reactions necessarily reaction-softening processes in fault zones? J. Struct. Geol. 21, 1219–1227. https://doi.org/10.1016/S0191-8141(99)00019-X

Wibberley, C.A.J., 2005. Initiation of basement thrust detachments by fault-zone reaction weakening. Geol. Soc. Lond. Spec. Publ. 245, 347–372. https://doi.org/10.1144/GSL.SP.2005.245.01.17

Wintsch, R.P., Christoffersen, R., Kronenberg, A.K., 1995. Fluid-rock reaction weakening of fault zones. J. Geophys. Res. Solid Earth 100, 13021–13032. https://doi.org/10.1029/94JB02622

Wolf, R.A., Farley, K.A., Kass, D.M., 1998. Modeling of the temperature sensitivity of the apatite ž U–Th/ rHe thermochronometer 10.

Wrobel-Daveau, J.-C., Ringenbach, J.-C., Tavakoli, S., Ruiz, G.M.H., Masse, P., Frizon de Lamotte, D., 2010. Evidence for mantle exhumation along the Arabian margin in the Zagros (Kermanshah area, Iran). Arab. J. Geosci. 3, 499–513. https://doi.org/10.1007/s12517-010-0209-z

Yamada, R., Murakami, M., Tagami, T., 2007. Statistical modelling of annealing kinetics of fission tracks in zircon; Reassessment of laboratory experiments. Chem. Geol. 236, 75–91. https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2006.09.002

Yelland, . J., 1991. Thermo-Tectonics of the Pyrenees and Provenance From Fission-Track Studies. Birbeck College, Univ. of London, London.

Zeitler, P.K., Herczeg, A.L., McDougall, I., Honda, M., 1987. U-Th-He dating of apatite: A potential thermochronometer. Geochim. Cosmochim. Acta 51, 2865–2868. https://doi.org/10.1016/0016-7037(87)90164-5

Index des figures

Figure 1: Cartes structurales des Pyrénées représentant les structures tectoniques majeurs (Unités, chevauchements..), plutons et dômes métamorphiques, et principaux bassins à petite (a) et plus large échelle (b). NPFT: North Pyrenean Frontal Thrust; NPF: North Pyrenean Fault ; ECT: Eaux-Chaudes Thrust ; GT: Gavarnie Thrust ; CF: Couflens Fault; MF: Merens Fault; BT: Bono Thrust; BxT: Boixoll Thrust; MT: Montsec Thrust; SMT: Sierra Marginales Thrust; A: Arties; As: Aston ; B: Bethmale ; Bi: Bielsa ; Bl: Bordere-Lourons; Bo: Bono; Br: Barruera ; Bs: Bassies ; E: Erill ; Hs: Hospitalet; M: Marimanya ; Ma: Maladeta ; Nv: Neouvielle; R: Riberot.....14

Figure 2: Profils rhéologiques de la lithosphère: (a) modèle du «Jelly Sandwich»; (b) modèle de la «crême brulée» (modifié d'après Burgmann & Dresen, 2008).....15

Figure 3: Gammes moyennes de températures de fermetures pour différents thermochronomètres de basse température (a), et influence de facteurs externes liés à la taille des grains ou encore au taux de refroidissement (b).....16

Figure 4: Localisation des données Thermo(géo)chronologiques de basse température (U-Pb sur zircon, Ar-Ar sur feldspaths et hornblende; Fission Tracks sur zircon et apatite, (U-Th)/He) sur zircon et apatite) associées au massif Pyrénéen (basé sur les données de Fitzgerald et al., 1999; Sinclair et al., 2005; Metcalf et al., 2009; Gibson et al., 2007; Yelland et al., 1991; Garvin PhD Thesis, 1985; Maurel PhD Thesis, 2003; Maurel et al., 2008; Jolivet et al., 2007).....17

Figure 5: Reconstruction du déplacement des plaques en projection orthogonale (d'après Torsvik et al., 2012) montrant les période Dévoniennes à Trias.....21

Figure 6: Reconstruction des phases de déformation et des évènements magmatiques Varisques dans le dôme d'Aston (d'après Denèle et al., 2009a).....22

Figure 7: Description des déformations Varisques (a)Dg (déformation locale à proximité de Bassiès; (b) D2 (d'après Evans et al., 1996).....23

Figure 8: Localisation des zones de cisaillement et massifs plutoniques associés à la partie Est de la zone Axiale des Pyrénées (Laumonier et al., 2014).....24

Figure 9: Reconstruction schématique de l'évolution de l'Ariège contrainte par la modélisation d'histoires thermiques durant la formation du rift nord pyrénéen, ainsi qu'après l'inversion Alpine (d'après Vacherat, 2014).....26

Figure 10: Localisation des unités tectoniques principales durant la collision Alpine des Pyrénées (d'après Mouthereau et al., 2014) : (a) Subdivision des unités majeures de la zone Axiale, et localisation des bassins syn-orogéniques; (b) Restauration séquentielle de la partie centrale des Pyrénéens d'après Beaumont et al., 2000 en considérant un raccorcissement total de 165 km.....27

Figure 11: Reconstitution thermochronologique de l'évolution de la Zone Axiale (d'après Fitzgerald et al., 1999) : (a) Evolution thermale généralisée et interprétée pour les 3 profil disponibles; (b) Modèles «thermotrack» du profil de Maladeta avec et sans exhumation fin Miocene.....28

Figure 12: Représentation chronostratigraphique de la séquence de raccourcissement liée à l'activité des chevauchement, mais également de la séquence d'érosion et d'exhumation de la Zone Axiale en fonction de l'enregistrement stratigraphique préservé (Sinclair et al., 2005). L'axe-x représentant la distance à la singularité du prisme défini par Beaumont et al., 2000.....29

Figure 13: Compilation des âges U/Pb sur zircon obtenus sur les plutons des Pyrénées : (a) Localisation des massifs (Respaut et Lancelot, 1983 ; Delaperrière et al., 1994 ; Romer et Soler, 1995 ; Paquette et al., 1997 ; Guerrot, 1998 ; Roberts et al., 2000 ; Maurel et al., 2004 ; Ternet et al., 2004 ; Gleizes et al., 2006 ; Denèle, 2007 ; Olivier et al., 2008 ; Aguilar et al., 2013 ; Denèle et al., 2014 ; Pik et al., en préparation ; Vacherat et al., 2014); (b) Mise en relation avec les déformation et événements contemporain à la mise en place des plutons (Laumonier et al., 2014).....33

Figure 14: Carte structurale et localisation des échantillons destinés à l'analyse thermochronologique pour les massifs de Ribérot et Bethmale situés dans le nord du synforme de Couflens ou de l'unité de Gavarnie.....34

Figure 15: Carte structurale et localisation des échantillons destinés à l'analyse thermochronologique pour le massif de Bassiès situé dans l'antiforme de la Pallaresa de l'unité de Gavarnie à l'est du profil ECORS (réadapté de Gleizes et al., 1997; Denèle et al., 2008; Eeckhout et al., 2014).....35

Figure 16: Représentation des étapes de construction du massif plutonique de Bordères-Louron actuel (Gleizes, Crevon & Asrat, 2006).....36

Figure 17: Carte structurale et localisation des échantillons destinés à l'analyse thermochronologique pour le massif de Marimanya situé dans le synforme de Couflens de l'unité de Gavarnie (réadapté de Losantos, Palau & Sanz, 1986).....38

Figure 18: Localisation des plutons et structures majeures associées à l'unité de Orri: (a) Carte structurale associée aux massifs de Marimanya, Artiès, Maladeta, Barruera et Bono (réadaptée de Metcalf et al., 2009; Cochelin et al., 2018); (b) Panorama du haut des pistes du col de la Bonaigua; (c) Panorama route col de la Bonaigua - Baqueira; (d) Panorama Banhs de Tredos, limite Orri-Gavarnie.....40

Figure 19: Structure thermique de la Zone Axiale des Pyrénées (Cochelin et al., 2018): (a) Palaeotemperatures obtenues par spectroscopie Raman (les barres d'erreur représentent l'écart type, tandis que l'axe-x correspond à la latitude); (b) Localisation des isothermes dans la coupe générale (les interprétations sont déduites des données Raman et pétrologiques).....42

Figure 20: (a) Carte géologique de la Pobla de Segur et du bassin de Sentrada; (b) Coupe A-A' dans les bassins de La Pobla et de Sentrada montrant la caractéristique principale des conglomérats syntectoniques. b-b' correspond à un élargissement de la zone centrale de la coupe A-A'.....43

Figure 21: Massif de Bielsa : (a) Evolution thermochronologique du massif de Bielsa (d'après Jolivet et al., 2007 et re-adapté par Bellahsen et al., 2019); (b) Carte structurale associée au massif de Bielsa (réadaptée de Bellahsen et al., 2019).....45

Figure 22: Carte structurale des Pyrénées : localisation des coupes structurales et zones d'études.....48

Figure 23: Températures de fermeture associées aux différents thermo(géo)chronomètres.....51

Figure 24: Photographies de zircon destinés à la datation (U-Th)/He conventionnelle :(a) Bethmale; (b) Ribérot; (c) Marimanya; (d) Bassiès.....55

Figure 25: Ablation pour mesure du ratio (U-Th)/He sur zircon monté sur plaque de Téflon (réadapté de Horne et al., 2016) : (gauche) cristal monté après ablation; (droite) coupe détaillant les tailles d'ablation des spots (le He, puis les éléments pères).....57

Figure 26: Formation des traces de fission (réadapté de Fleisher et al., 1975).....58

Figure 27: Etapes de préparation des grains pour la méthode des traces de fission (Gleadow et al., 1986).....60

Figure 28: Etapes de préparation des grains pour la méthode des traces de fission (réadapté de Gleadow et al., 1986)...61

Figure 29: Terminologie de composition des micas blancs.....63

Figure 30: Principe du géothermomètre de la chlorite ; (a) Ajout de Fe3+ par pas (a) jusqu'à atteindre l'équilibre ; (b) où l'on peut calculer les pression et température d'équilibre (Pe et Te).....65

Figure 31: Les courbes de réactions se croisent en un point P, T se déplaçant le long de la courbe bleue correspond à d'hydratation du mica.....66

Figure 32: Désintégration du 40K (McDougall and Harrison, 1999).....68

Figure 33: K-Ar Etapes d'acquisition du K-Ar in situ: (1) Estimation du potassium ; (2) Ablation & mesure de l'argon ; (3) Estimation des volumes ablatés.....69

Figure 34: Paramètres influant sur la Température de fermeture: (gauche) Influence de la taille de grain et de la vitesse

de refroidissement (Harrisson et al., 2009); (droite) Influence des conditions P-T sur la diffusion (Liang et al., 2017)...71

Figure 35: Interprétation des ages: refroidissement/cristallisation: (a) Estimation de la Temperature de fermeture (readapté de Dodson, 1973); (b) Utilisation du diagramme (haut: Si le minéral se forme sous les conditions de température de fermeture, un age de cristallisation est enregistré; bas: Si le minéral se forme au-dessus de la température de fermeture, alors l'age enregistré sera associé au refroidissement post-cristallisation).....71

Figure 36: Modèle d'accumulation et de perte de 40Ar (réadapté de Smye et al., 2013): (a) Contrôle de l'argon par dissolution du minéral et évacuation via la porosité connectée (sytème externe ouvert); (b) Lorsque la température dépasse celle de fermeture la diffusion permet la perte d'argon et son évacuation via la porosité connectée (sytème externe ouvert); (c) Libération de 40Ar par dissolution et accummulation dans un système externe fermé; (d) Lorsque les condition de température le permettent, libération de 40Ar par diffusion et ré-équilibration des grain avec leur environnement (système externe fermé).....72

Figure 37: Carte structurales associées aux zones d'études étendues : (a) La Zone Axiale des Pyrénées et ses unités tectoniques; (b) Carte structurale du massif de Bielsa (réadaptée de Bellahsen et al., 2019); (c) Carte structurale du massif de Maladeta (réadapté de Metcalf et al., 2009 et Cochelin et al., 2018).....74

Figure 38: Analyse structurale du massif de Bielsa: (a) Carte structurale du lac Urdiceto; (b) Stéréogrammes comportant les mesures des failles normales de l'encaissant, de la schistosité du pli de Permo-Trias, ainsi que des failles inverses de du socle granodioritique; (c) Photographie du chevauchement couplé au Permo-Trias; (d) Photographie des structures granitiques schisteuses à l'ouest du lac Urdiceto.....76

Figure 39: Coupe structurale N-S autour du lac d'Urdiceto (localisation des échantillons).....77

Figure 40: Analyse structurale des zones d'études du massif de Maladeta et localisation des échantillons: (a) Localisation de la zone du bassin de Cavallers; (b) Localisation de la zone du réservoir de Baserca; (c) photographies de la déformation induite par les zones de cisaillement.....79

Figure 41: Analyse structurale des roches Paléozoïques aux extrémités de la Zone Axiale: (a) Faille de Port de Salau : Coupe dans l'encaissant Paléozoïque au nord du massif de Bassiès; (b) Chevauchement de Bono et organisation des structures au sud de la Zone Axiale des Pyrénées : Coupe dans l'encaissant Paléozoïque au sud du massif de Maladeta80

Figure 42: Photographies de roches à proximité du chevauchement de Gavarnie I:(a) Localisation de la zone étudiée; (b) Localisation des affleurements; (a1-5) photos.....82

Figure 43: Photographies de roches à proximité du chevauchement de Gavarnie II (plus à l'est): (a) Localisation de la zone étudiée; (b) Localisation de la coupe ; (c) veine de quartz cisaillée; (d-e) cisaillement inverse à vergence nord (respectivement fracturation et glissement inter-couches).....84

Figure 44: Classification des textures et assemblages relatifs aux roches du massif plutonique de Bielsa.....86

Figure 45: Textures échantillonnées dans le massif de Bielsa: (a) Granodiorite altérée peu déformée; (b) Granodioritée altérée et déformée; (d) Cataclasite; (c) Phyllonite à agrégats de micas; (e) Phyllonite.....91

Figure 46: Classification des textures et assemblages relatifs aux roches du massif plutonique de Maladeta.....93

Figure 47: Textures et microstructures caractéristiques du massif de Maladeta : (a) ZA17-34 (Socle peu/pas altéré et déformé; (b) ZA17-36 (Mylonite); (c) ZA17-37 (Mylonite à bandes de cisaillement phyllonitiques); (d) ZA17-38 (Mylonite); (e) ZA17-41 (Cataclasite); (f) ZA17-39 (Mylonite); (g) ZA17-51B (Mylonite); (h) ZA17-53 (Mylonite à agrégats de chlorite).....96

Figure 48: Textures provenant des roches Paléozoïques le long du profil ECORS à proximité de : (a) La faille de port de salau (nord de bassiès); (b) la même faille, mais le prolongement Ouest (Est de marimanya); (c) le chevauchement de Gavarnie (nord de Maladeta); (d) prolongement Est de Gavarnie (Acarbell) échantillons le plus au nord (ZA17-97) et le plus au sud (ZA17-91D) dans le cambro-ordovicien; (e) transect sur 100m autour du prolongement Est de Gavarnie (Acarbell).....98

Figure 49: Impact de la température sur les mécanismes de déformation sur différents minéraux (réadapté de Passchier

et al., 2005). BLG : Bulging, SGR : Sub-Grain Rotation, GBM : Grain Boundary Migration.....100

Figure 50: Quantification de la déformation via l'application de la méthode de Fry sur les quartz: (a) ZA16-95; (b) ZA16-89; (c) ZA16-91B; (d) ZA16-86; (e) ZA16-99; (f) ZA17-36 (fraction recristallisée par bulging; (g) ZA17-35; (h) ZA17-37; (i) ZA17-40; (j) ZA17-39; (k) ZA17-50; (l) ZA17-52.....101

Figure 51: Orientation préférentielle de forme (SPO) des quartz sur chacun des transect analysés.....102

Figure 52: Cartographies EBSD (transect Bielsa): (a) carte de déformation locale des grains de quartz (ZA16-95); (b) carte IPFX montrant l'orientation cristallographique préférentielle des quartz (donne l'axe cristallographique du cristal orienté dans la linéation ; ZA16-95); (c) carte GROD, soit de l'écart à la déformation moyenne de chaque grain (ZA16-91B); (d) carte de déformation locale des grains de quartz (ZA16-86); (e) carte GROD, soit de l'écart à la déformation moyenne de chaque grain (ZA16-86); (f) carte de déformation locale des grains de quartz (ZA16-99); (b) carte IPFX montrant l'orientation cristallographique préférentielle des quartz (donne l'axe cristallographique du cristal orienté dans la linéation ; ZA16-99).....105

Figure 53: EBSD Cartographies (transect Maladeta 2).....106

Figure 54: Interpretation de l'orientation cristallographique préférentielle (readapté de Passchier et al., 2005): (a) Tendance de l'orientation cristallographique préférentielle sous un cisaillement: (gauche) senestre; (droite) dextre; (b) Diagrammes en pole montrant les tendances des axes cristallographiques c (gris) et a (hachurés) en fonction du gradient métamorphique sous une déformation non-coaxiale.....107

Figure 55: Pole figures quartz (transect Bielsa).....108

Figure 56: Pole figures quartz (transects Maladeta).....110

Figure 57: Geological field context: (A) Axial zone of Pyrenees comporting the major thrusts and tectonic units (Bielsa & Soulcem location); (B) Bielsa structural map (Urdiceto Lake location); (C) Centimetre-scale anastomosed shear zones.....120

Figure 58: Cross-section of Bielsa Unit (readapted from Bellahsen et al., 2019): Formation of folded Permo-Triassic 122

Figure 59: Local structural map & Sample location: (A) Urdiceto Lake comporting folded Permo-Triassic associated to network of phyllonitic reverse shear zones; (B) Location of B10-13 in the basement near a Permo-Triassic contact in the valley.....123

Figure 60: Estimation of grain size distribution: (A) ZA16-104 ; (B) 11-18 ; (C) 11-37-2 ; (D) B10-13 ; (E) ZA16-86 124

Figure 61: Sampled textures from Urdiceto lake, Bielsa : (A) General texture of ZA16-104 with angular quartz, muscovite and few/no deformation; (B) Zoom of ZA16-104 large muscovites which are oriented and sheared; (C) General texture of 11-18; (D) Zoom on 11-18 large muscovites; (E) Zoom on 11-18 small oriented muscovites; (F) General texture of 11-37-2; (G) Zoom on 11-37-2 small sheared and oriented muscovites; (H) General texture of B10-13; (I) Localised deformation with decrease of grain size into B10-13 interconnected weak layers (IWL); (J) Two grain size populations of muscovites; (K) General texture of ZA16-86; (L) Zoom on fluid inclusions in large rounded quartz; (M) Lamellae on large quartz from phyllonites I; (N) Zoom on ZA16-86 small oriented and sheared.....125

Figure 62: Composition of white micas: (A) Influence of pyrophyllite content (vacancies) on volumetric mass of potassium; (B) Ternary compositional diagram of white micas.....131

Figure 63: Volume estimation and devices comparison: Corrected released 40Ar (fA) vs estimated volumes by numerical microscopy (left); Comparison nanotomography vs numerical microscopy vablated volume estimations (right); (AB) ZA16-104; (CD) 11-37-2; (EF) B10-13; (GH) ZA16-86.....132

Figure 64: Volumetric reconstructions : (A) Estimation of aggregates continuity at depths; (B) Well ablated conic spot (by Numerical microscope); (C) Irregular ablated spot (by MEB imaging); (D) Irregular ablated spot (by Numerical microscope).....133

Figure 65: P-T estimations (Chl-Phg thermobarometry; Dubacq et al., 2010): Histogram of temperatures according to chlorite thermometry (left) ; P-T estimation according to Chlorite-Phengite assemblage (Dubacq et al., 2010) ; (AB) ZA16-104 ; (CD) 11-18 (EF) 11-37-2 ; (GH) B10-13.....134

Figure 66: Radialplot of K-Ar in situ ages (from both 2017/2018 analytic sessions) and location of the main populations on samples; (A) 11-18 ; (B) ZA18-13 ; (C) ZA16-104; (D) 11-37-2; (E) B10-13; (F) ZA16-86. Ablated volume per dated spot is represented by a colorimetric scale in each point representing a measured ablation pit. The populations of ages and their relative confidence intervals determined by Radialplotter software (Vermeesh et al., 2009) are respectively represented by dashed lines and the colored part.....136

Figure 67: Textural evolution of samples from Urdiceto lake: (A) Granodiorite ; (B) Altered granodiorite: Alteration progress and feldspar vanish ; (C) Phyllonite I : deformation connect muscovite clusters which form interconnected weak layers ; (E) Phyllonite II.....140

Figure 68: Determination of K-Ar in situ ages significance: (A) Thermochronological evolution of Bielsa (readapted from Jolivet , 2007) ; (B) Estimation of Closure Temperature (readapted from Dodson 1973).....142

Figure 69: Interpretation of K-Ar records vs cooling history (Thermochronological history of Bielsa readapted from Jolivet, 2007 and Bellahsen et al., 2019).....143

Figure 70: Potential origin of K-Ar variation (involving XMg, Alteration, Grain size) : (A) K-Ar in situ oldest population vs. grain size distribution ; (B) K-Ar in situ oldest population vs. XMg of muscovites ; (C) K-Ar in situ oldest population vs. muscovite fraction.....144

Figure 71: Illustration de la disparité du potassium dans les agrégats de muscovite.....149

Figure 72: Illustration du contrôle de l'ablation au laser UV : (a) Estimation du volume ablaté en fonction de l'échantillon et de la durée d'ablation; (b) Relation entre l'estimation du volume ablaté et l'age K-Ar in situ calculé..151

Figure 73: Localisation des ages K-Ar in situ sur ZA16-104 : Estimation de population d'ages et comparaison des signaux provenant des muscovites avec ceux des autres phases (Chl/Qtz).....154

Figure 74: Localisation des ages K-Ar in situ sur 11-18 : Estimation de population d'ages et comparaison des signaux provenant des muscovites avec ceux des autres phases (Chl/Qtz).....155

Figure 75: Localisation des ages K-Ar in situ sur 11-37-2 : Estimation de population d'ages et comparaison des signaux provenant des muscovites avec ceux des autres phases (Chl/Qtz).....156

Figure 76: Localisation des ages K-Ar in situ sur B10-13 : Estimation de population d'ages et comparaison des signaux provenant des muscovites avec ceux des autres phases (Chl/Qtz).....157

Figure 77: Localisation des ages K-Ar in situ sur ZA16-86 : Estimation de population d'ages et comparaison des signaux provenant des muscovites avec ceux des autres phases (Chl/Qtz).....158

Figure 78: Localisation des ages K-Ar in situ sur ZA18-13 : Estimation de population d'ages et comparaison des signaux provenant des muscovites avec ceux des autres phases (Chl/Qtz).....159

Figure 79: Structural map of Pyrenees presenting major tectonic structures (Units, thrusts), plutonic/metamorphic massifs, main southern basins. NPFT: North Pyrenean Frontal Thrust; NPF: North Pyrenean Fault; ECT: Eaux-Chaudes Thrust; GT: Gavarnie Thrust; CF: Couflens Fault; MF: Merens Fault; BT: Bono Thrust; BxT: Boixoll Thrust; MT: Montsec Thrust; SMT: Sierra Marginales Thrust; A: Arties; B: Bethmale; Bi: Bielsa; Bl: Bordere-Lourons; Bo: Bono; Br: Barruera; Bs: Bassies; E: Erill; M: Marimanya; Ma: Maladeta ; R: Riberot.....162

Figure 80: Location of available low temperature Thermochronometers in the Axial Zone, Pyrenees (according to Fitzgerald et al., 1999; Garvin PhD Thesis, 1985; Gibson et al., 2007; Jolivet et al., 2007; Maurel PhD Thesis, 2003; Maurel et al., 2008; Metcalf et al., 2009; Sinclair et al., 2005; Yelland et al., 1991): (a) on zircons (U-Pb, Fission Tracks, (U-Th)/He); (b) on apatite (Fission Tracks, (U-Th)/He).....164

Figure 81: Diagram of known Meso-Cenozoic deformation steps of the Axial Zone of Pyrenees. Constrains after Beamud et al., 2011; Bond & McClay, 1995; Deramond et al., 1993; Erdos,VanderBeek & Huismans, 2014; Filleaudeau

et al., 2011; Fitzgerald et al., 1999; Labaume et al., 1985; Meigs et al., 1996; Meigs & Burbank, 1997; Metcalf et al., 2009; Mouthereau et al., 2014; Puigdefabras & Souquet, 1986; Rahl et al., 2011; Sinclair et al., 2005; Whitchurch et al., 2011. Nv: Neouvielle; As: Aston; Az: Arize; La: Lacourt; Ri: Riberot; Mn; Ar: Arties; Ma: Marimanya; Bar: Barruera; No: Nogueres; NPF: North Pyrenean Fault.....166

Figure 82: Global Cross section of Pyrenean prism : (a) Location of main structures and global cross-section. NPF: North Pyrenean Fault; NPFT: North Pyrenean Frontal Thrust. (b) Global cross-section of Pyrenean prism (few km west from ECORS-Pyrenees profile). CF: Couflens fault system; Bs: Bassies; R:Riberot; A: Arties; Ma: Maladeta; B: Barruera; Bo: Bono.....170

Figure 83: Field photographs of penetrative deformation along the Gavarnie thrust between Marimanya and Maladeta including: (a) small structural map of the sampled area; (b1) reverse sheared plane 150 m away from Gavarnie thrust and sheared quartzitic vein by compressive regime at ca 100 m from Gavarnie thrust (b2, b3). CF: Couflens fault system; Bs: Bassies; R:Riberot; A: Arties; Ma: Maladeta; B: Barruera; Bo: Bono.....171

Figure 84: Structural analysis of small-scale deformation and delocalization of deformation near Gavarnie thrust into Pallaresa valley: (a) Small cross section of successive outcrops showing deformation gradient involving more-or-less penetrative S1 schistosity (black lines); Field photographs including; (b) North-vergent reverse shear induced by fracturation and interlayer sliding; (c) Sheared quartzitic vein. CF: Couflens fault system; Bs: Bassies; R:Riberot; A: Arties; Ma: Maladeta; B: Barruera; Bo: Bono.....172

Figure 85: Structural analysis of small-scale deformation and delocalization of deformation near in southern part of Orri Unit. The field photographs include compressive C-planes cross-cutting the foliation. CF: Couflens fault system; Bs: Bassies; R: Riberot; A: Arties; Ma: Maladeta; B: Barruera; Bo: Bono.....173

Figure 86: Detailed ZFT records from Northernmost massifs (Radialplot & densityplot obtained by Radialplotter software): (a) Localisation of ZFT samples; (b-g) Radialplots from Bethmale (green), Bassies (black) & Bordères-Louron (light green); (h) Densityplot vs Elevation (from Bethmale, Bordère-Lourons, Bassies).....177

Figure 87: Detailed ZFT records from Northernmost massifs (Radialplot & densityplot obtained by Radialplotter software): (a) Localisation of ZFT samples; (b-g) Radialplots from Bethmale (green), Bassies (black) & Bordères-Louron (light green); (h) Densityplot vs Elevation (from Bethmale, Bordère-Lourons, Bassies).....178

Figure 88: Detailed ZFT records from the Orri Unit (Radial plot & density plot obtained by Radialplotter software): (a) Localisation of ZFT samples; (b-e) Radial plots of the Maladeta massif; (f) Radial plot of the Barruera massif; (g) Radial plot of the Bono massif; (h) Density plot vs Elevation of Maladeta massif; (i) Density plot vs elevation of Barruera (purple) and Bono (blue) massif.....179

Figure 89: Zircon (U-Th)/He ages: (a) ZHe ages depending of eU; (b) Vertical profile of ZHe density plot plotted with published deformational events.....182

Figure 90: Age-Elevation diagrams of the available low temperature thermochronological dataset (including AFT, AHe, ZFT and ZHe ages): (a) Location of samples; (b) Central age vs. elevation of massifs in Gavarnie unit which highlight the ZFT Partial Annealing Zone associated to Riberot, Marimanya and Arties; (c) Bethmale; (d) Riberot; (e) Bassies & Borderes-Louron; (f) Marimanya & Arties; (g) Maladeta; (h) Bono & Barruera. The published dataset (see Table S4) is readapted from Fitzgerald et al. (1999), Sinclair et al. (2005), Gibson et al. (2007).....183

Figure 91: Thermal inversion by QTQt modelling. AHe, AFT, ZHe data predictions from QTQt inversion models are compared to observed thermochronological dataset in the following massifs: (a) Bethmale; (b) Riberot; (c) Maladeta; (d) Barruera. Temperature-time histories from QTQt inversion of thermochronological data (AFT, AHe, ZHe) along the ECORS-Pyrenees profile are represented in the following massifs: (e) Bethmale; (f) Riberot; (g) Maladeta; (h) Barruera. 185

Figure 92: Summarized Meso-Cenozoic thermochronological records through the ECORS-Pyrenees profile. Thermochronological constrains after: (1) Fitzgerald et al., (2) 1999; Sinclair et al., 2005; (3) Gibson et al., 2007; (4) Metcalf et al., 2009; (5) Yelland, 1991; (6) Morris et al., 1998; Thrust activity: Whitchurch et al., 2011; Mouthereau et al., 2014; Erdos,VanderBeek & Huismans, 2014; Meigs et al., 1996; Meigs & Burbank, 1997; Rahl et al., 2011; Beamud et al., 2011; Filleaudeau et al., 2011; Puigdefabras & Souquet, 1986; Bond & McClay, 1995; Deramond et al., 1993;

Labaume et al., 1985.....187

Figure 93: Thermal evolution and shortening sequence. (a) Thermal evolution based on results of inverse modelling in Axial Zone, Pyrenees; (b) Thrust & Shortening sequence in North Pyrenean Zone, Axial Zone and south Pyrenean Basins (Colours highlight linked thrusts). BT: Bono thrust; MT: Montsec thrust; BxT: Bóixols thrust; OT: Orri thrust; GT: Gavarnie thrust; Be: Bethmale; Bl: Borderes-Louron; R: Riberot; Mn: Marimanya; A: Arties; Ma: Maladeta; Br: Barruera.....188

Figure 94: Sequential restoration of central Pyrenees (ECORS-Pyrenees profile) from 84 Ma to actual state. Six key steps are represented: Present, 40 Ma, 50 Ma, 65 Ma, 71 Ma and 84 Ma. Deep crustal actual state is based on seismic migration profile from Chevrot et al. (2018) and those inferred by ECORS experiments (Choukroune & ECORS team, 1989). Basins thickness reconstruction and shortening sequence is readapted from previous model from Mouthereau et al (2014).....191

Figure 95: ZHe in situ ages compared to ZFT and Conventionnal ZHe pooled age (samples from Bethmale, Riberot & Marimanya).....205

Figure 96: Comparison of Uranium content from in situ ZHe and ZFT.....207

Figure 97: Dispersion of ZFT ages vs. in situ ZHe : (a) ZA16-62 from Bethmale ; (b) ZA16-15 from Riberot ; (c) ZA16-16 ; (d) ZA16-50.....208

Figure 98: Dispersion of conventionnal ZHe ages dependin of external parameter (Uranium content, plutonic massif and elevation): (a) Global estimation; (b) Bethmale; (c) Riberot; (d) Maladeta.....209

Figure 99: Dispersion of conventionnal ZHe ages depending of external parameters: (a) Grain theoretical radius; (b) Effective Uranium.....210

Figure 100: Evolution des enregistrements thermochronologiques en fonction de leur distance actuelle à la faille nord Pyrénéenne (axe-X). Les données thermochronologiques sont normalisées à une altitude de 1500 m et les données sont également basée sur Fitzgerald et al. (1999), Sinclair et al. (2005), et Gibson et al. (2007).....217

9 Annexes

9.1 Thermobarometrie – Composition Chl/Ms

Table. Chemical results from 11-18 muscovites

Sample	11-18 Muscovites																																					
Analysis	**141**	**144**	**147**	**150**	**151**	**153**	**155**	**160**	**163**	**170**	**173**	**176**	**181**	**183**	**190**	**191**	**193**	**194**	**195**	**196**	**197**	**198**	**207**	**208**	**209**	**219**	**220**	**221**	**223**	**225**	**228**	**230**	**231**	**233**	**237**	**238**	**239**
SiO2	65,3	48,4	48,8	49,1	49,1	48,3	47,7	48,5	47,9	26,7	52,8	48,1	47,0	47,9	47,6	48,4	38,7	38,7	37,1	38,2	48,3	47,6	48,1	48,2	48,6	48,2	48,0	49,2	48,4	31,7	48,2	50,4	39,2	47,9	48,0	48,8	49,7
TiO2	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,2	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,2	0,0	0,1
Al2O3	21,5	34,3	32,5	32,7	31,8	32,0	33,5	32,3	33,2	19,9	27,8	31,8	32,5	33,1	32,0	31,0	29,6	29,7	25,6	29,6	32,9	31,4	33,0	33,4	32,2	33,2	33,0	31,4	33,6	25,2	32,7	28,7	30,3	33,0	33,2	32,2	29,5
Cr2O3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
FeO	0,1	0,7	1,2	1,0	1,0	1,3	1,1	1,3	1,2	23,5	1,0	1,5	1,0	1,1	1,4	1,4	4,6	3,9	2,1	4,1	0,9	1,3	1,0	1,8	1,1	1,1	0,8	1,0	0,9	16,8	1,1	1,9	3,6	1,0	1,1	1,4	1,9
MnO	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,5	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,1	0,3	0,6	0,2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,3	0,0	0,1	0,7	0,0	0,1	0,0	0,0
MgO	0,1	1,2	1,6	1,5	1,6	2,0	1,0	1,9	1,4	16,0	1,7	1,4	1,4	1,4	1,6	2,2	0,1	0,0	3,2	0,0	1,9	2,1	1,3	1,6	1,8	1,3	1,4	2,2	1,4	9,3	1,5	2,9	0,1	1,6	1,2	1,6	2,9
CaO	0,7	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	22,1	23,1	22,3	23,3	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	22,1	0,0	0,0	0,0	0,0
Na2O	9,6	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	2,7	0,3	0,1	0,1	0,2	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,3	0,0	0,1	0,1	0,1	0,0
K2O	0,8	7,8	8,2	7,7	7,8	8,6	7,8	8,5	8,1	0,0	6,6	8,4	8,2	8,4	8,6	8,6	0,3	0,1	0,0	0,0	8,8	8,7	8,4	8,1	8,6	8,4	8,3	8,4	8,3	2,7	8,2	9,2	0,5	9,0	8,8	9,1	9,0
Total	98,0	92,6	92,5	92,0	91,5	92,3	91,3	92,8	92,0	86,9	93,2	91,7	90,3	92,1	91,4	91,7	95,6	95,9	91,0	95,6	93,0	91,3	92,1	93,2	92,4	92,4	91,9	92,4	92,8	86,1	91,9	93,5	96,6	92,8	92,7	93,3	93,1
Si	4,0	3,2	3,3	3,3	3,3	3,3	3,2	3,3	3,2	2,2	3,5	3,3	3,2	3,2	3,3	3,3	2,7	2,7	2,7	2,7	3,2	3,3	3,2	3,2	3,3	3,2	3,2	3,3	3,2	2,5	3,3	3,4	2,7	3,2	3,2	3,3	3,3
Ti	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Al	1,6	2,7	2,6	2,6	2,5	2,5	2,7	2,6	2,6	1,9	2,2	2,6	2,6	2,6	2,6	2,5	2,4	2,4	2,2	2,4	2,6	2,5	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,5	2,6	2,4	2,6	2,3	2,5	2,6	2,6	2,5	2,3
Cr	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Fe	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	1,6	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,3	0,2	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,0	1,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1
Mn	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mg	0,0	0,1	0,2	0,1	0,2	0,2	0,1	0,2	0,1	2,0	0,2	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2	0,0	0,0	0,3	0,0	0,2	0,2	0,1	0,2	0,2	0,1	0,1	0,2	0,1	1,1	0,2	0,3	0,0	0,2	0,1	0,2	0,3
Ca	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	1,6	1,7	1,7	1,7	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	1,6	0,0	0,0	0,0	0,0
Na	1,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
K	0,1	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,0	0,6	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,0	0,0	0,0	0,0	0,8	0,8	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,3	0,7	0,8	0,0	0,8	0,8	0,8	0,8
Xmg	0,59	0,74	0,72	0,73	0,75	0,73	0,63	0,72	0,68	0,55	0,75	0,62	0,71	0,69	0,67	0,73	0,04	0,02	0,73	0,02	0,78	0,74	0,70	0,60	0,75	0,69	0,75	0,79	0,75	0,50	0,71	0,74	0,04	0,74	0,66	0,67	0,73

Table. Chemical results from 11-18 muscovites

Sample	ZA16-104 Muscovites																																															
Analysis	**156**	**157**	**159**	**161**	**162**	**167**	**168**	**172**	**174**	**177**	**178**	**179**	**182**	**183**	**186**	**188**	**191**	**194**	**196**	**197**	**199**	**200**	**205**	**208**	**209**	**210**	**212**	**214**	**215**	**217**	**222**	**223**	**225**	**227**	**228**	**230**	**231**	**232**	**235**
SiO2	48,2	51,3	47,5	47,9	48,3	48,2	51,9	46,9	48,6	47,8	47,2	49,4	49,5	46,9	50,0	48,9	50,1	49,0	49,4	48,4	49,1	42,3	43,8	49,1	48,9	49,0	49,7	50,2	49,0	49,4	48,3	49,6	47,0	49,2	48,5	48,6	48,8	45,8	48,4
TiO2	0,0	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,0	0,2	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2	0,3	0,1
Al2O3	34,0	33,8	34,3	33,3	33,0	34,0	30,7	33,7	34,8	34,7	34,7	35,0	34,2	33,9	33,3	32,9	33,5	34,0	33,9	33,3	34,7	32,3	29,6	33,9	33,6	32,3	34,2	35,5	33,4	35,0	34,3	33,9	34,0	33,6	34,1	34,5	34,2	32,6	33,7
Cr2O3	0,0	0,0	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
FeO	0,9	1,2	0,8	1,1	1,3	1,5	1,4	2,8	1,6	1,4	1,0	0,9	1,2	3,2	1,0	1,8	1,0	1,4	1,2	1,2	1,3	8,6	7,3	1,0	1,3	1,5	1,0	0,9	1,3	0,8	1,0	1,5	1,3	1,6	1,5	1,7	2,0	1,4	1,6
MnO	0,0	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	-0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1
MgO	1,2	1,4	1,0	1,4	1,4	1,4	2,0	1,5	1,1	1,0	1,0	1,0	1,3	1,8	1,4	1,4	1,2	1,3	1,3	1,1	1,1	4,1	4,5	1,3	1,2	1,5	1,2	1,2	1,3	1,1	1,0	1,4	1,0	1,5	1,2	1,1	1,3	1,1	1,1
CaO	0,0	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,2	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,2	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0
Na2O	0,1	0,2	0,2	0,1	0,2	0,2	0,1	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,2	0,2	0,3	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
K2O	10,7	9,9	11,0	10,8	11,0	10,9	9,5	10,1	9,9	10,1	10,5	10,5	10,8	9,7	10,1	10,5	10,1	10,7	10,7	10,5	10,5	7,6	7,3	10,5	10,7	10,4	10,9	10,2	10,7	10,7	10,4	10,7	10,1	10,5	11,1	10,4	10,0	10,3	10,5
Total	95,1	97,9	95,0	94,8	95,3	96,3	95,8	95,4	96,3	95,6	94,6	97,2	97,2	96,0	96,0	95,8	96,2	96,8	96,8	94,9	97,0	95,2	93,0	95,9	95,9	95,0	97,2	98,4	96,0	97,3	95,5	97,5	94,1	96,7	96,9	96,5	96,7	91,8	95,8
Si	3,2	3,3	3,2	3,2	3,2	3,2	3,4	3,1	3,2	3,2	3,1	3,2	3,2	3,1	3,3	3,2	3,3	3,2	3,2	3,2	3,2	2,9	3,1	3,2	3,2	3,3	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2
Ti	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Al	2,7	2,5	2,7	2,6	2,6	2,6	2,4	2,6	2,7	2,7	2,7	2,7	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,7	2,6	2,4	2,6	2,6	2,5	2,6	2,7	2,6	2,7	2,7	2,6	2,7	2,6	2,6	2,7	2,6	2,7	2,6
Cr	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Fe	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,5	0,4	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Mn	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mg	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,4	0,5	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Ca	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Na	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
K	0,9	0,8	0,9	0,9	0,9	0,9	0,8	0,9	0,8	0,9	0,9	0,9	0,9	0,8	0,8	0,9	0,8	0,9	0,9	0,9	0,9	0,7	0,7	0,9	0,9	0,9	0,9	0,8	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,8	0,9	0,9
Xmg	0,69	0,68	0,70	0,69	0,65	0,63	0,71	0,49	0,55	0,56	0,65	0,66	0,66	0,50	0,71	0,59	0,69	0,62	0,67	0,61	0,60	0,46	0,52	0,70	0,62	0,65	0,70	0,70	0,63	0,70	0,65	0,61	0,58	0,62	0,59	0,53	0,54	0,58	0,56

Table. Chemical results from 11-18 muscovites

Sample	11-18 Chlorites																																															
Analysis	**142**	**145**	**146**	**148**	**149**	**152**	**154**	**156**	**158**	**159**	**162**	**164**	**166**	**168**	**174**	**175**	**177**	**178**	**179**	**180**	**182**	**185**	**186**	**187**	**188**	**199**	**202**	**203**	**204**	**205**	**206**	**210**	**211**	**212**	**213**	**214**	**216**	**217**	**226**	**227**	**229**	**232**	**234**	**235**	**240**	**241**
SiO2	26,0	25,8	25,5	25,9	26,0	25,4	25,6	26,2	25,8	25,6	25,7	25,9	26,3	26,2	26,2	25,7	27,4	25,9	27,0	26,1	26,1	25,8	25,7	26,9	39,2	25,9	26,2	25,9	25,9	26,1	26,2	25,5	25,6	26,4	32,4	26,4	25,8	38,6	32,4	26,4	25,4	26,4	26,1	38,8	26,4	26,3
TiO2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,2	0,0	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,0	4,2	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0
Al2O3	20,9	21,2	20,5	20,7	21,9	21,3	19,7	20,7	20,3	20,0	20,6	20,9	19,9	20,1	20,0	19,6	22,0	20,9	16,9	20,7	20,4	21,1	20,1	21,4	29,4	21,8	21,5	21,8	21,9	21,9	21,0	21,4	21,6	21,2	23,4	21,8	21,7	29,6	22,5	21,2	21,5	21,0	21,1	30,1	21,2	21,3
Cr2O3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
FeO	25,4	24,5	24,8	24,8	23,1	24,5	25,9	22,3	25,9	26,4	23,9	24,5	24,6	25,1	25,8	25,4	20,9	23,6	23,8	22,2	25,4	23,5	26,7	21,9	4,0	24,3	23,3	23,9	23,7	23,7	22,9	23,7	23,8	22,4	18,8	22,5	23,3	3,7	18,4	22,4	23,1	23,5	22,6	3,4	22,1	22,7
MnO	1,2	0,9	1,1	1,4	0,6	0,7	1,0	0,6	1,0	1,4	0,5	0,5	0,6	0,7	0,8	0,7	0,6	0,6	0,6	0,7	0,7	0,6	0,8	0,6	0,2	0,6	0,6	0,5	0,5	0,6	0,5	0,4	0,4	0,5	0,5	0,5	0,5	0,2	0,5	0,5	0,5	0,6	0,5	0,3	0,4	0,6
MgO	13,9	13,7	13,3	13,7	15,2	14,1	14,0	15,5	14,0	13,0	15,0	14,2	15,0	14,5	14,1	14,5	16,2	15,3	12,4	15,6	14,2	15,7	14,0	16,0	0,3	14,4	15,8	14,7	14,6	14,4	15,4	14,9	14,9	16,2	13,5	16,2	15,7	0,1	12,8	16,0	14,9	15,6	15,7	0,0	16,2	15,4
CaO	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	4,4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	21,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	23,2	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	23,4	0,1	0,1
Na2O	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0
K2O	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,6	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	2,0	0,0	0,0	0,1	2,4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Total	87,6	86,3	85,4	86,6	86,8	86,1	86,2	85,5	87,1	86,6	85,8	86,1	86,6	86,8	87,0	86,0	87,3	86,3	89,3	85,3	86,9	86,7	87,4	86,9	94,8	87,1	87,7	86,9	86,8	86,8	86,2	86,2	86,5	86,9	90,8	87,6	87,2	95,8	89,2	86,6	85,6	87,2	86,1	95,9	86,4	86,5
Si	2,8	2,8	2,8	2,8	2,7	2,7	2,8	2,8	2,8	2,8	2,7	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,7	2,8	2,8	2,8	2,7	2,8	2,8	3,5	2,7	2,7	2,7	2,7	2,7	2,8	2,7	2,7	2,8	3,2	2,7	2,7	3,4	3,2	2,8	2,7	2,8	2,8	3,4	2,8	2,8
Ti	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Al	2,6	2,7	2,6	2,6	2,7	2,7	2,5	2,6	2,6	2,5	2,6	2,6	2,5	2,5	2,5	2,5	2,7	2,6	2,1	2,6	2,6	2,6	2,5	2,6	3,1	2,7	2,6	2,7	2,7	2,7	2,6	2,7	2,7	2,6	2,7	2,7	2,7	3,1	2,6	2,6	2,7	2,6	2,6	3,1	2,6	2,6
Cr	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Fe	2,3	2,2	2,3	2,2	2,0	2,2	2,3	2,0	2,3	2,4	2,1	2,2	2,2	2,2	2,3	2,3	1,8	2,1	2,1	2,0	2,3	2,1	2,4	1,9	0,3	2,1	2,0	2,1	2,1	2,1	2,0	2,1	2,1	2,0	1,5	2,0	2,0	0,3	1,5	2,0	2,1	2,1	2,0	0,2	1,9	2,0
Mn	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1
Mg	2,2	2,2	2,2	2,2	2,4	2,3	2,3	2,5	2,2	2,1	2,4	2,3	2,4	2,3	2,2	2,3	2,5	2,4	1,9	2,5	2,3	2,5	2,2	2,5	0,0	2,3	2,5	2,3	2,3	2,3	2,4	2,4	2,4	2,5	2,0	2,5	2,5	0,0	1,9	2,5	2,4	2,4	2,5	0,0	2,5	2,4
Ca	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	2,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	2,2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	2,2	0,0	0,0
Na	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
K	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,2	0,0	0,0	0,0	0,3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Xmg	0,49	0,50	0,49	0,50	0,54	0,51	0,49	0,55	0,49	0,47	0,53	0,51	0,52	0,51	0,49	0,51	0,58	0,54	0,48	0,56	0,50	0,54	0,48	0,57	0,11	0,51	0,55	0,52	0,52	0,52	0,55	0,53	0,53	0,56	0,56	0,56	0,55	0,05	0,55	0,56	0,53	0,54	0,55	0,00	0,57	0,55

Table. Chemical results from 11-18 muscovites

Sample	ZA16-104 Chlorites																																	
Analysis	**166**	**171**	**173**	**176**	**181**	**184**	**189**	**190**	**192**	**193**	**195**	**198**	**201**	**203**	**204**	**216**	**226**	**229**	**233**	**234**	**14**	**15**	**16**	**17**	**18**	**19**	**20**	**21**	**22**	**23**	**24**	**25**	**26**	**27**
SiO2	27,1	25,8	26,1	26,4	25,7	30,7	26,6	26,4	27,3	25,6	25,7	26,8	26,9	26,5	26,2	26,5	26,9	26,9	26,4	25,5	26,6	26,3	25,1	26,9	25,9	25,6	25,7	26,7	26,1	26,6	26,1	25,5	25,0	26,5
TiO2	0,0	0,1	0,6	0,1	0,1	0,3	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,2	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0
Al2O3	21,4	21,3	20,8	21,7	22,3	22,6	20,5	22,3	20,9	19,5	21,9	20,4	20,5	20,6	22,0	21,4	20,3	19,8	19,2	21,3	19,8	20,1	22,7	22,2	20,4	19,7	20,5	19,2	19,9	18,7	19,4	18,7	21,4	19,4
Cr2O3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
FeO	26,5	27,2	25,7	25,6	26,2	20,7	24,8	25,5	24,1	24,9	26,1	24,0	26,3	25,1	26,4	23,9	26,2	25,9	27,3	25,1	26,2	24,5	27,6	26,3	25,8	25,3	26,1	26,5	24,4	26,5	27,5	27,0	26,6	26,9
MnO	0,5	0,3	0,4	0,4	0,3	0,3	0,3	0,4	0,3	0,4	0,3	0,4	0,3	0,3	0,4	0,4	0,5	0,4	0,5	0,3	0,4	0,4	0,3	0,4	0,5	0,5	0,3	0,3	0,4	0,4	0,5	0,4	0,4	0,3
MgO	12,9	12,2	13,7	13,2	11,7	11,9	14,4	12,8	15,2	14,1	13,0	15,5	14,1	14,4	12,7	14,5	13,8	14,4	13,6	13,9	14,3	15,2	11,8	11,3	14,6	14,0	13,4	14,2	15,1	14,0	13,3	13,4	12,8	13,5
CaO	0,1	0,1	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,2	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0
Na2O	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
K2O	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	2,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,2	0,7	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1
Total	88,5	87,1	87,4	87,5	86,4	88,8	86,8	87,6	88,0	84,9	87,2	87,3	88,3	87,2	88,1	86,8	88,2	87,5	87,1	86,4	87,5	86,7	87,8	87,9	87,3	85,3	86,2	87,1	86,2	86,5	86,9	85,2	86,5	86,8
Si	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	3,1	2,8	2,8	2,8	2,8	2,7	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,7	2,8	2,8	2,7	2,8	2,7	2,8	2,8	2,9	2,8	2,9	2,8	2,8	2,7	2,8
Ti	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Al	2,6	2,7	2,6	2,7	2,8	2,7	2,6	2,8	2,6	2,5	2,7	2,5	2,5	2,6	2,7	2,7	2,5	2,5	2,4	2,7	2,5	2,5	2,8	2,8	2,6	2,5	2,6	2,4	2,5	2,4	2,5	2,4	2,7	2,5
Cr	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Fe	2,3	2,4	2,3	2,3	2,3	1,7	2,2	2,2	2,1	2,3	2,3	2,1	2,3	2,2	2,3	2,1	2,3	2,3	2,5	2,2	2,3	2,2	2,5	2,3	2,3	2,3	2,4	2,4	2,2	2,4	2,5	2,5	2,4	2,4
Mn	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mg	2,0	1,9	2,2	2,1	1,9	1,8	2,3	2,0	2,3	2,3	2,1	2,4	2,2	2,3	2,0	2,3	2,2	2,3	2,2	2,2	2,3	2,4	1,9	1,8	2,3	2,3	2,1	2,3	2,4	2,3	2,1	2,2	2,1	2,2
Ca	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Na	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
K	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Xmg	0,46	0,44	0,49	0,48	0,44	0,51	0,51	0,47	0,53	0,50	0,47	0,54	0,49	0,51	0,46	0,52	0,48	0,50	0,47	0,50	0,49	0,53	0,43	0,43	0,50	0,50	0,48	0,49	0,52	0,49	0,46	0,47	0,46	0,47

Table. Chemical results from 11-18 muscovites

Sample	11-37-2 Muscovites																																
Analysis	**240**	**241**	**243**	**244**	**247**	**248**	**249**	**251**	**253**	**254**	**255**	**258**	**260**	**265**	**266**	**267**	**269**	**270**	**273**	**277**	**278**	**280**	**282**	**284**	**285**	**288**	**289**	**290**	**291**	**293**	**295**	**297**	**299**
SiO2	46,1	48,9	46,0	49,9	49,0	49,9	47,9	47,4	47,8	50,4	47,9	44,9	44,5	49,4	47,5	48,7	46,4	48,7	45,9	45,4	44,6	46,5	45,9	49,8	45,9	47,3	48,8	49,0	48,5	47,8	48,5	48,9	47,7
TiO2	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,2	0,1	0,1	0,1	0,2	0,0	0,2	0,1	0,1	0,0	0,4	0,5	0,9	0,3	0,3	0,1	0,1	0,2	0,1	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0
Al2O3	33,0	34,3	32,0	35,1	34,7	35,3	35,3	33,1	33,4	33,7	33,6	32,6	31,5	35,2	33,4	34,2	35,7	36,5	32,5	32,0	30,9	34,1	32,4	33,1	33,3	34,4	34,1	35,3	33,7	34,2	32,5	34,6	34,2
Cr2O3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
FeO	1,5	1,4	3,5	1,0	1,0	1,4	1,2	1,3	2,4	0,9	1,9	4,7	5,7	0,8	1,7	1,9	2,2	1,0	4,8	4,1	4,5	2,9	2,2	2,1	3,4	1,7	1,5	1,1	1,0	1,1	2,0	1,5	2,8
MnO	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1
MgO	1,4	1,2	2,3	1,0	1,1	1,0	0,9	1,3	1,3	1,3	1,4	2,5	3,2	1,2	1,2	1,0	0,9	0,6	2,8	2,3	2,7	1,9	1,2	0,1	2,2	1,0	1,0	0,9	1,3	1,1	1,5	1,2	1,8
CaO	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Na2O	0,2	0,1	0,3	0,1	0,2	0,2	0,3	0,1	0,2	0,1	0,2	0,1	0,1	0,2	0,2	0,2	0,3	0,2	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2	0,0	0,1	0,3	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
K2O	10,1	10,6	9,3	10,3	10,6	10,4	10,7	11,0	10,8	9,8	10,8	9,1	9,0	10,7	10,8	10,8	10,7	10,4	9,4	5,5	9,3	10,0	10,8	0,0	9,8	10,7	10,3	10,0	10,6	10,8	10,6	10,5	9,5
Total	92,3	96,6	93,5	97,4	96,6	98,2	96,4	94,2	96,0	96,3	96,0	94,1	94,3	97,6	95,0	97,0	96,2	97,4	95,9	90,1	93,1	96,0	93,0	85,2	94,9	95,8	95,9	96,6	95,3	95,4	95,4	96,9	96,3
Si	3,2	3,2	3,1	3,2	3,2	3,2	3,1	3,2	3,2	3,3	3,2	3,1	3,1	3,2	3,2	3,2	3,1	3,1	3,1	3,1	3,1	3,1	3,2	3,4	3,1	3,1	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,1
Ti	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Al	2,7	2,6	2,6	2,7	2,7	2,7	2,7	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,5	2,7	2,6	2,6	2,8	2,8	2,6	2,6	2,5	2,7	2,6	2,7	2,6	2,7	2,6	2,7	2,6	2,7	2,5	2,7	2,6
Cr	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Fe	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,3	0,3	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,3	0,2	0,3	0,2	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2
Mn	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mg	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,3	0,3	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,3	0,2	0,3	0,2	0,1	0,0	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2
Ca	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Na	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
K	0,9	0,9	0,8	0,8	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,8	0,9	0,8	0,8	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,8	0,5	0,8	0,8	0,9	0,0	0,8	0,9	0,9	0,8	0,9	0,9	0,9	0,9	0,8
Xmg	0,62	0,60	0,54	0,64	0,65	0,56	0,58	0,64	0,49	0,71	0,56	0,48	0,50	0,73	0,55	0,50	0,41	0,49	0,51	0,50	0,51	0,54	0,48	0,06	0,54	0,53	0,54	0,60	0,70	0,64	0,57	0,60	0,54

Table. Chemical results from 11-18 muscovites

Sample	11-37-2 Chlorites																																		
Analysis	**245**	**250**	**252**	**257**	**259**	**261**	**263**	**268**	**272**	**274**	**275**	**276**	**279**	**281**	**283**	**287**	**292**	**294**	**296**	**300**	**28**	**29**	**30**	**31**	**32**	**33**	**34**	**35**	**36**	**37**	**38**	**39**	**40**	**41**
SiO2	28,9	26,4	25,4	26,0	26,2	25,5	25,6	26,0	26,2	26,1	25,6	26,3	25,6	26,0	24,8	25,9	24,9	25,5	25,7	25,8	25,3	24,5	24,8	23,7	20,4	25,4	26,3	24,4	20,6	25,6	25,6	24,5	26,0	25,0
TiO2	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,3	1,5	0,1	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,2	5,5	16,7	0,1	0,1	3,6	25,1	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1
Al2O3	24,6	22,1	21,9	21,8	23,4	21,0	21,0	21,5	20,7	20,5	21,7	20,6	22,2	20,8	21,5	21,4	23,0	22,0	21,9	21,1	21,0	21,7	21,2	20,9	17,6	20,4	22,6	20,4	16,4	21,0	20,2	21,3	22,1	21,2
Cr2O3	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0
FeO	27,2	26,4	26,3	24,7	26,3	27,5	25,0	28,2	28,2	27,0	26,9	24,5	25,6	27,2	27,0	25,8	28,6	26,4	27,6	27,3	27,0	27,1	26,4	25,5	22,6	26,1	25,5	25,1	17,0	27,9	28,0	28,7	26,6	28,1
MnO	0,1	0,3	0,2	0,2	0,3	0,4	0,3	0,3	0,4	0,3	0,2	0,2	0,3	0,3	0,2	0,3	0,1	0,2	0,3	0,2	0,3	0,2	0,3	0,2	0,2	0,4	0,2	0,2	0,1	0,4	0,4	0,2	0,3	0,3
MgO	9,3	12,7	12,6	13,5	11,8	12,0	14,2	12,5	12,6	12,7	12,6	14,5	13,6	13,4	0,0	12,8	9,9	12,3	11,6	12,1	13,4	12,9	13,3	11,6	10,9	13,7	12,3	12,6	8,2	12,2	12,8	11,9	12,9	12,6
CaO	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0
Na2O	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
K2O	0,5	0,0	0,0	0,0	0,3	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,2	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,6	0,0	1,0	0,2	0,0	0,0	0,1	0,0
Total	90,8	88,1	86,5	86,5	88,5	86,5	86,4	88,7	88,2	86,8	87,6	87,8	87,4	87,7	73,6	86,3	86,8	86,5	87,4	86,7	87,1	86,6	86,3	87,7	88,5	86,1	87,7	86,3	88,5	87,5	86,9	86,8	88,2	87,4
Si	2,9	2,8	2,7	2,8	2,7	2,8	2,7	2,7	2,8	2,8	2,7	2,8	2,7	2,8	3,1	2,8	2,7	2,7	2,7	2,8	2,7	2,6	2,7	2,5	2,2	2,7	2,8	2,6	2,1	2,7	2,8	2,7	2,7	2,7
Ti	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,4	1,3	0,0	0,0	0,3	2,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Al	2,9	2,7	2,8	2,7	2,9	2,7	2,6	2,7	2,6	2,6	2,7	2,5	2,8	2,6	3,2	2,7	2,9	2,8	2,8	2,7	2,6	2,8	2,7	2,6	2,2	2,6	2,8	2,6	2,0	2,7	2,6	2,7	2,7	2,7
Cr	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Fe	2,3	2,3	2,4	2,2	2,3	2,5	2,2	2,5	2,5	2,4	2,4	2,1	2,3	2,4	2,9	2,3	2,6	2,4	2,5	2,5	2,4	2,4	2,4	2,3	2,0	2,4	2,2	2,3	1,5	2,5	2,5	2,6	2,3	2,5
Mn	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mg	1,4	2,0	2,0	2,1	1,8	1,9	2,3	2,0	2,0	2,0	2,0	2,3	2,1	2,1	0,0	2,0	1,6	2,0	1,9	1,9	2,1	2,1	2,1	1,8	1,7	2,2	1,9	2,0	1,3	2,0	2,1	1,9	2,0	2,0
Ca	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Na	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
K	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Xmg	0,38	0,46	0,46	0,49	0,45	0,44	0,50	0,44	0,44	0,46	0,46	0,51	0,49	0,47	0,00	0,47	0,38	0,45	0,43	0,44	0,47	0,46	0,47	0,45	0,46	0,48	0,46	0,47	0,46	0,44	0,45	0,43	0,46	0,44

Table. Chemical results from 11-18 muscovites

Sample	ZA16-86 Chlorites																														
Analysis	**81**	**90**	**91**	**98**	**109**	**111**	**113**	**114**	**116**	**117**	**119**	**122**	**125**	**126**	**129**	**132**	**140**	**141**	**144**	**146**	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**	**9**	**10**	**11**	**12**	**13**
SiO2	24,5	24,1	25,0	23,7	22,6	25,1	24,9	26,7	29,1	26,5	26,2	24,1	31,2	24,9	25,8	25,2	24,5	33,6	23,5	24,3	24,3	23,6	24,8	23,6	23,8	26,0	24,3	23,6	24,3	23,6	23,5
TiO2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,3	0,0	0,0	0,0	0,1	0,2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,5	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,3	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,3
Al2O3	23,4	23,2	23,3	22,0	20,6	23,1	23,3	22,8	23,9	24,3	23,6	23,7	26,0	23,7	24,4	23,3	22,7	22,0	23,3	22,7	22,9	22,6	22,2	21,9	22,5	23,5	23,3	22,5	22,4	22,6	22,8
Cr2O3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
FeO	29,9	30,0	30,7	32,9	34,3	29,4	28,5	27,6	25,5	29,3	28,1	31,6	23,2	28,8	27,5	28,7	30,5	28,2	31,6	30,7	31,4	31,8	31,4	31,3	31,6	28,9	30,1	31,0	30,2	33,1	33,4
MnO	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1
MgO	9,9	9,7	9,2	9,0	8,3	9,9	10,6	11,1	8,1	8,6	9,2	8,9	7,5	9,1	9,1	9,4	8,9	1,1	8,3	8,7	9,0	9,6	7,2	7,1	9,4	8,4	9,4	8,4	9,0	7,5	7,9
CaO	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Na2O	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
K2O	0,1	0,1	0,2	0,4	0,2	0,1	0,2	0,5	2,1	0,7	0,6	0,0	2,7	0,4	0,9	0,3	0,1	6,9	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,6	0,3	0,0	0,1	0,7	0,1
Total	87,9	87,2	88,6	88,2	86,3	87,6	87,6	88,8	89,0	89,7	87,9	88,5	90,9	87,1	87,9	87,1	87,1	92,6	86,9	86,7	87,8	87,9	86,0	84,2	87,7	87,5	87,6	85,8	86,2	87,6	88,1
Si	2,6	2,6	2,7	2,6	2,6	2,7	2,7	2,8	3,0	2,8	2,8	2,6	3,1	2,7	2,7	2,7	2,7	3,4	2,6	2,7	2,6	2,6	2,8	2,7	2,6	2,8	2,6	2,6	2,7	2,6	2,6
Ti	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Al	3,0	3,0	2,9	2,8	2,8	2,9	2,9	2,8	2,9	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	2,9	2,7	3,0	2,9	2,9	2,9	2,9	2,9	2,9	3,0	3,0	3,0	2,9	2,9	3,0
Cr	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Fe	2,7	2,7	2,7	3,0	3,3	2,6	2,5	2,4	2,2	2,6	2,5	2,8	1,9	2,6	2,4	2,6	2,8	2,4	2,9	2,8	2,9	2,9	2,9	3,0	2,9	2,6	2,7	2,9	2,8	3,1	3,1
Mn	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mg	1,6	1,6	1,5	1,5	1,4	1,6	1,7	1,7	1,2	1,3	1,5	1,4	1,1	1,5	1,4	1,5	1,5	0,2	1,4	1,4	1,5	1,6	1,2	1,2	1,5	1,3	1,5	1,4	1,5	1,2	1,3
Ca	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Na	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
K	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,3	0,1	0,1	0,0	0,3	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0
Xmg	0,37	0,37	0,35	0,33	0,30	0,37	0,40	0,42	0,36	0,34	0,37	0,34	0,37	0,36	0,37	0,37	0,34	0,07	0,32	0,34	0,34	0,35	0,29	0,29	0,35	0,34	0,36	0,33	0,35	0,29	0,30

Table. Chemical results from 11-18 muscovites

Sample	B10-13 Muscovites																																													
Analysis	**3**	**4**	**5**	**8**	**9**	**10**	**14**	**16**	**17**	**18**	**20**	**21**	**22**	**23**	**24**	**25**	**26**	**27**	**29**	**31**	**32**	**35**	**39**	**41**	**45**	**49**	**50**	**55**	**56**	**57**	**58**	**61**	**62**	**63**	**64**	**65**	**69**	**70**	**72**	**74**	**75**	**77**	**78**
SiO2	49,7	48,3	45,7	48,8	48,4	47,8	37,8	47,8	48,9	48,2	47,9	49,2	48,5	47,5	47,2	49,6	48,5	48,9	47,8	46,2	48,1	47,5	48,8	48,0	47,9	49,5	48,6	49,5	48,8	49,2	48,4	48,9	48,9	48,8	47,8	48,1	48,6	47,7	48,1	48,0	47,5	47,3	48,3
TiO2	0,2	0,1	0,3	0,1	0,4	0,0	23,5	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,2	0,0	0,3	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,2	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	2,0	0,1
Al2O3	32,2	33,7	32,1	34,3	31,1	34,4	25,0	34,6	32,4	34,0	34,3	33,3	34,7	34,9	36,3	31,4	33,6	32,6	34,4	34,3	34,4	34,2	34,0	34,3	34,1	32,9	33,9	33,6	34,5	33,2	34,5	33,7	34,5	32,9	34,2	34,1	34,5	34,3	33,3	33,8	32,1	33,3	34,2
Cr2O3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
FeO	1,5	1,5	4,0	1,2	1,7	1,3	1,6	1,1	1,7	1,4	1,2	1,3	0,5	1,1	0,8	1,5	1,8	2,4	1,4	1,9	1,8	1,6	1,8	1,4	1,5	1,5	1,2	1,5	1,4	1,8	1,3	1,6	1,4	1,8	1,3	1,5	1,4	1,2	1,6	1,5	2,1	1,5	1,5
MnO	-0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
MgO	1,5	1,1	2,3	0,8	1,6	0,8	1,0	0,9	1,0	0,9	0,9	1,0	1,1	0,9	0,5	1,3	0,9	1,0	1,0	1,1	0,9	1,0	1,1	1,1	1,0	0,7	1,0	1,0	1,0	1,1	0,9	1,2	0,8	1,2	0,9	0,9	0,8	0,9	1,2	0,9	1,3	1,1	1,1
CaO	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,2	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Na2O	0,1	0,2	0,2	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,3	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1
K2O	11,0	10,6	10,8	10,5	11,0	10,2	8,1	11,0	10,3	11,0	10,8	10,9	11,2	11,1	11,4	10,2	10,9	10,7	11,0	11,1	11,3	11,2	10,9	11,0	11,2	10,0	11,0	10,4	10,5	10,5	11,0	11,1	10,2	10,8	10,9	10,9	10,3	10,8	10,8	10,5	10,8	10,5	10,9
Total	96,0	95,5	95,5	95,9	94,3	94,9	97,4	95,6	94,6	95,8	95,3	96,1	96,1	95,8	96,3	94,5	96,0	95,9	95,8	95,1	96,8	95,7	96,8	96,0	95,8	94,9	95,9	96,4	96,3	95,9	96,2	96,8	96,2	95,7	95,4	95,7	95,8	95,4	95,2	95,0	93,9	95,9	96,1
Si	3,3	3,2	3,1	3,2	3,3	3,2	2,5	3,2	3,3	3,2	3,2	3,2	3,2	3,1	3,1	3,3	3,2	3,2	3,2	3,1	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,3	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,1	3,2
Ti	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	1,2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0
Al	2,5	2,6	2,6	2,7	2,5	2,7	2,0	2,7	2,5	2,6	2,7	2,6	2,7	2,7	2,8	2,5	2,6	2,5	2,7	2,7	2,7	2,7	2,6	2,7	2,7	2,6	2,6	2,6	2,7	2,6	2,7	2,6	2,7	2,6	2,7	2,7	2,7	2,7	2,6	2,7	2,6	2,6	2,7
Cr	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Fe	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Mn	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mg	0,1	0,1	0,2	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Ca	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Na	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
K	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,7	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	1,0	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,8	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
Xmg	0,64	0,55	0,51	0,53	0,63	0,53	0,53	0,62	0,50	0,54	0,56	0,57	0,80	0,57	0,52	0,60	0,47	0,43	0,55	0,51	0,48	0,54	0,52	0,57	0,54	0,45	0,61	0,53	0,56	0,54	0,55	0,57	0,51	0,54	0,56	0,50	0,49	0,59	0,57	0,53	0,52	0,56	0,55

Table. Chemical results from 11-18 muscovites

Sample	ZA16-86 Muscovites																																		
Analysis	**79**	**83**	**85**	**86**	**87**	**89**	**93**	**95**	**97**	**99**	**100**	**101**	**102**	**103**	**104**	**105**	**106**	**107**	**108**	**110**	**112**	**123**	**124**	**128**	**130**	**131**	**133**	**134**	**136**	**137**	**138**	**139**	**147**	**148**	**151**
SiO2	46,1	47,8	46,9	47,8	47,1	47,5	46,2	48,3	49,3	48,0	47,5	43,9	47,5	48,8	50,2	44,7	48,9	47,9	55,7	48,8	45,5	47,7	48,2	48,5	48,8	47,5	48,4	48,0	48,6	45,3	47,5	47,1	49,1	48,9	49,1
TiO2	0,2	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,2	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1
Al2O3	33,6	33,9	34,1	33,8	33,6	33,4	33,3	33,4	32,8	34,3	35,2	33,1	33,9	35,4	34,4	31,9	32,5	34,8	31,9	33,8	32,9	34,2	34,9	32,1	34,4	34,4	33,3	33,7	34,2	33,2	34,2	33,1	35,2	33,2	32,7
Cr2O3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
FeO	5,8	2,8	2,5	2,8	2,6	3,4	2,8	2,0	2,3	1,5	2,1	7,1	2,6	2,2	2,2	2,7	2,4	3,1	2,4	2,5	5,1	2,3	2,4	3,4	2,0	2,8	2,3	2,4	2,5	2,5	2,6	2,5	2,1	2,5	2,7
MnO	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1
MgO	0,9	0,9	0,7	0,8	0,9	0,8	0,8	0,9	1,0	1,0	0,7	1,9	0,8	0,8	1,0	1,0	1,0	0,8	0,6	0,9	1,0	0,7	0,2	1,1	0,9	0,8	0,9	1,0	0,8	0,9	0,8	1,0	0,8	1,0	1,1
CaO	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,1
Na2O	0,2	0,2	0,3	0,2	0,2	0,1	0,3	0,3	0,2	0,2	0,3	0,2	0,3	0,3	0,2	0,2	0,3	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,1	0,2	0,3	0,2	0,2	0,2	0,2	0,3	0,2	0,2	0,2	0,2	0,3
K2O	10,4	10,7	10,7	10,7	11,1	10,7	11,0	9,9	9,8	10,4	10,4	8,4	10,5	10,6	9,9	11,0	9,8	10,7	9,5	10,5	10,3	10,7	10,6	10,4	10,4	10,7	10,2	10,5	10,6	11,2	10,8	10,7	10,2	10,3	9,8
Total	97,1	96,5	95,2	96,1	95,6	96,1	94,6	94,8	95,5	95,4	96,1	94,5	95,5	98,2	98,1	91,6	95,1	97,6	100,5	96,6	95,1	96,0	96,5	95,8	96,7	96,6	95,5	95,9	97,1	93,5	96,3	94,7	97,9	96,0	95,9
Si	3,1	3,2	3,1	3,2	3,1	3,2	3,1	3,2	3,3	3,2	3,1	3,0	3,2	3,1	3,2	3,1	3,2	3,1	3,5	3,2	3,1	3,2	3,2	3,2	3,2	3,1	3,2	3,2	3,2	3,1	3,1	3,2	3,2	3,2	3,2
Ti	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Al	2,6	2,6	2,7	2,6	2,7	2,6	2,7	2,6	2,6	2,7	2,7	2,7	2,7	2,7	2,6	2,6	2,5	2,7	2,3	2,6	2,6	2,7	2,7	2,5	2,6	2,7	2,6	2,6	2,6	2,7	2,7	2,6	2,7	2,6	2,5
Cr	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Fe	0,3	0,2	0,1	0,2	0,1	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,4	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,2	0,1	0,1	0,3	0,1	0,1	0,2	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2
Mn	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mg	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Ca	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Na	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
K	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	1,0	0,8	0,8	0,9	0,9	0,7	0,9	0,9	0,8	1,0	0,8	0,9	0,8	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	1,0	0,9	0,9	0,8	0,9	0,8
Xmg	0,22	0,36	0,32	0,33	0,39	0,29	0,34	0,44	0,43	0,54	0,36	0,32	0,34	0,38	0,46	0,40	0,43	0,31	0,32	0,40	0,27	0,36	0,13	0,36	0,44	0,33	0,42	0,41	0,36	0,40	0,36	0,41	0,41	0,41	0,41

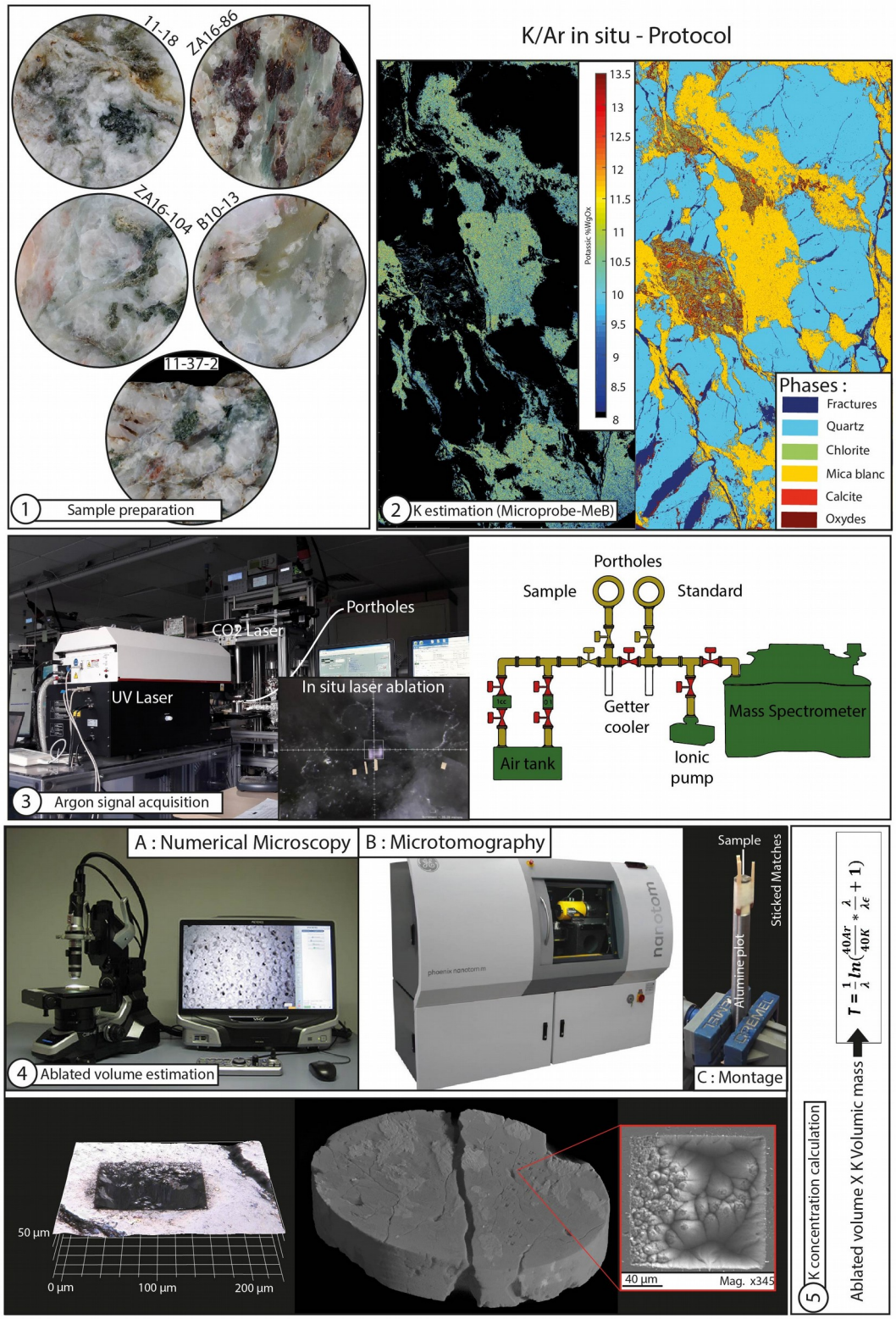
Table. Chemical results from 11-18 muscovites

Sample	ZA16-99 Muscovites																																									
Analysis	**43**	**46**	**48**	**49**	**55**	**57**	**58**	**64**	**69**	**70**	**71**	**77**	**78**	**79**	**83**	**85**	**88**	**91**	**93**	**94**	**96**	**102**	**104**	**107**	**108**	**109**	**111**	**112**	**115**	**118**	**120**	**121**	**124**	**126**	**127**	**130**	**133**	**134**	**136**	**137**
SiO2	53,2	48,3	54,9	48,4	47,9	47,7	47,8	55,2	49,8	49,7	47,1	47,8	47,8	48,0	48,3	48,2	51,2	50,2	48,2	45,4	48,5	57,0	49,1	44,6	49,3	51,2	48,5	58,6	49,5	49,7	53,0	52,7	48,5	47,4	48,2	48,0	46,0	48,0	61,2	47,6
TiO2	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,9	0,0	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,0
Al2O3	26,6	32,8	28,5	33,1	32,5	33,0	33,6	27,9	32,8	32,4	32,1	33,4	33,5	33,4	33,0	32,6	28,2	25,8	33,6	32,1	32,7	26,5	33,2	30,8	33,4	29,0	33,6	26,6	32,1	32,6	30,0	27,3	33,1	34,9	31,1	33,0	32,8	32,5	24,2	34,0
Cr2O3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
FeO	4,5	1,5	0,8	1,3	1,5	1,3	1,2	1,1	1,7	1,5	4,9	1,4	1,7	1,9	1,5	1,7	2,2	9,0	1,4	5,3	1,6	0,9	1,7	1,6	1,1	2,2	1,2	0,7	1,5	1,3	1,6	3,2	1,8	0,8	3,4	1,8	4,7	1,8	1,4	1,4
MnO	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0
MgO	2,3	1,3	0,8	1,3	1,4	1,3	1,1	0,8	1,3	1,4	2,2	1,3	1,2	1,3	1,3	1,6	1,5	3,6	1,2	2,5	1,4	0,7	1,4	1,2	0,9	1,6	1,2	0,5	1,3	1,2	1,4	1,8	1,6	0,7	1,9	1,4	2,2	1,5	1,2	1,2
CaO	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,3	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,2	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,3	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0
Na2O	0,2	0,4	4,3	0,5	0,3	0,2	0,4	4,2	0,8	0,3	0,2	0,2	0,3	0,3	0,2	0,2	0,2	0,1	0,2	0,2	0,3	5,2	0,3	0,2	0,7	0,3	0,2	5,9	0,9	1,1	0,2	0,2	0,2	0,3	0,2	0,3	0,2	0,2	0,1	0,3
K2O	7,2	8,5	5,7	8,7	8,7	8,7	8,1	5,2	8,4	8,8	7,8	8,5	8,5	8,2	8,4	9,0	7,9	5,2	8,5	7,6	8,2	4,7	8,5	8,2	7,6	7,6	8,7	3,8	7,8	7,9	7,9	6,6	8,5	8,3	8,1	8,2	7,7	8,4	6,8	8,1
Total	94,1	93,0	95,2	93,5	92,5	92,5	92,2	94,9	95,0	94,3	94,5	92,9	93,4	93,5	93,0	93,5	91,4	94,0	93,2	93,3	92,8	95,2	94,2	87,7	93,1	92,0	93,6	96,3	93,1	93,9	94,3	92,1	93,8	92,4	93,1	92,7	93,8	92,6	95,2	92,7
Si	3,5	3,2	3,6	3,2	3,2	3,2	3,2	3,6	3,3	3,3	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,5	3,4	3,2	3,1	3,3	3,7	3,3	3,2	3,3	3,4	3,2	3,7	3,3	3,3	3,5	3,5	3,2	3,2	3,3	3,2	3,1	3,2	3,9	3,2
Ti	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Al	2,1	2,6	2,2	2,6	2,6	2,6	2,7	2,1	2,5	2,5	2,5	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,3	2,1	2,7	2,6	2,6	2,0	2,6	2,6	2,6	2,3	2,6	2,0	2,5	2,5	2,3	2,2	2,6	2,8	2,5	2,6	2,6	2,6	1,8	2,7
Cr	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Fe	0,2	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,3	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,5	0,1	0,3	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,0	0,2	0,1	0,3	0,1	0,1	0,1
Mn	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mg	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2	0,4	0,1	0,3	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2	0,1	0,2	0,1	0,2	0,2	0,1	0,1
Ca	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Na	0,0	0,1	0,5	0,1	0,0	0,0	0,0	0,5	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,6	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
K	0,6	0,7	0,5	0,7	0,7	0,7	0,7	0,4	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,8	0,7	0,5	0,7	0,7	0,7	0,4	0,7	0,7	0,6	0,7	0,7	0,3	0,7	0,7	0,7	0,6	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,6	0,7
Xmg	0,48	0,60	0,62	0,63	0,63	0,65	0,62	0,56	0,56	0,62	0,44	0,62	0,57	0,55	0,61	0,62	0,56	0,41	0,61	0,45	0,60	0,59	0,59	0,57	0,59	0,57	0,65	0,56	0,61	0,64	0,60	0,50	0,62	0,60	0,50	0,59	0,46	0,61	0,60	0,60

Table. Chemical results from 11-18 muscovites

Sample	ZA16-99 Chlorites																																									
Analysis	**42**	**44**	**45**	**47**	**50**	**51**	**53**	**56**	**62**	**63**	**65**	**66**	**67**	**68**	**72**	**73**	**74**	**75**	**76**	**84**	**86**	**90**	**92**	**95**	**97**	**98**	**106**	**110**	**113**	**116**	**117**	**119**	**123**	**125**	**128**	**129**	**131**	**132**	**135**	**138**	**139**	**140**
SiO2	25,3	26,4	26,2	26,1	27,8	25,1	25,7	27,4	25,1	26,4	26,8	25,6	26,3	25,6	30,7	24,2	26,2	25,8	26,0	26,4	24,8	32,9	25,1	26,0	25,3	25,4	24,8	22,9	25,3	25,8	26,3	23,5	26,8	25,5	25,3	25,3	25,9	26,0	26,3	32,3	25,2	28,8
TiO2	0,0	0,0	0,2	0,1	6,0	1,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,2	0,2	0,5	0,0	8,8	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,0
Al2O3	21,9	20,2	19,0	19,0	21,6	21,2	22,2	23,4	22,1	19,6	20,8	21,4	21,7	20,6	24,3	21,6	21,7	21,1	21,4	22,2	21,2	21,6	21,7	20,5	21,6	20,4	21,9	19,8	21,0	20,5	22,2	19,3	20,5	21,2	21,9	20,8	21,4	21,2	22,0	25,9	20,6	22,5
Cr2O3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
FeO	28,5	29,7	29,5	30,0	21,0	27,9	28,7	26,5	29,0	27,8	28,5	26,4	27,4	30,3	23,9	28,7	28,5	28,3	28,1	28,3	29,0	14,3	28,5	29,0	29,5	28,9	29,4	28,5	29,4	29,5	27,9	28,1	28,5	29,0	29,7	29,3	26,5	25,4	27,3	19,8	28,3	25,9
MnO	0,3	0,4	0,4	0,4	0,4	0,3	0,4	0,3	0,4	0,3	0,4	0,4	0,3	0,4	0,3	0,4	0,3	0,4	0,4	0,3	0,4	0,2	0,3	0,3	0,4	0,4	0,3	0,2	0,4	0,3	0,4	0,3	0,2	0,3	0,4	0,4	0,4	0,4	0,3	0,2	0,4	0,4
MgO	11,0	11,8	12,3	11,9	9,0	12,1	10,9	9,4	11,2	11,9	11,9	13,3	11,9	11,3	9,1	11,0	11,1	11,9	12,1	10,4	11,4	5,3	10,9	11,5	10,9	11,4	10,2	11,5	11,3	11,5	10,5	11,5	10,7	11,4	11,2	11,0	13,2	13,3	12,0	7,0	12,1	9,8
CaO	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,3	0,1	0,1	0,0	0,1	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,4	0,1	4,8	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Na2O	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0
K2O	0,0	0,2	0,0	0,0	1,6	0,0	0,2	0,8	0,0	0,2	0,2	0,0	0,1	0,1	1,5	0,0	0,1	0,1	0,0	0,2	0,1	2,8	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,3	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,4	3,3	0,1	1,3
Total	87,2	88,9	87,7	87,7	87,5	87,8	88,2	88,1	87,9	86,6	88,8	87,3	87,8	88,6	90,0	86,1	88,0	87,9	88,3	88,7	86,9	90,9	86,9	87,7	88,0	86,7	86,9	83,1	87,6	88,0	87,8	82,9	86,9	87,8	88,6	87,1	87,6	86,5	88,5	88,8	87,0	88,8
Si	2,7	2,8	2,8	2,8	2,9	2,7	2,7	2,9	2,7	2,9	2,8	2,7	2,8	2,7	3,1	2,7	2,8	2,8	2,8	2,8	2,7	3,2	2,7	2,8	2,7	2,8	2,7	2,6	2,7	2,8	2,8	2,7	2,9	2,7	2,7	2,7	2,7	2,8	2,8	3,2	2,7	3,0
Ti	0,0	0,0	0,0	0,0	0,5	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,6	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Al	2,8	2,5	2,4	2,4	2,6	2,7	2,8	2,9	2,8	2,5	2,6	2,7	2,7	2,6	2,9	2,8	2,7	2,7	2,7	2,8	2,7	2,5	2,8	2,6	2,7	2,6	2,8	2,7	2,7	2,6	2,8	2,6	2,6	2,7	2,8	2,7	2,7	2,7	2,7	3,0	2,6	2,7
Cr	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Fe	2,6	2,6	2,7	2,7	1,8	2,5	2,6	2,3	2,6	2,5	2,5	2,3	2,4	2,7	2,0	2,6	2,5	2,5	2,5	2,5	2,6	1,2	2,6	2,6	2,7	2,6	2,7	2,7	2,7	2,7	2,5	2,7	2,6	2,6	2,6	2,7	2,3	2,3	2,4	1,7	2,6	2,2
Mn	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mg	1,8	1,9	2,0	1,9	1,4	1,9	1,7	1,5	1,8	1,9	1,9	2,1	1,9	1,8	1,4	1,8	1,8	1,9	1,9	1,6	1,9	0,8	1,8	1,8	1,8	1,8	1,7	2,0	1,8	1,8	1,7	2,0	1,7	1,8	1,8	1,8	2,1	2,1	1,9	1,0	2,0	1,5
Ca	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Na	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
K	0,0	0,0	0,0	0,0	0,2	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,4	0,0	0,2
Xmg	0,41	0,41	0,43	0,41	0,43	0,44	0,40	0,39	0,41	0,43	0,43	0,47	0,44	0,40	0,40	0,41	0,41	0,43	0,43	0,40	0,41	0,40	0,41	0,41	0,40	0,41	0,38	0,42	0,41	0,41	0,40	0,42	0,40	0,41	0,40	0,40	0,47	0,48	0,44	0,39	0,43	0,40

9.2 K/Ar - Protocole



9.3 K/Ar - Détails Données Microsonde - Muscovites

Table. K-Ar insitu – Chemical results from ZA16-86 muscovites (1st Session)

Sample	ZA16-104																																				
Analysis	**156**	**157**	**161**	**162**	**167**	**172**	**174**	**177**	**178**	**179**	**182**	**183**	**186**	**188**	**191**	**194**	**196**	**197**	**199**	**208**	**209**	**210**	**212**	**214**	**215**	**217**	**222**	**223**	**225**	**227**	**228**	**230**	**231**	**232**	**235**
SiO2	48,2	51,3	47,9	48,3	48,2	46,9	48,6	47,8	47,2	49,4	49,5	46,9	50,0	48,9	50,1	49,0	49,4	48,4	49,1	49,1	48,9	49,0	49,7	50,2	49,0	49,4	48,3	49,6	47,0	49,2	48,5	48,6	48,8	45,8	48,4
TiO2	0,0	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,0	0,2	0,1	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2	0,3	0,1
Al2O3	34,0	33,8	33,3	33,0	34,0	33,7	34,8	34,7	34,7	35,0	34,2	33,9	33,3	32,9	33,5	34,0	33,9	33,3	34,7	33,9	33,6	32,3	34,2	35,5	33,4	35,0	34,3	33,9	34,0	33,6	34,1	34,5	34,2	32,6	33,7
Cr2O3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
FeO	0,9	1,2	1,1	1,3	1,5	2,8	1,6	1,4	1,0	0,9	1,2	3,2	1,0	1,8	1,0	1,4	1,2	1,2	1,3	1,0	1,3	1,5	1,0	0,9	1,3	0,8	1,0	1,5	1,3	1,6	1,5	1,7	2,0	1,4	1,6
MnO	0,0	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	-0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1
MgO	1,2	1,4	1,4	1,4	1,4	1,5	1,1	1,0	1,0	1,0	1,3	1,8	1,4	1,4	1,2	1,3	1,3	1,1	1,1	1,3	1,2	1,5	1,2	1,2	1,3	1,1	1,0	1,4	1,0	1,5	1,2	1,1	1,3	1,1	1,1
CaO	0,0	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,2	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0
Na2O	0,1	0,2	0,1	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,2	0,2	0,3	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
K2O	10,7	9,9	10,8	11,0	10,9	10,1	9,9	10,1	10,5	10,5	10,8	9,7	10,1	10,5	10,1	10,7	10,7	10,5	10,5	10,5	10,7	10,4	10,9	10,2	10,7	10,7	10,4	10,7	10,1	10,5	11,1	10,4	10,0	10,3	10,5
Total	95,1	97,9	94,8	95,3	96,3	95,4	96,3	95,6	94,6	97,2	97,2	96,0	96,0	95,8	96,2	96,8	96,8	94,9	97,0	95,9	95,9	95,0	97,2	98,4	96,0	97,3	95,5	97,5	94,1	96,7	96,9	96,5	96,7	91,8	95,8
Si	3,2	3,3	3,2	3,2	3,2	3,1	3,2	3,2	3,1	3,2	3,2	3,1	3,3	3,2	3,3	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,3	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2
Ti	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Al	2,7	2,5	2,6	2,6	2,6	2,6	2,7	2,7	2,7	2,7	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,7	2,6	2,6	2,5	2,6	2,7	2,6	2,7	2,7	2,6	2,7	2,6	2,6	2,7	2,6	2,7	2,6
Cr	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Fe	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Mn	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mg	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Ca	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Na	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
K	0,9	0,8	0,9	0,9	0,9	0,9	0,8	0,9	0,9	0,9	0,9	0,8	0,8	0,9	0,8	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,8	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,8	0,9	0,9
Xmg	0,69	0,68	0,69	0,65	0,63	0,49	0,55	0,56	0,65	0,66	0,66	0,50	0,71	0,59	0,69	0,62	0,67	0,61	0,60	0,70	0,62	0,65	0,70	0,70	0,63	0,70	0,65	0,61	0,58	0,62	0,59	0,53	0,54	0,58	0,56
densité	2,85	2,88	2,87	2,86	2,86	2,89	2,86	2,87	2,85	2,87	2,85	2,93	2,84	2,86	2,84	2,85	2,85	2,85	2,85	2,85	2,86	2,88	2,85	2,86	2,86	2,85	2,86	2,87	2,89	2,87	2,86	2,88	2,86	2,88	2,86
mV(K)	0,25	0,23	0,26	0,26	0,26	0,24	0,23	0,24	0,25	0,24	0,25	0,23	0,24	0,25	0,24	0,25	0,25	0,25	0,24	0,25	0,25	0,25	0,25	0,23	0,25	0,25	0,25	0,25	0,24	0,25	0,26	0,24	0,24	0,26	0,25

Table. K-Ar insitu – Chemical results from B10-13 muscovites (2nd session)

Sample	B10-13 (2018)																																		
Analysis	**46**	**47**	**48**	**49**	**50**	**51**	**52**	**53**	**54**	**55**	**56**	**57**	**58**	**59**	**60**	**61**	**62**	**63**	**64**	**65**	**66**	**67**	**68**	**69**	**70**	**71**	**72**	**73**	**74**	**75**	**76**	**77**	**78**	**79**
SiO2	47,2	46,5	49,3	48,6	49,4	48,6	49,7	47,5	48,7	49,5	47,5	48,6	48,8	48,8	44,2	47,1	46,6	47,2	46,8	48,9	45,4	49,6	49,1	47,8	50,1	48,1	47,6	47,8	47,9	48,7	50,2	47,9	48,4	48,8
TiO2	0,3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Al2O3	37,8	37,1	38,7	37,6	37,9	38,4	37,7	35,9	37,2	36,9	34,8	38,6	37,2	36,7	35,3	36,0	35,9	34,8	34,6	37,5	33,7	37,9	36,3	37,0	37,2	33,7	36,9	34,1	35,8	37,7	37,3	36,2	36,5	35,8
Cr2O3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
FeO	1,4	1,3	0,7	2,0	1,5	1,4	1,5	1,5	1,6	1,4	1,4	1,1	1,6	1,4	1,6	1,5	1,5	1,9	1,8	1,3	1,7	1,6	1,6	1,4	1,1	1,9	1,4	1,6	1,6	1,5	1,6	1,9	1,6	1,6
MnO	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
MgO	0,8	0,7	0,4	0,9	0,9	0,7	0,8	1,0	0,8	0,9	0,7	0,8	1,0	1,0	0,9	1,0	0,9	1,2	1,2	0,9	1,0	0,6	1,2	1,0	0,8	1,3	1,0	1,1	1,0	0,8	1,0	1,0	1,0	0,9
CaO	0,1	0,2	0,2	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,3	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,3	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,2
Na2O	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
K2O	9,5	9,1	8,5	9,6	9,1	9,6	8,8	9,4	9,0	8,8	8,2	9,5	9,6	9,6	9,1	9,0	9,0	8,9	8,8	8,0	9,1	8,6	9,1	9,6	8,3	8,5	9,0	9,4	9,5	9,0	9,3	9,0	9,2	8,7
Total	97,5	95,0	98,0	98,9	99,0	99,2	98,6	95,6	97,8	97,9	93,0	99,1	98,6	97,9	91,4	94,8	94,1	94,2	93,5	96,8	91,2	98,4	97,5	97,1	97,7	93,9	96,1	94,5	96,2	98,0	99,6	96,1	97,0	96,2
Si	3,0	3,1	3,1	3,1	3,1	3,1	3,1	3,1	3,1	3,2	3,2	3,1	3,1	3,1	3,0	3,1	3,1	3,1	3,1	3,1	3,1	3,1	3,1	3,1	3,2	3,2	3,1	3,2	3,1	3,1	3,1	3,1	3,1	3,2
Ti	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Al	2,9	2,9	2,9	2,8	2,8	2,9	2,8	2,8	2,8	2,8	2,7	2,9	2,8	2,8	2,9	2,8	2,8	2,7	2,7	2,8	2,7	2,8	2,7	2,8	2,8	2,6	2,8	2,7	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,7
Cr	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Fe	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Mn	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mg	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Ca	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Na	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
K	0,8	0,8	0,7	0,8	0,7	0,8	0,7	0,8	0,7	0,7	0,7	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,6	0,8	0,7	0,7	0,8	0,7	0,7	0,7	0,8	0,8	0,7	0,7	0,7	0,8	0,7
Xmg	0,51	0,50	0,54	0,46	0,52	0,47	0,48	0,54	0,48	0,52	0,47	0,56	0,53	0,56	0,51	0,55	0,51	0,53	0,54	0,55	0,52	0,42	0,57	0,54	0,56	0,56	0,54	0,54	0,53	0,50	0,52	0,47	0,53	0,52
densité	2,89	2,89	2,87	2,88	2,88	2,89	2,87	2,87	2,91	2,89	2,90	2,87	2,88	2,88	2,87	2,88	2,88	2,89	2,89	2,88	2,88	2,86	2,88	2,87	2,87	2,91	2,88	2,92	2,90	2,89	2,88	2,88	2,88	2,89
mV(K)	0,22	0,22	0,20	0,22	0,21	0,22	0,20	0,23	0,21	0,20	0,20	0,22	0,22	0,23	0,23	0,22	0,22	0,22	0,22	0,19	0,23	0,20	0,21	0,23	0,19	0,21	0,21	0,23	0,23	0,21	0,21	0,21	0,22	0,21

Table. K-Ar insitu – Chemical results from 11-37-2 muscovites (1st Session)

Sample											11-37-2														
Analysis	SiO2	TiO2	Al2O3	Cr2O3	FeO	MnO	MgO	CaO	Na2O	K2O	Total	Si	Ti	Al	Cr	Fe	Mn	Mg	Ca	Na	K	Xmg	densité	mV(K)
240	46,1	0,1	33,0	0,0	1,5	0,0	1,4	0,0	0,2	10,1	92,3	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,62	2,86	0,25
241	48,9	0,0	34,3	0,0	1,4	0,0	1,2	0,0	0,1	10,6	96,6	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,60	2,85	0,25
243	46,0	0,1	32,0	0,0	3,5	0,0	2,3	0,1	0,3	9,3	93,5	3,1	0,0	2,6	0,0	0,2	0,0	0,2	0,0	0,0	0,8	0,54	2,91	0,23
244	49,9	0,0	35,1	0,0	1,0	0,0	1,0	0,0	0,1	10,3	97,4	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,8	0,64	2,84	0,24
247	49,0	0,0	34,7	0,0	1,0	0,0	1,1	0,1	0,2	10,6	96,6	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,65	2,86	0,25
248	49,9	0,0	35,3	0,0	1,4	0,0	1,0	0,0	0,2	10,4	98,2	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,56	2,86	0,24
249	47,9	0,0	35,3	0,0	1,2	0,0	0,9	0,0	0,3	10,7	96,4	3,1	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,58	2,84	0,25
251	47,4	0,0	33,1	0,0	1,3	0,0	1,3	0,0	0,1	11,0	94,2	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,64	2,85	0,27
253	47,8	0,2	33,4	0,0	2,4	0,0	1,3	0,1	0,2	10,8	96,0	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,49	2,88	0,26
254	50,4	0,1	33,7	0,0	0,9	0,0	1,3	0,0	0,1	9,8	96,3	3,3	0,0	2,6	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,8	0,71	2,84	0,23
255	47,9	0,1	33,6	0,0	1,9	0,0	1,4	0,0	0,2	10,8	96,0	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,56	2,85	0,26
258	44,9	0,1	32,6	0,0	4,7	0,0	2,5	0,0	0,1	9,1	94,1	3,1	0,0	2,6	0,0	0,3	0,0	0,3	0,0	0,0	0,8	0,48	2,92	0,22
260	44,5	0,2	31,5	0,0	5,7	0,1	3,2	0,0	0,1	9,0	94,3	3,1	0,0	2,5	0,0	0,3	0,0	0,3	0,0	0,0	0,8	0,50	2,93	0,22
265	49,4	0,0	35,2	0,0	0,8	0,0	1,2	0,0	0,2	10,7	97,6	3,2	0,0	2,7	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,73	2,84	0,25
266	47,5	0,2	33,4	0,0	1,7	0,0	1,2	0,0	0,2	10,8	95,0	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,55	2,86	0,26
267	48,7	0,1	34,2	0,0	1,9	0,0	1,0	0,0	0,2	10,8	97,0	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,50	2,86	0,26
269	46,4	0,1	35,7	0,0	2,2	0,0	0,9	0,1	0,3	10,7	96,2	3,1	0,0	2,8	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,41	2,88	0,25
270	48,7	0,0	36,5	0,0	1,0	0,0	0,6	0,0	0,2	10,4	97,4	3,1	0,0	2,8	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,49	2,85	0,24
273	45,9	0,4	32,5	0,0	4,8	0,0	2,8	0,0	0,1	9,4	95,9	3,1	0,0	2,6	0,0	0,3	0,0	0,3	0,0	0,0	0,8	0,51	2,91	0,23
278	44,6	0,9	30,9	0,0	4,5	0,0	2,7	0,0	0,1	9,3	93,1	3,1	0,0	2,5	0,0	0,3	0,0	0,3	0,0	0,0	0,8	0,51	2,93	0,23
280	46,5	0,3	34,1	0,0	2,9	0,0	1,9	0,0	0,2	10,0	96,0	3,1	0,0	2,7	0,0	0,2	0,0	0,2	0,0	0,0	0,8	0,54	2,89	0,24
282	45,9	0,3	32,4	0,0	2,2	0,0	1,2	0,1	0,2	10,8	93,0	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,48	2,88	0,27
285	45,9	0,1	33,3	0,0	3,4	0,1	2,2	0,1	0,1	9,8	94,9	3,1	0,0	2,6	0,0	0,2	0,0	0,2	0,0	0,0	0,8	0,54	2,90	0,24
288	47,3	0,2	34,4	0,0	1,7	0,0	1,0	0,1	0,3	10,7	95,8	3,1	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,53	2,88	0,26
289	48,8	0,1	34,1	0,0	1,5	0,0	1,0	0,0	0,2	10,3	95,9	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,54	2,86	0,24
290	49,0	0,0	35,3	0,0	1,1	0,1	0,9	0,0	0,2	10,0	96,6	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,8	0,60	2,84	0,23
291	48,5	0,0	33,7	0,0	1,0	0,1	1,3	0,0	0,2	10,6	95,3	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,70	2,84	0,25
293	47,8	0,1	34,2	0,0	1,1	0,0	1,1	0,0	0,2	10,8	95,4	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,64	2,85	0,26
295	48,5	0,1	32,5	0,0	2,0	0,0	1,5	0,0	0,2	10,6	95,4	3,2	0,0	2,5	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,57	2,86	0,25
297	48,9	0,0	34,6	0,0	1,5	0,0	1,2	0,0	0,2	10,5	96,9	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,60	2,85	0,25
299	47,7	0,0	34,2	0,0	2,8	0,1	1,8	0,0	0,2	9,5	96,3	3,1	0,0	2,6	0,0	0,2	0,0	0,2	0,0	0,0	0,8	0,54	2,89	0,23
279	48,2	0,0	33,8	0,0	1,1	0,0	1,2	0,0	0,2	8,6	93,0	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,66	2,85	0,21
286	46,4	0,1	34,8	0,0	1,5	0,0	0,8	0,0	0,2	8,4	92,2	3,1	0,0	2,8	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,48	2,86	0,21
287	48,7	0,1	33,0	0,0	1,7	0,1	1,2	0,0	0,1	8,4	93,2	3,3	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,56	2,86	0,20
290	49,4	0,0	32,9	0,0	1,0	0,0	1,6	0,0	0,1	8,2	93,3	3,3	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,7	0,75	2,85	0,20
292	46,8	0,1	33,3	0,0	1,8	0,0	1,1	0,0	0,2	8,8	92,1	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,8	0,52	2,87	0,22
295	46,8	0,0	33,5	0,0	1,5	0,0	1,2	0,0	0,2	9,1	92,3	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,8	0,58	2,86	0,22
297	47,7	0,1	33,3	0,0	1,9	0,0	1,3	0,1	0,2	8,5	93,0	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,54	2,88	0,21
298	48,8	0,0	31,2	0,0	2,4	0,0	1,7	0,0	0,1	8,9	93,2	3,3	0,0	2,5	0,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,8	0,56	2,87	0,22
300	48,0	0,0	33,3	0,0	1,1	0,0	1,3	0,0	0,1	8,4	92,2	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,67	2,85	0,20
301	48,3	0,1	33,6	0,0	1,7	0,0	1,4	0,0	0,2	8,8	94,0	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,59	2,87	0,21
302	46,8	2,4	32,1	0,1	1,4	0,0	1,8	0,0	0,1	8,2	92,9	3,2	0,1	2,5	0,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,7	0,69	2,88	0,20
304	46,9	0,2	33,5	0,0	1,5	0,0	1,6	0,0	0,1	8,5	92,4	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,7	0,65	2,86	0,21
305	46,7	0,2	33,3	0,0	2,2	0,0	2,0	0,0	0,1	8,5	93,1	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,7	0,62	2,88	0,21
308	46,5	0,1	34,0	0,0	1,6	0,0	1,1	0,0	0,1	9,0	92,6	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,8	0,54	2,87	0,22
309	46,4	0,1	32,6	0,0	1,5	0,0	1,4	0,0	0,1	9,2	91,3	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,8	0,61	2,86	0,23
314	45,5	0,3	32,8	0,0	2,5	0,1	2,1	0,0	0,1	7,7	91,1	3,1	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,7	0,59	2,89	0,19
318	45,1	0,3	31,3	0,0	4,3	0,0	3,2	0,0	0,1	7,8	92,2	3,1	0,0	2,5	0,0	0,2	0,0	0,3	0,0	0,0	0,7	0,57	2,93	0,19
319	44,9	0,3	33,0	0,0	2,2	0,0	1,7	0,0	0,1	9,3	91,6	3,1	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,8	0,58	2,87	0,23
322	46,9	0,3	33,8	0,0	1,8	0,0	1,5	0,0	0,2	8,9	93,4	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,8	0,60	2,87	0,22
331	46,5	0,2	32,6	0,0	1,9	0,0	1,3	0,0	0,2	9,3	92,2	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,8	0,55	2,87	0,23
333	47,3	0,0	32,8	0,0	1,7	0,0	1,3	0,3	0,2	8,9	92,5	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,8	0,57	2,92	0,22
334	48,2	0,1	31,9	0,0	2,2	0,0	1,6	0,1	0,1	8,9	93,0	3,3	0,0	2,5	0,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,8	0,56	2,88	0,22
343	45,7	0,1	34,6	0,0	3,0	0,0	1,8	0,0	0,1	8,7	94,1	3,1	0,0	2,7	0,0	0,2	0,0	0,2	0,0	0,0	0,7	0,51	2,89	0,21
345	49,5	0,1	33,3	0,0	1,2	0,0	1,2	0,0	0,1	8,5	94,0	3,3	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,63	2,85	0,20
350	45,6	0,1	31,7	0,0	1,7	0,0	1,5	0,0	0,2	9,3	90,2	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,8	0,60	2,86	0,23
352	43,8	0,2	31,3	0,0	4,6	0,1	2,6	0,0	0,1	8,1	90,8	3,1	0,0	2,6	0,0	0,3	0,0	0,3	0,0	0,0	0,7	0,50	2,93	0,21

Table. K-Ar insitu – Chemical results from B10-13 muscovites (1st Session)

Sample											B10-13													
Analysis	**SiO2**	**TiO2**	**Al2O3**	**Cr2O3**	**FeO**	**MnO**	**MgO**	**CaO**	**Na2O**	**K2O**	**Total**	**Si**	**Ti**	**Al**	**Cr**	**Fe**	**Mn**	**Mg**	**Ca**	**Na**	**K**	**Xmg**	**densité**	**mV(K)**
3	49,7	0,2	32,2	0,0	1,5	-0,1	1,5	0,0	0,1	11,0	96,0	3,3	0,0	2,5	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,64	2,85	0,26
4	48,3	0,1	33,7	0,0	1,5	0,0	1,1	0,1	0,2	10,6	95,5	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,55	2,87	0,25
5	45,7	0,3	32,1	0,0	4,0	0,1	2,3	0,0	0,2	10,8	95,5	3,1	0,0	2,6	0,0	0,2	0,0	0,2	0,0	0,0	0,9	0,51	2,90	0,26
8	48,8	0,1	34,3	0,0	1,2	0,0	0,8	0,0	0,1	10,5	95,9	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,53	2,85	0,25
9	48,4	0,4	31,1	0,0	1,7	0,1	1,6	0,0	0,1	11,0	94,3	3,3	0,0	2,5	0,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,9	0,63	2,86	0,27
10	47,8	0,0	34,4	0,0	1,3	0,0	0,8	0,2	0,2	10,2	94,9	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,53	2,89	0,24
16	47,8	0,1	34,6	0,0	1,1	0,0	0,9	0,0	0,1	11,0	95,6	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,62	2,84	0,26
17	48,9	0,1	32,4	0,0	1,7	0,0	1,0	0,0	0,1	10,3	94,6	3,3	0,0	2,5	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,50	2,85	0,25
18	48,2	0,0	34,0	0,0	1,4	0,0	0,9	0,0	0,2	11,0	95,8	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,54	2,86	0,26
20	47,9	0,1	34,3	0,0	1,2	0,0	0,9	0,1	0,1	10,8	95,3	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,56	2,87	0,26
21	49,2	0,1	33,3	0,0	1,3	0,0	1,0	0,0	0,1	10,9	96,1	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,57	2,85	0,26
22	48,5	0,1	34,7	0,0	0,5	0,0	1,1	0,0	0,1	11,2	96,1	3,2	0,0	2,7	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,80	2,84	0,26
23	47,5	0,2	34,9	0,0	1,1	0,0	0,9	0,0	0,2	11,1	95,8	3,1	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,57	2,85	0,26
24	47,2	0,0	36,3	0,0	0,8	0,0	0,5	0,0	0,1	11,4	96,3	3,1	0,0	2,8	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	1,0	0,52	2,84	0,27
25	49,6	0,3	31,4	0,0	1,5	0,0	1,3	0,0	0,1	10,2	94,5	3,3	0,0	2,5	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,60	2,85	0,24
26	48,5	0,1	33,6	0,0	1,8	0,0	0,9	0,0	0,1	10,9	96,0	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,47	2,86	0,26
27	48,9	0,1	32,6	0,0	2,4	0,0	1,0	0,0	0,1	10,7	95,9	3,2	0,0	2,5	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,43	2,87	0,25
29	47,8	0,1	34,4	0,0	1,4	0,0	1,0	0,1	0,1	11,0	95,8	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,55	2,87	0,26
31	46,2	0,1	34,3	0,0	1,9	0,1	1,1	0,0	0,3	11,1	95,1	3,1	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,51	2,86	0,27
32	48,1	0,1	34,4	0,0	1,8	0,0	0,9	0,0	0,1	11,3	96,8	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,48	2,86	0,27
35	47,5	0,1	34,2	0,0	1,6	0,0	1,0	0,0	0,1	11,2	95,7	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,54	2,86	0,27
39	48,8	0,1	34,0	0,0	1,8	0,0	1,1	0,0	0,1	10,9	96,8	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,52	2,86	0,26
41	48,0	0,0	34,3	0,0	1,4	0,0	1,1	0,0	0,2	11,0	96,0	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,57	2,86	0,26
45	47,9	0,0	34,1	0,0	1,5	0,0	1,0	0,0	0,1	11,2	95,8	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,54	2,85	0,27
49	49,5	0,0	32,9	0,0	1,5	0,0	0,7	0,1	0,1	10,0	94,9	3,3	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,8	0,45	2,87	0,24
50	48,6	0,1	33,9	0,0	1,2	0,0	1,0	0,0	0,1	11,0	95,9	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,61	2,85	0,26
55	49,5	0,2	33,6	0,0	1,5	0,1	1,0	0,1	0,2	10,4	96,4	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,53	2,86	0,24
56	48,8	0,0	34,5	0,0	1,4	0,0	1,0	0,0	0,1	10,5	96,3	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,56	2,86	0,25
57	49,2	0,0	33,2	0,0	1,8	0,0	1,1	0,0	0,1	10,5	95,9	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,54	2,86	0,25
58	48,4	0,0	34,5	0,0	1,3	0,0	0,9	0,0	0,2	11,0	96,2	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,55	2,85	0,26
61	48,9	0,1	33,7	0,0	1,6	0,0	1,2	0,1	0,2	11,1	96,8	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,57	2,87	0,26
62	48,9	0,1	34,5	0,0	1,4	0,0	0,8	0,2	0,1	10,2	96,2	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,51	2,88	0,24
63	48,8	0,0	32,9	0,0	1,8	0,0	1,2	0,1	0,1	10,8	95,7	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,54	2,87	0,26
64	47,8	0,0	34,2	0,0	1,3	0,0	0,9	0,1	0,1	10,9	95,4	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,56	2,86	0,26
65	48,1	0,0	34,1	0,0	1,5	0,0	0,9	0,1	0,1	10,9	95,7	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,50	2,87	0,26
69	48,6	0,0	34,5	0,0	1,4	0,0	0,8	0,1	0,2	10,3	95,8	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,49	2,86	0,24
70	47,7	0,1	34,3	0,0	1,2	0,1	0,9	0,1	0,2	10,8	95,4	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,59	2,86	0,26
72	48,1	0,0	33,3	0,0	1,6	0,0	1,2	0,0	0,2	10,8	95,2	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,57	2,86	0,26
74	48,0	0,0	33,8	0,0	1,5	0,0	0,9	0,0	0,1	10,5	95,0	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,53	2,86	0,25
75	47,5	0,0	32,1	0,0	2,1	0,0	1,3	0,0	0,1	10,8	93,9	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,52	2,86	0,26
77	47,3	2,0	33,3	0,0	1,5	0,0	1,1	0,0	0,1	10,5	95,9	3,1	0,1	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,56	2,87	0,25
78	48,3	0,1	34,2	0,0	1,5	0,0	1,1	0,0	0,1	10,9	96,1	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,9	0,55	2,85	0,26
243	49,6	0,0	33,8	0,0	1,4	0,0	1,0	0,0	0,1	8,4	94,3	3,3	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,55	2,86	0,20
244	44,7	0,0	32,8	0,0	1,5	0,0	0,9	0,0	0,2	8,8	89,1	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,8	0,51	2,86	0,22

Table. K-Ar insitu – Chemical results from 11-37-2 muscovites (2nd session)

Sample											11-37-2 (2018)														
Analysis	**SiO2**	**TiO2**	**Al2O3**	**Cr2O3**	**FeO**	**MnO**	**MgO**	**CaO**	**Na2O**	**K2O**	**Total**	**Si**	**Ti**	**Al**	**Cr**	**Fe**	**Mn**	**Mg**	**Ca**	**Na**	**K**	**Xmg**	**densité**	**mV(K)**
279	48,2	0,0	33,8	0,0	1,1	0,0	1,2	0,0	0,2	8,6	93,0	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,66	2,85	0,21
286	46,4	0,1	34,8	0,0	1,5	0,0	0,8	0,0	0,2	8,4	92,2	3,1	0,0	2,8	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,48	2,86	0,21
287	48,7	0,1	33,0	0,0	1,7	0,1	1,2	0,0	0,1	8,4	93,2	3,3	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,56	2,86	0,20
290	49,4	0,0	32,9	0,0	1,0	0,0	1,6	0,0	0,1	8,2	93,3	3,3	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,7	0,75	2,85	0,20
292	46,8	0,1	33,3	0,0	1,8	0,0	1,1	0,0	0,2	8,8	92,1	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,8	0,52	2,87	0,22
295	46,8	0,0	33,5	0,0	1,5	0,0	1,2	0,0	0,2	9,1	92,3	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,8	0,58	2,86	0,23
297	47,7	0,1	33,3	0,0	1,9	0,0	1,3	0,1	0,2	8,5	93,0	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,54	2,88	0,21
298	48,8	0,0	31,2	0,0	2,4	0,0	1,7	0,0	0,1	8,9	93,2	3,3	0,0	2,5	0,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,8	0,56	2,87	0,22
300	48,0	0,0	33,3	0,0	1,1	0,0	1,3	0,0	0,1	8,4	92,2	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,67	2,85	0,21
301	48,3	0,1	33,6	0,0	1,7	0,0	1,4	0,0	0,2	8,8	94,0	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,59	2,87	0,21
302	46,8	2,4	32,1	0,1	1,4	0,0	1,8	0,0	0,1	8,2	92,9	3,2	0,1	2,5	0,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,7	0,69	2,88	0,20
304	46,9	0,2	33,5	0,0	1,5	0,0	1,6	0,0	0,1	8,5	92,4	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,7	0,65	2,86	0,21
305	46,7	0,2	33,3	0,0	2,2	0,0	2,0	0,0	0,1	8,5	93,1	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,7	0,62	2,88	0,21
308	46,5	0,1	34,0	0,0	1,6	0,0	1,1	0,0	0,1	9,0	92,6	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,8	0,54	2,87	0,22
309	46,4	0,1	32,6	0,0	1,5	0,0	1,4	0,0	0,1	9,2	91,3	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,8	0,61	2,86	0,23
314	45,5	0,3	32,8	0,0	2,5	0,1	2,1	0,0	0,1	7,7	91,1	3,1	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,7	0,59	2,89	0,19
318	45,1	0,3	31,3	0,0	4,3	0,0	3,2	0,0	0,1	7,8	92,2	3,1	0,0	2,5	0,0	0,2	0,0	0,3	0,0	0,0	0,7	0,57	2,93	0,20
319	44,9	0,3	33,0	0,0	2,2	0,0	1,7	0,0	0,1	9,3	91,6	3,1	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,8	0,58	2,87	0,23
322	46,9	0,3	33,8	0,0	1,8	0,0	1,5	0,0	0,2	8,9	93,4	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,8	0,60	2,87	0,22
331	46,5	0,2	32,6	0,0	1,9	0,0	1,3	0,0	0,2	9,3	92,2	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,8	0,55	2,87	0,23
333	47,3	0,0	32,8	0,0	1,7	0,0	1,3	0,3	0,2	8,9	92,5	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,8	0,57	2,92	0,22
334	48,2	0,1	31,9	0,0	2,2	0,0	1,6	0,1	0,1	8,9	93,0	3,3	0,0	2,5	0,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,8	0,56	2,88	0,22
343	45,7	0,1	34,6	0,0	3,0	0,0	1,8	0,0	0,1	8,7	94,1	3,1	0,0	2,7	0,0	0,2	0,0	0,2	0,0	0,0	0,7	0,51	2,89	0,21
345	49,5	0,1	33,3	0,0	1,2	0,0	1,2	0,0	0,1	8,5	94,0	3,3	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,63	2,85	0,21
350	45,6	0,1	31,7	0,0	1,7	0,0	1,5	0,0	0,2	9,3	90,2	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,8	0,60	2,86	0,24
352	43,8	0,2	31,3	0,0	4,6	0,1	2,6	0,0	0,1	8,1	90,8	3,1	0,0	2,6	0,0	0,3	0,0	0,3	0,0	0,0	0,7	0,50	2,93	0,21
85	49,0	0,1	32,9	0,0	1,2	0,1	1,4	0,1	0,1	8,3	93,1	3,3	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,67	2,87	0,20
89	49,5	0,0	32,4	0,0	1,1	0,0	1,3	0,0	0,1	8,6	93,1	3,3	0,0	2,5	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,68	2,86	0,21
91	48,4	0,0	32,5	0,0	1,3	0,1	1,1	0,2	0,2	8,5	92,3	3,3	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,61	2,90	0,21
95	49,8	0,1	33,1	0,0	1,3	0,0	1,0	0,2	0,1	7,4	92,9	3,3	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,6	0,59	2,89	0,18
96	46,6	0,0	33,4	0,0	1,4	0,0	0,9	0,1	0,2	8,2	90,9	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,54	2,88	0,21
98	49,0	0,0	32,8	0,0	1,4	0,0	1,0	0,2	0,1	8,2	92,7	3,3	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,58	2,89	0,20
99	46,3	0,1	33,6	0,0	1,2	0,0	1,1	0,1	0,3	9,0	91,6	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,8	0,62	2,87	0,22
100	49,7	0,1	32,7	0,0	1,1	0,0	1,1	0,3	0,1	7,5	92,6	3,3	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,6	0,66	2,92	0,18
101	48,0	0,0	33,8	0,0	1,1	0,0	1,0	0,1	0,2	8,1	92,3	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,62	2,87	0,20
102	47,5	0,1	33,0	0,0	1,4	0,0	1,1	0,2	0,1	7,8	91,2	3,2	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,59	2,90	0,19
103	49,4	0,0	32,3	0,0	1,3	0,1	1,4	0,1	0,1	8,4	93,1	3,3	0,0	2,5	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,67	2,87	0,21
104	47,8	0,0	34,6	0,0	1,0	0,0	0,9	0,1	0,2	8,4	93,1	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,63	2,87	0,20
108	48,2	0,0	32,5	0,0	1,2	0,0	1,1	0,2	0,1	7,9	91,1	3,3	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,62	2,88	0,20
114	49,8	0,1	31,2	0,0	2,7	0,0	1,5	0,1	0,1	8,3	93,8	3,3	0,0	2,5	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,50	2,89	0,20
116	49,1	0,0	32,7	0,0	1,3	0,0	1,1	0,3	0,1	7,9	92,4	3,3	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,61	2,90	0,19
117	45,5	0,1	34,3	0,0	1,1	0,0	0,7	0,2	0,2	8,6	90,6	3,1	0,0	2,8	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,8	0,52	2,89	0,22
118	46,1	0,1	33,0	0,0	1,3	0,0	1,0	0,1	0,2	8,5	90,3	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,8	0,56	2,89	0,21
120	49,6	0,1	33,0	0,0	1,2	0,0	1,1	0,0	0,1	7,7	92,8	3,3	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,61	2,85	0,19
121	47,0	0,1	33,6	0,0	1,6	0,0	0,9	0,0	0,2	9,1	92,5	3,2	0,0	2,7	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,8	0,52	2,86	0,22
123	47,6	0,1	31,7	0,0	1,4	0,0	1,2	0,1	0,2	8,5	90,8	3,3	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,60	2,87	0,21
127	48,6	0,1	32,4	-0,1	1,2	0,0	1,0	0,2	0,1	7,7	91,2	3,3	0,0	2,6	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,7	0,59	2,88	0,19

Table. K-Ar insitu – Chemical results from ZA16-104 muscovites (2nd session)

Sample	ZA16-104 (2018)																																
Analysis	**52**	**53**	**54**	**55**	**56**	**58**	**59**	**61**	**62**	**63**	**64**	**68**	**69**	**70**	**71**	**74**	**75**	**76**	**80**	**81**	**82**	**143**	**144**	**145**	**146**	**147**	**148**	**150**	**151**	**153**	**154**	**155**
SiO2	49,3	47,0	48,8	48,0	48,1	49,0	48,2	50,8	49,9	48,8	49,2	48,6	48,5	48,5	48,9	47,3	47,0	48,2	48,2	49,5	48,0	49,1	49,3	49,1	49,3	47,6	48,9	48,5	48,5	48,5	46,8	48,5
TiO2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1
Al2O3	33,8	30,5	33,5	32,5	31,0	33,5	31,8	32,8	32,5	33,3	32,9	32,2	33,5	33,0	33,1	31,9	32,4	33,1	32,6	33,3	34,4	33,3	32,5	33,4	33,3	33,3	32,2	32,8	32,9	33,5	31,7	33,0
Cr2O3	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
FeO	1,1	1,9	1,0	1,0	1,3	1,0	2,1	1,1	1,4	0,9	1,2	1,1	0,9	1,1	1,2	1,0	1,2	1,2	0,8	1,1	0,9	1,3	1,3	1,0	1,1	1,0	1,5	1,3	1,0	1,1	1,5	1,2
MnO	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	-0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
MgO	1,4	1,6	1,2	1,4	1,6	1,0	1,7	1,4	1,5	1,0	1,0	1,2	1,2	1,5	1,1	1,0	1,1	1,1	1,1	1,2	0,9	1,2	1,3	1,2	1,1	1,2	1,5	1,2	1,1	0,9	1,4	1,3
CaO	0,1	0,2	0,1	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,2	0,1	0,1	0,2	0,3	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,3
Na2O	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,3	0,1	0,2	0,2	0,2	0,2	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1
K2O	7,5	9,0	8,0	8,0	8,8	8,5	8,9	8,3	7,9	8,6	7,4	8,3	8,4	8,8	8,5	8,5	8,8	8,3	8,3	8,0	8,4	8,6	8,2	8,5	8,0	8,9	8,4	8,7	8,6	8,1	8,4	8,4
Total	93,3	90,4	92,8	91,4	91,1	93,5	92,9	94,5	93,5	92,8	92,0	91,9	92,7	93,2	93,2	90,2	91,1	92,3	91,4	93,5	93,0	93,7	93,0	93,5	93,1	92,2	92,8	92,8	92,4	92,4	90,2	92,9
Si	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,2	3,2	3,3	3,3	3,2	3,2	3,3	3,3	3,2	3,3	3,3	3,3	3,3	3,2	3,3	3,3	3,3	3,3	3,2	3,3
Ti	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Al	2,6	2,5	2,6	2,6	2,5	2,6	2,5	2,5	2,5	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,7	2,6	2,6	2,6	2,6	2,7	2,5	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6
Cr	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Fe	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Mn	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mg	0,1	0,2	0,1	0,1	0,2	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Ca	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Na	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
K	0,6	0,8	0,7	0,7	0,8	0,7	0,8	0,7	0,7	0,7	0,6	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,8	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,8	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7
Xmg	0,70	0,60	0,69	0,71	0,68	0,63	0,60	0,68	0,65	0,68	0,62	0,65	0,71	0,71	0,62	0,65	0,61	0,63	0,70	0,67	0,63	0,62	0,64	0,67	0,64	0,68	0,65	0,63	0,66	0,60	0,62	0,65
densité	2,87	2,91	2,86	2,89	2,89	2,87	2,89	2,87	2,88	2,85	2,87	2,89	2,87	2,87	2,88	2,90	2,88	2,86	2,87	2,87	2,87	2,87	2,88	2,87	2,86	2,88	2,89	2,88	2,87	2,86	2,89	2,91
mV(K)	0,18	0,23	0,20	0,20	0,22	0,21	0,22	0,20	0,19	0,21	0,18	0,20	0,21	0,22	0,21	0,21	0,22	0,21	0,21	0,19	0,21	0,21	0,20	0,21	0,20	0,22	0,21	0,21	0,21	0,20	0,21	0,21

Table. K-Ar insitu – Chemical results from ZA18-13 muscovites (2nd session)

Sample	ZA18-13 (2018)																																
Analysis	**166**	**167**	**168**	**169**	**170**	**171**	**172**	**173**	**179**	**180**	**181**	**182**	**183**	**184**	**185**	**186**	**187**	**188**	**189**	**190**	**191**	**192**	**193**	**194**	**195**	**196**	**197**	**199**	**200**	**201**	**202**	**203**	**204**
SiO2	44,8	45,1	48,5	45,5	46,2	46,6	46,7	47,3	46,6	46,3	44,1	44,6	46,1	45,7	46,0	46,3	45,7	45,7	46,9	45,0	45,6	46,4	46,9	48,0	46,1	45,9	45,8	45,0	45,4	46,7	45,6	45,1	46,9
TiO2	0,1	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1
Al2O3	37,1	38,0	40,8	38,7	39,1	39,9	39,6	35,2	39,2	38,8	34,6	38,5	39,1	38,2	39,8	35,7	37,9	38,5	39,9	35,2	38,7	35,4	35,4	41,3	39,8	40,0	39,7	38,2	38,9	38,0	39,1	33,9	33,2
Cr2O3	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	-0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
FeO	1,8	2,1	1,5	1,4	1,6	1,4	1,6	4,7	1,9	1,4	6,7	1,5	1,6	2,6	1,6	4,6	2,3	1,7	1,4	4,6	1,6	5,1	4,4	1,3	1,6	1,3	1,3	1,5	2,0	2,0	1,8	5,5	6,3
MnO	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1
MgO	0,4	0,3	0,3	0,3	0,4	0,3	0,4	0,4	0,4	0,3	0,5	0,3	0,4	0,4	0,3	0,5	0,3	0,4	0,3	0,4	0,4	0,4	0,5	0,3	0,2	0,3	0,3	0,4	0,3	0,3	0,3	0,4	0,6
CaO	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,1	0,3	0,0	0,2	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,1	0,0	0,2	0,2	0,2	0,1	0,0	0,0
Na2O	0,4	0,3	0,3	0,5	0,5	0,4	0,4	0,2	0,4	0,3	0,2	0,4	0,5	0,6	0,4	0,2	0,2	0,3	0,5	0,2	0,4	0,1	0,2	0,4	0,4	0,5	0,5	0,4	0,3	0,3	0,3	0,2	0,2
K2O	9,2	9,4	9,3	9,2	9,1	9,1	9,4	9,6	9,5	9,5	9,4	8,9	9,2	8,7	9,7	9,4	8,6	9,4	9,2	9,6	9,7	9,7	9,5	9,2	9,2	9,3	9,5	9,3	9,7	9,7	9,4	9,9	9,8
Total	93,9	95,3	100,9	95,9	96,9	97,9	98,2	97,5	98,2	96,8	95,7	94,7	96,9	96,4	97,6	96,9	95,3	96,1	98,4	95,1	96,3	97,3	97,0	100,6	97,4	97,4	97,2	94,9	96,7	97,1	96,8	95,1	97,1
Si	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,1	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,1	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,1	3,1	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,1	3,1
Ti	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Al	2,9	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	2,7	3,0	3,0	2,8	3,0	3,0	2,9	3,0	2,8	2,9	3,0	3,0	2,8	3,0	2,8	2,7	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	2,9	3,0	2,7	2,6
Cr	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Fe	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,3	0,1	0,1	0,4	0,1	0,1	0,1	0,1	0,3	0,1	0,1	0,1	0,3	0,1	0,3	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,3	0,4
Mn	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mg	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1
Ca	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Na	0,1	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
K	0,8	0,8	0,7	0,8	0,8	0,7	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,7	0,8	0,8	0,7	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,7	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,9	0,8
Xmg	0,28	0,21	0,28	0,30	0,29	0,29	0,29	0,14	0,26	0,31	0,11	0,29	0,31	0,22	0,28	0,15	0,20	0,27	0,28	0,13	0,30	0,13	0,15	0,29	0,22	0,29	0,31	0,30	0,22	0,21	0,24	0,12	0,14
densité	2,90	2,88	2,89	2,88	2,88	2,87	2,88	2,92	2,87	2,86	2,97	2,93	2,87	2,93	2,86	2,92	2,90	2,88	2,88	2,92	2,86	2,92	2,91	2,87	2,87	2,87	2,86	2,89	2,90	2,90	2,88	2,92	2,93
mV(K)	0,22	0,23	0,21	0,22	0,21	0,21	0,22	0,23	0,22	0,22	0,23	0,21	0,22	0,21	0,23	0,22	0,21	0,22	0,21	0,23	0,23	0,23	0,23	0,21	0,22	0,22	0,22	0,22	0,23	0,23	0,22	0,24	0,24

Table. K-Ar insitu - Chemical results from 11-18 muscovites (1st Session)

Sample	11-18																						
Analysis	**147**	**153**	**160**	**163**	**176**	**181**	**183**	**190**	**191**	**197**	**198**	**207**	**209**	**219**	**220**	**221**	**223**	**228**	**230**	**233**	**237**	**238**	**239**
SiO2	48,8	48,3	48,5	47,9	48,1	47,0	47,9	47,6	48,4	48,3	47,6	48,1	48,6	48,2	48,0	49,2	48,4	48,2	50,4	47,9	48,0	48,8	49,7
TiO2	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,1	0,2	0,0	0,1
Al2O3	32,5	32,0	32,3	33,2	31,8	32,5	33,1	32,0	31,0	32,9	31,4	33,0	32,2	33,2	33,0	31,4	33,6	32,7	28,7	33,0	33,2	32,2	29,5
Cr2O3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
FeO	1,2	1,3	1,3	1,2	1,5	1,0	1,1	1,4	1,4	0,9	1,3	1,0	1,1	1,1	0,8	1,0	0,9	1,1	1,9	1,0	1,1	1,4	1,9
MnO	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0
MgO	1,6	2,0	1,9	1,4	1,4	1,4	1,4	1,6	2,2	1,9	2,1	1,3	1,8	1,3	1,4	2,2	1,4	1,5	2,9	1,6	1,2	1,6	2,9
CaO	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Na2O	0,2	0,1	0,1	0,1	0,3	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,3	0,1	0,1	0,1	0,0
K2O	8,2	8,6	8,5	8,1	8,4	8,2	8,4	8,6	8,6	8,8	8,7	8,4	8,6	8,4	8,3	8,4	8,3	8,2	9,2	9,0	8,8	9,1	9,0
Total	92,5	92,3	92,8	92,0	91,7	90,3	92,1	91,4	91,7	93,0	91,3	92,1	92,4	92,4	91,9	92,4	92,8	91,9	93,5	92,8	92,7	93,3	93,1
Si	3,3	3,3	3,3	3,2	3,3	3,2	3,2	3,3	3,3	3,2	3,3	3,2	3,3	3,2	3,2	3,3	3,2	3,3	3,4	3,2	3,2	3,3	3,3
Ti	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Al	2,6	2,5	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,5	2,6	2,5	2,6	2,6	2,6	2,6	2,5	2,6	2,6	2,3	2,6	2,6	2,5	2,3
Cr	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Fe	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Mn	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mg	0,2	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2	0,2	0,2	0,1	0,2	0,1	0,1	0,2	0,1	0,2	0,3	0,2	0,1	0,2	0,3
Ca	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Na	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
K	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,8	0,8	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
Xmg	0,72	0,73	0,72	0,68	0,62	0,71	0,69	0,67	0,73	0,78	0,74	0,70	0,75	0,69	0,75	0,79	0,75	0,71	0,74	0,74	0,66	0,67	0,73
densité	2,85	2,86	2,86	2,86	2,86	2,86	2,86	2,86	2,86	2,85	2,86	2,86	2,85	2,85	2,85	2,86	2,85	2,86	2,87	2,85	2,86	2,85	2,87
mV(K)	0,20	0,21	0,21	0,20	0,21	0,20	0,21	0,21	0,21	0,21	0,22	0,21	0,21	0,21	0,20	0,21	0,20	0,20	0,22	0,22	0,22	0,22	0,22

Table. K-Ar insitu – Chemical results from ZA16-86 muscovites (1st Session)

Sample	ZA16-86																														
Analysis	**43**	**44**	**45**	**46**	**47**	**48**	**49**	**50**	**51**	**52**	**53**	**54**	**55**	**56**	**57**	**58**	**59**	**60**	**61**	**62**	**63**	**64**	**65**	**66**	**67**	**68**	**69**	**70**	**71**	**72**
SiO2	47,5	46,2	48,3	49,3	48,0	47,5	43,9	47,5	48,8	50,2	44,7	48,9	47,9	55,7	48,8	45,5	47,7	48,2	48,5	48,8	47,5	48,4	48,0	48,6	45,3	47,5	47,1	49,1	48,9	49,1
TiO2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,2	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1
Al2O3	33,4	33,3	33,4	32,8	34,3	35,2	33,1	33,9	35,4	34,4	31,9	32,5	34,8	31,9	33,8	32,9	34,2	34,9	32,1	34,4	34,4	33,3	33,7	34,2	33,2	34,2	33,1	35,2	33,2	32,7
Cr2O3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
FeO	3,4	2,8	2,0	2,3	1,5	2,1	7,1	2,6	2,2	2,2	2,7	2,4	3,1	2,4	2,5	5,1	2,3	2,4	3,4	2,0	2,8	2,3	2,4	2,5	2,5	2,6	2,5	2,1	2,5	2,7
MnO	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	-0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1
MgO	0,8	0,8	0,9	1,0	1,0	0,7	1,9	0,8	0,8	1,0	1,0	1,0	0,8	0,6	0,9	1,0	0,7	0,2	1,1	0,9	0,8	0,9	1,0	0,8	0,9	0,8	1,0	0,8	1,0	1,1
CaO	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,1
Na2O	0,1	0,3	0,3	0,2	0,2	0,3	0,2	0,3	0,3	0,2	0,2	0,3	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,1	0,2	0,3	0,2	0,2	0,2	0,2	0,3	0,2	0,2	0,2	0,2	0,3
K2O	10,7	11,0	9,9	9,8	10,4	10,4	8,4	10,5	10,6	9,9	11,0	9,8	10,7	9,5	10,5	10,3	10,7	10,6	10,4	10,4	10,7	10,2	10,5	10,6	11,2	10,8	10,7	10,2	10,3	9,8
Total	96,1	94,6	94,8	95,5	95,4	96,1	94,5	95,5	98,2	98,1	91,6	95,1	97,6	100,5	96,6	95,1	96,0	96,5	95,8	96,7	96,6	95,5	95,9	97,1	93,5	96,3	94,7	97,9	96,0	95,9
Si	3,2	3,1	3,2	3,3	3,2	3,1	3,0	3,2	3,1	3,2	3,1	3,2	3,1	3,5	3,2	3,1	3,2	3,2	3,2	3,2	3,1	3,2	3,2	3,2	3,1	3,1	3,2	3,2	3,2	3,2
Ti	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Al	2,6	2,7	2,6	2,6	2,7	2,7	2,7	2,7	2,7	2,6	2,6	2,5	2,7	2,3	2,6	2,6	2,7	2,7	2,5	2,6	2,7	2,6	2,6	2,6	2,7	2,7	2,6	2,7	2,6	2,5
Cr	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Fe	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,4	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,2	0,1	0,1	0,3	0,1	0,1	0,2	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2
Mn	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Mg	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Ca	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Na	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
K	0,9	1,0	0,8	0,8	0,9	0,9	0,7	0,9	0,9	0,8	1,0	0,8	0,9	0,8	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	1,0	0,9	0,9	0,8	0,9	0,8
Xmg	0,29	0,34	0,44	0,43	0,54	0,36	0,32	0,34	0,38	0,46	0,40	0,43	0,31	0,32	0,40	0,27	0,36	0,13	0,36	0,44	0,33	0,42	0,41	0,36	0,40	0,36	0,41	0,41	0,41	0,41
densité	2,88	2,87	2,87	2,87	2,85	2,87	2,96	2,87	2,87	2,87	2,87	2,87	2,87	2,85	2,87	2,91	2,87	2,88	2,89	2,86	2,87	2,87	2,87	2,87	2,87	2,87	2,88	2,87	2,86	2,89
mV(K)	0,26	0,27	0,24	0,23	0,25	0,25	0,21	0,25	0,25	0,23	0,28	0,23	0,25	0,21	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,24	0,25	0,24	0,25	0,25	0,27	0,26	0,26	0,24	0,24	0,23

9.4 K/Ar - Détails ages in situ

Table. Dataset Standards FCS – 2018

#	Mass (µg)	$^{36}Ar/m$ (fA/µg)	± 1σ	$^{40}Ar/m$ (fA/µg)	± 1σ	%40Ar* %	± 1σ	$^{40}Ar^*/^{40}K$	^{40}K (mol)	$^{40}Ar^*$ (mol)	$^{40}Ar/^{40}Ar^*$ (fA/mol)
N175.MS1 – FCS-Std											
1	6,20E+01	1,10E-05	5,16E-06	2,02E+00	7,27E-01	99,8	10,4	1,65E-03	1,83E-11	3,03E-14	2,42E-16
2	4,80E+01	1,75E-05	1,09E-05	1,98E+00	9,37E-01	99,7	10,3	1,65E-03	1,42E-11	2,35E-14	2,47E-16
3	6,40E+01	8,58E-06	1,13E-05	1,90E+00	2,26E+00	99,9	12,6	1,65E-03	1,89E-11	3,13E-14	2,58E-16
4	2,20E+01	1,50E-05	-7,98E-06	2,19E+00	-1,58E+00	99,8	21,1	1,65E-03	6,51E-12	1,07E-14	2,23E-16
5	2,80E+01	7,00E-06	6,15E-06	1,97E+00	7,46E-01	99,9	8,2	1,65E-03	8,28E-12	1,37E-14	2,47E-16
6	4,40E+01	1,23E-05	-3,91E-07	3,00E+00	-5,74E-01	99,9	15,6	1,65E-03	1,30E-11	2,15E-14	1,63E-16
7	3,20E+01	1,99E-06	5,40E-06	1,22E+00	-1,21E-01	100,0	16,6	1,65E-03	9,47E-12	1,56E-14	4,01E-16
8	3,40E+01	2,50E-05	1,22E-05	2,69E+00	8,94E-01	99,7	5,6	1,65E-03	1,01E-11	1,66E-14	1,82E-16
9	4,60E+01	8,23E-06	1,87E-05	2,23E+00	4,04E+00	99,9	14,1	1,65E-03	1,36E-11	2,25E-14	2,19E-16
10	3,20E+01	1,15E-05	1,18E-06	2,67E+00	-7,85E-01	99,9	14,0	1,65E-03	9,47E-12	1,56E-14	1,83E-16
11	3,40E+01	8,33E-06	3,94E-06	8,19E-01	1,29E-01	99,7	17,4	1,65E-03	1,01E-11	1,66E-14	5,97E-16
12	2,60E+01	1,97E-05	-5,55E-06	3,61E+00	-1,74E+00	99,8	10,8	1,65E-03	7,69E-12	1,27E-14	1,35E-16
13	5,00E+01	1,19E-05	4,53E-06	1,08E+00	3,29E-01	99,7	8,3	1,65E-03	1,48E-11	2,44E-14	4,52E-16
14	5,60E+01	4,10E-06	5,07E-06	7,80E-01	5,17E-01	99,8	9,6	1,65E-03	1,66E-11	2,74E-14	6,27E-16
15	1,40E+01	3,97E-06	8,11E-06	1,67E+00	3,88E-01	99,9	13,6	1,65E-03	4,14E-12	6,84E-15	2,93E-16

Table. Dataset Standards ACR – 2017

#	Mass (µg)	$^{36}Ar/m$ (fA/µg)	± 1σ	$^{40}Ar/m$ (fA/µg)	± 1σ	%40Ar* %	± 1σ	$^{40}Ar^*/^{40}K$	^{40}K (mol)	$^{40}Ar^*$ (mol)	$^{40}Ar/^{40}Ar^*$ (fA/mol)
N76.MS1 – ACR-Std											
1	1,06E+06	9,40E-02	5,81E+00	6,00E+01	3,70E+03	53,6	8,7	1,65E-03	3,18E-13	5,25E-16	8,15E-18
2	9,85E+05	4,39E-02	5,15E-01	4,32E+01	5,06E+02	70,0	13,2	1,65E-03	2,72E-13	4,49E-16	1,13E-17
3	8,13E+05	2,65E-02	1,55E-01	6,89E+01	4,04E+02	88,7	14,4	1,65E-03	4,60E-13	7,60E-16	7,09E-18
4	7,75E+05	1,64E-02	1,42E-01	3,27E+01	2,82E+02	85,2	12,1	1,65E-03	2,72E-13	4,48E-16	1,49E-17
5	9,99E+05	4,27E-02	4,68E-01	5,16E+01	5,65E+02	75,6	7,7	1,65E-03	2,74E-13	4,52E-16	9,47E-18
6	1,24E+06	3,54E-02	2,96E+00	6,35E+01	5,31E+03	83,5	10,7	1,65E-03	2,15E-13	3,56E-16	7,69E-18
7	1,25E+06	7,03E-03	-1,97E-02	4,11E+01	-1,17E+02	95,0	9,5	1,65E-03	3,24E-13	5,34E-16	1,19E-17
8	6,73E+05	4,92E-03	1,93E-02	3,02E+01	1,17E+02	95,2	12,9	1,65E-03	4,34E-13	7,17E-16	1,62E-17
9	6,22E+05	6,48E-03	-3,46E-01	2,62E+01	-1,40E+03	92,7	12,6	1,65E-03	4,66E-13	7,70E-16	1,86E-17
10	8,32E+05	8,77E-03	-1,25E-02	3,19E+01	-4,61E+01	91,9	13,2	1,65E-03	2,98E-13	4,91E-16	1,53E-17
11	6,19E+05	1,37E-02	-1,89E-01	3,05E+01	-4,21E+02	86,7	14,5	1,65E-03	4,32E-13	7,13E-16	1,60E-17
12	6,08E+05	3,19E-02	4,73E-01	4,89E+01	7,25E+02	80,7	15,0	1,65E-03	4,50E-13	7,43E-16	9,99E-18
13	6,43E+05	1,75E-02	1,28E-01	3,97E+01	2,89E+02	87,0	11,0	1,65E-03	4,38E-13	7,23E-16	1,23E-17
14	5,98E+05	2,20E-02	-5,26E-01	3,59E+01	-8,60E+02	81,9	9,1	1,65E-03	5,63E-13	9,30E-16	1,36E-17
15	6,72E+05	-4,02E-06	2,75E-04	2,59E+01	2,32E-01	100,0	18,0	1,65E-03	3,91E-13	6,46E-16	1,88E-17
16	6,67E+05	1,13E-02	-5,47E-01	2,77E+01	-1,34E+03	87,9	12,5	1,65E-03	3,04E-13	5,01E-16	1,76E-17
17	6,37E+05	5,81E-03	1,61E-01	2,57E+01	7,09E+02	93,3	19,2	1,65E-03	2,28E-13	3,76E-16	1,90E-17

Table. In situ K/Ar ages from sample 11-18

Spot	Volume V		$^{36}Ar/V$		$^{40}Ar/V$		$^{40}Ar^*$		%40Ar*		^{40}K	$^{40}Ar^*/^{40}K$		Age	
#	(μm^3)	± 1σ	($fA/\mu m^3$)	± 1σ	($fA/\mu m^3$)	± 1σ	(mol)	± 1σ	%	± 1σ	(mol)		± 1σ	(Ma)	± 1σ
N80.MS1 – 11-18															
1	3,836E+05	4,557E+03	3,196E-09	4,487E-10	3,552E-05	4,701E-07	3,541E-15	1,742E-16	97,3	4,7	2,47E-13	1,43E-02	2,14E-03	**231,3**	**34,5**
2	3,459E+05	4,369E+03	2,297E-09	2,481E-10	3,980E-05	5,827E-07	3,613E-15	8,958E-17	98,3	2,2	2,23E-13	1,62E-02	2,02E-03	**259,7**	**32,4**
3	1,473E+05	2,814E+03	-3,947E-09	2,281E-10	5,236E-05	1,069E-06	2,106E-15	3,001E-17	102,2	1,3	9,48E-14	2,22E-02	2,54E-03	**346,6**	**39,6**
4	1,795E+05	3,174E+03	-4,103E-10	1,196E-09	4,555E-05	9,350E-07	2,189E-15	1,455E-16	100,3	6,4	1,16E-13	1,89E-02	3,15E-03	**299,7**	**49,9**
5	1,340E+05	2,641E+03	-7,795E-09	2,645E-10	4,921E-05	1,103E-06	1,843E-15	3,420E-17	104,7	1,7	8,63E-14	2,14E-02	2,53E-03	**334,7**	**39,7**
6	3,446E+05	4,362E+03	-5,536E-11	1,027E-10	4,304E-05	5,913E-07	3,962E-15	4,597E-17	100,0	1,1	2,22E-13	1,79E-02	1,99E-03	**283,9**	**31,7**
7	3,659E+05	4,472E+03	4,849E-10	2,645E-10	3,779E-05	5,068E-07	3,679E-15	1,077E-16	99,6	2,8	2,36E-13	1,56E-02	2,02E-03	**250,6**	**32,4**
9	3,317E+04	9,699E+01	1,724E-09	4,165E-09	4,781E-05	4,767E-07	4,189E-16	2,022E-17	98,9	4,1	2,14E-14	1,96E-02	2,91E-03	**309,5**	**45,9**
10	1,204E+05	2,447E+03	-1,555E-09	5,325E-10	1,504E-05	4,088E-07	4,985E-16	1,313E-17	103,1	2,0	7,75E-14	6,43E-03	8,12E-04	**107,4**	**13,6**
12	1,245E+05	2,507E+03	1,431E-09	7,846E-10	3,066E-05	7,084E-07	1,005E-15	3,132E-17	98,6	2,8	8,01E-14	1,25E-02	1,64E-03	**203,9**	**26,7**
13	3,952E+05	4,612E+03	6,120E-10	3,404E-10	4,968E-05	6,320E-07	5,223E-15	2,096E-16	99,6	3,9	2,54E-13	2,05E-02	2,88E-03	**322,7**	**45,2**
14	4,122E+05	4,688E+03	5,929E-10	3,007E-10	4,737E-05	6,127E-07	5,194E-15	1,948E-16	99,6	3,6	2,65E-13	1,96E-02	2,69E-03	**308,9**	**42,5**
14	2,087E+05	2,969E+03	8,870E-10	1,295E-09	4,934E-05	1,047E-06	2,102E-15	1,338E-16	99,5	6,1	1,03E-13	2,04E-02	3,33E-03	**320,2**	**52,4**
16	3,340E+05	4,305E+03	-1,003E-09	3,789E-10	4,264E-05	6,176E-07	3,829E-15	1,532E-16	100,7	3,9	2,15E-13	1,78E-02	2,49E-03	**283,1**	**39,6**
17	1,604E+05	2,969E+03	8,870E-10	1,295E-09	4,934E-05	1,047E-06	2,102E-15	1,338E-16	99,5	6,1	1,03E-13	2,04E-02	3,33E-03	**320,2**	**52,4**
18	7,487E+04	1,581E+03	3,448E-09	1,926E-09	5,571E-05	1,429E-06	1,094E-15	5,064E-17	98,2	4,1	4,82E-14	2,27E-02	3,32E-03	**353,5**	**51,7**
19	3,136E+05	4,191E+03	3,326E-10	2,939E-10	4,580E-05	6,956E-07	3,827E-15	1,099E-16	99,8	2,7	2,02E-13	1,90E-02	2,44E-03	**299,9**	**38,6**
20	4,853E+05	4,986E+03	-6,813E-10	2,899E-10	4,993E-05	5,801E-07	6,496E-15	2,842E-16	100,4	4,3	3,12E-13	2,08E-02	2,99E-03	**326,5**	**46,9**
21	2,480E+05	3,763E+03	3,626E-09	5,692E-10	3,386E-05	5,831E-07	2,171E-15	8,896E-17	96,8	3,8	1,60E-13	1,36E-02	1,92E-03	**220,1**	**31,0**
22	2,022E+05	3,391E+03	8,586E-10	9,816E-10	4,545E-05	8,998E-07	2,440E-15	1,492E-16	99,4	5,8	1,30E-13	1,87E-02	3,02E-03	**296,8**	**47,8**
23	3,850E+05	4,564E+03	3,659E-10	3,936E-10	4,033E-05	5,380E-07	4,134E-15	1,897E-16	99,7	4,4	2,48E-13	1,67E-02	2,43E-03	**266,4**	**38,9**
24	2,773E+05	3,966E+03	-1,096E-09	2,976E-10	5,240E-05	8,440E-07	3,904E-15	1,067E-16	100,6	2,6	1,79E-13	2,19E-02	2,78E-03	**341,9**	**43,5**
25	5,752E+05	5,296E+03	-1,767E-09	7,545E-11	4,213E-05	4,433E-07	6,551E-15	1,095E-16	101,2	1,6	3,70E-13	1,77E-02	2,06E-03	**281,4**	**32,8**
26	5,513E+05	5,218E+03	2,452E-09	2,561E-10	5,978E-05	6,219E-07	8,693E-15	3,420E-16	98,8	3,8	3,55E-13	2,45E-02	3,41E-03	**378,9**	**52,8**
27	4,198E+05	4,722E+03	1,024E-09	2,164E-10	5,319E-05	6,706E-07	5,928E-15	1,596E-16	99,4	2,5	2,70E-13	2,19E-02	2,78E-03	**342,8**	**43,5**
28	1,331E+05	2,629E+03	1,867E-09	1,058E-09	6,840E-05	1,561E-06	2,411E-15	1,051E-16	99,2	4,0	8,57E-14	2,81E-02	4,04E-03	**429,1**	**61,6**
29	1,807E+05	3,186E+03	3,312E-09	5,996E-10	4,253E-05	8,706E-07	2,005E-15	6,504E-17	97,7	2,9	1,16E-13	1,72E-02	2,28E-03	**274,6**	**36,4**
30	1,077E+05	2,243E+03	1,255E-10	9,132E-10	7,495E-05	1,730E-06	2,154E-15	6,735E-17	100,0	2,9	6,93E-14	3,11E-02	4,08E-03	**468,4**	**61,5**
32	1,287E+05	2,568E+03	1,986E-09	3,469E-10	6,972E-05	1,547E-06	2,376E-15	3,335E-17	99,2	1,2	8,29E-14	2,87E-02	3,27E-03	**436,2**	**49,7**
33	6,235E+04	1,247E+03	1,218E-10	1,214E-09	4,312E-05	1,113E-06	7,174E-16	2,019E-17	99,9	2,2	4,01E-14	1,79E-02	2,29E-03	**284,0**	**36,4**
34	6,361E+04	1,284E+03	-1,268E-08	4,133E-10	4,443E-05	1,152E-06	8,183E-16	1,426E-17	108,4	1,3	4,10E-14	2,00E-02	2,35E-03	**314,8**	**37,0**
35	4,154E+04	5,071E+02	-6,053E-09	3,514E-09	6,007E-05	1,089E-06	6,861E-16	3,341E-17	103,0	4,4	2,67E-14	2,57E-02	3,81E-03	**395,0**	**58,7**
36	4,911E+04	8,122E+02	4,001E-09	1,832E-09	3,490E-05	8,532E-07	4,422E-16	1,523E-17	96,6	2,6	3,16E-14	1,40E-02	1,88E-03	**226,0**	**30,4**
37	7,437E+05	5,764E+03	7,637E-10	2,149E-10	3,502E-05	3,413E-07	6,911E-15	3,333E-16	99,4	4,6	4,79E-13	1,44E-02	2,14E-03	**232,7**	**34,5**
38	7,039E+05	5,664E+03	2,369E-10	1,980E-10	2,816E-05	2,867E-07	5,279E-15	2,272E-16	99,8	4,1	4,53E-13	1,16E-02	1,67E-03	**190,1**	**27,2**
39	6,305E+05	5,032E+03	-3,287E-10	2,372E-10	3,653E-05	4,082E-07	4,869E-15	1,770E-16	100,3	3,5	3,20E-13	1,52E-02	2,07E-03	**244,2**	**33,3**
40	5,901E+05	5,342E+03	2,285E-10	1,430E-10	3,749E-05	3,824E-07	5,897E-15	1,519E-16	99,8	2,5	3,80E-13	1,55E-02	1,95E-03	**249,1**	**31,3**
41	6,323E+05	5,468E+03	1,846E-10	2,104E-10	5,230E-05	5,017E-07	8,821E-15	3,529E-16	99,9	3,9	4,07E-13	2,17E-02	3,03E-03	**339,0**	**47,5**
42	4,978E+05	5,032E+03	-3,287E-10	2,372E-10	3,653E-05	4,082E-07	4,869E-15	1,770E-16	100,3	3,5	3,20E-13	1,52E-02	2,07E-03	**244,2**	**33,3**
43	4,050E+05	4,656E+03	-1,125E-09	2,693E-10	3,873E-05	5,059E-07	4,223E-15	1,481E-16	100,9	3,4	2,61E-13	1,62E-02	2,19E-03	**259,3**	**35,0**
45	2,546E+04	-3,848E+02	6,446E-10	4,636E-09	1,181E-05	1,619E-07	7,902E-17	5,085E-18	98,4	3,5	1,64E-14	4,82E-03	7,92E-04	**81,1**	**13,3**

Table. In situ K/Ar ages from sample B10-13

Spot	Volume V		$^{36}Ar/V$		$^{40}Ar/V$		$^{40}Ar^*$		%40Ar*		^{40}K	$^{40}Ar^*/^{40}K$		Age	
#	(μm^3)	± 1σ	($fA/\mu m^3$)	± 1σ	($fA/\mu m^3$)	± 1σ	(mol)	± 1σ	%	± 1σ	(mol)		± 1σ	(Ma)	± 1σ
N77.MS1 – B10-13															
1	1,064E+06	1,168E+04	9,116E-10	1,042E-10	1,541E-05	1,922E-07	3,690E-15	1,167E-16	98,3	3,0	6,99E-13	5,28E-03	6,95E-04	**88,6**	**11,7**
2	9,853E+05	1,100E+04	3,552E-10	4,160E-11	1,822E-05	2,306E-07	4,088E-15	5,115E-17	99,4	1,1	6,47E-13	6,32E-03	7,11E-04	**105,6**	**11,9**
3	8,134E+05	9,474E+03	6,418E-10	8,028E-11	3,437E-05	4,269E-07	6,366E-15	1,170E-16	99,4	1,8	5,34E-13	1,19E-02	1,41E-03	**194,2**	**23,0**
4	7,753E+05	9,126E+03	9,713E-10	1,284E-10	3,720E-05	4,698E-07	6,554E-15	1,827E-16	99,2	2,7	5,09E-13	1,29E-02	1,65E-03	**208,9**	**26,7**
5	9,991E+05	1,112E+04	1,139E-09	7,046E-11	2,689E-05	3,293E-07	6,075E-15	1,118E-16	98,7	1,7	6,56E-13	9,25E-03	1,10E-03	**152,6**	**18,1**
6	1,237E+06	1,313E+04	4,448E-10	7,604E-11	2,354E-05	2,851E-07	6,629E-15	1,836E-16	99,4	2,6	8,12E-13	8,16E-03	1,04E-03	**135,2**	**17,3**
7	1,254E+06	1,328E+04	3,341E-10	5,865E-11	2,183E-05	2,677E-07	6,242E-15	1,385E-16	99,5	2,0	8,24E-13	7,58E-03	9,26E-04	**125,9**	**15,4**
8	6,727E+05	8,171E+03	7,611E-10	9,469E-11	2,965E-05	4,076E-07	4,533E-15	8,488E-17	99,2	1,7	4,42E-13	1,03E-02	1,22E-03	**168,4**	**20,0**
9	6,222E+05	7,688E+03	4,259E-10	7,983E-11	4,060E-05	5,435E-07	5,768E-15	8,528E-17	99,7	1,4	4,09E-13	1,41E-02	1,62E-03	**227,8**	**26,2**
10	8,317E+05	9,641E+03	4,929E-10	3,613E-11	2,491E-05	3,301E-07	4,716E-15	4,332E-17	99,4	0,7	5,46E-13	8,63E-03	9,42E-04	**142,7**	**15,6**
11	6,187E+05	7,654E+03	1,075E-09	1,207E-10	3,322E-05	4,461E-07	4,662E-15	9,742E-17	99,0	2,0	4,06E-13	1,15E-02	1,39E-03	**187,3**	**22,6**
12	6,081E+05	7,552E+03	5,311E-10	7,491E-11	3,227E-05	4,498E-07	4,472E-15	6,198E-17	99,5	1,2	4,00E-13	1,12E-02	1,27E-03	**183,0**	**20,8**
13	6,435E+05	8,162E+03	1,188E-09	7,433E-11	3,276E-05	4,228E-07	4,986E-15	6,373E-17	98,9	1,2	4,41E-13	1,13E-02	1,27E-03	**184,6**	**20,8**
14	5,979E+05	7,453E+03	4,717E-10	9,053E-11	3,835E-05	5,273E-07	5,232E-15	8,526E-17	99,6	1,5	3,93E-13	1,33E-02	1,55E-03	**215,8**	**25,1**
15	6,719E+05	8,162E+03	1,188E-09	7,433E-11	3,276E-05	4,228E-07	4,986E-15	6,373E-17	98,9	1,2	4,41E-13	1,13E-02	1,27E-03	**184,6**	**20,8**
16	6,667E+05	8,113E+03	1,079E-09	1,431E-10	3,692E-05	5,045E-07	5,588E-15	1,527E-16	99,1	2,6	4,38E-13	1,28E-02	1,62E-03	**207,2**	**26,4**
17	6,368E+05	7,828E+03	1,530E-09	1,608E-10	3,210E-05	4,307E-07	4,615E-15	1,303E-16	98,6	2,7	4,18E-13	1,10E-02	1,41E-03	**180,5**	**23,1**
18	6,547E+05	7,999E+03	1,475E-09	1,120E-10	4,022E-05	5,488E-07	5,965E-15	1,182E-16	98,9	1,8	4,30E-13	1,39E-02	1,66E-03	**224,1**	**26,9**
19	6,900E+05	8,334E+03	9,652E-10	5,784E-11	2,913E-05	3,887E-07	4,558E-15	4,914E-17	99,0	0,9	4,53E-13	1,01E-02	1,11E-03	**165,3**	**18,3**
21	6,087E+05	7,558E+03	5,043E-10	1,075E-10	3,843E-05	5,251E-07	5,337E-15	1,042E-16	99,6	1,8	4,00E-13	1,33E-02	1,59E-03	**216,2**	**25,8**
22	6,606E+05	8,056E+03	6,645E-10	9,577E-11	3,263E-05	4,355E-07	4,907E-15	9,016E-17	99,4	1,7	4,34E-13	1,13E-02	1,34E-03	**184,8**	**21,9**
23	6,668E+05	8,114E+03	1,018E-09	1,525E-10	3,204E-05	4,181E-07	4,847E-15	1,394E-16	99,1	2,8	4,38E-13	1,11E-02	1,42E-03	**181,0**	**23,3**
24	5,675E+05	7,156E+03	8,705E-10	1,887E-10	2,842E-05	4,020E-07	3,661E-15	1,157E-16	99,1	3,0	3,73E-13	9,82E-03	1,29E-03	**161,5**	**21,3**
25	5,941E+05	7,416E+03	1,109E-09	1,723E-10	3,373E-05	4,556E-07	4,544E-15	1,323E-16	99,0	2,8	3,90E-13	1,16E-02	1,50E-03	**190,0**	**24,5**
26	5,982E+05	7,456E+03	6,871E-10	1,900E-10	3,823E-05	5,308E-07	5,210E-15	1,754E-16	99,5	3,2	3,93E-13	1,33E-02	1,77E-03	**214,8**	**28,7**
27	6,324E+05	7,787E+03	6,103E-10	9,098E-11	3,516E-05	4,877E-07	5,067E-15	8,736E-17	99,5	1,6	4,16E-13	1,22E-02	1,43E-03	**198,6**	**23,3**
29	6,588E+05	8,039E+03	1,422E-09	7,968E-11	3,789E-05	4,963E-07	5,654E-15	7,446E-17	98,9	1,2	4,33E-13	1,31E-02	1,48E-03	**211,9**	**24,0**
30	6,716E+05	8,160E+03	1,150E-09	1,309E-10	3,482E-05	4,772E-07	5,303E-15	1,326E-16	99,0	2,3	4,41E-13	1,20E-02	1,50E-03	**195,8**	**24,5**
31	5,696E+05	7,177E+03	1,129E-09	1,755E-10	4,251E-05	5,772E-07	5,503E-15	1,560E-16	99,2	2,7	3,74E-13	1,47E-02	1,89E-03	**236,8**	**30,4**
32	6,255E+05	7,720E+03	1,180E-09	1,562E-10	3,346E-05	4,379E-07	4,743E-15	1,290E-16	99,0	2,6	4,11E-13	1,15E-02	1,47E-03	**188,4**	**24,0**
33	5,645E+05	7,126E+03	1,260E-09	8,523E-11	2,885E-05	4,000E-07	3,681E-15	4,771E-17	98,7	1,2	3,71E-13	9,93E-03	1,12E-03	**163,2**	**18,4**
34	6,038E+05	7,511E+03	1,129E-09	1,400E-10	3,640E-05	4,864E-07	4,987E-15	1,177E-16	99,1	2,2	3,97E-13	1,26E-02	1,55E-03	**204,3**	**25,3**
35	5,526E+05	7,009E+03	4,126E-10	1,168E-10	4,237E-05	5,773E-07	5,347E-15	1,028E-16	99,7	1,8	3,63E-13	1,47E-02	1,76E-03	**237,2**	**28,3**
36	6,028E+05	7,501E+03	1,617E-09	1,130E-10	3,622E-05	4,911E-07	4,935E-15	8,824E-17	98,7	1,7	3,96E-13	1,25E-02	1,47E-03	**202,6**	**23,9**
37	6,181E+05	7,649E+03	1,354E-09	8,448E-11	2,591E-05	3,520E-07	3,611E-15	4,977E-17	98,5	1,2	4,06E-13	8,89E-03	1,01E-03	**146,9**	**16,7**
38	6,332E+05	7,687E+03	1,527E-09	1,723E-10	2,813E-05	3,785E-07	3,942E-15	1,174E-16	98,4	2,8	4,09E-13	9,65E-03	1,25E-03	**158,8**	**20,6**
39	6,339E+05	7,801E+03	7,856E-10	1,154E-10	2,832E-05	4,000E-07	4,078E-15	8,889E-17	99,2	2,0	4,16E-13	9,79E-03	1,19E-03	**161,1**	**19,6**
40	5,059E+05	6,543E+03	7,412E-10	6,327E-11	3,459E-05	5,043E-07	3,982E-15	3,874E-17	99,4	0,8	3,32E-13	1,20E-02	1,31E-03	**195,2**	**21,4**
41	6,220E+05	7,687E+03	1,527E-09	1,723E-10	2,813E-05	3,785E-07	3,942E-15	1,174E-16	98,4	2,8	4,09E-13	9,65E-03	1,25E-03	**158,8**	**20,6**
42	7,381E+05	8,784E+03	1,027E-09	1,049E-10	2,739E-05	3,521E-07	4,578E-15	9,794E-17	98,9	2,0	4,85E-13	9,44E-03	1,15E-03	**155,6**	**18,9**
43	6,992E+05	8,420E+03	6,565E-10	8,488E-11	3,266E-05	4,339E-07	5,199E-15	8,966E-17	99,4	1,6	4,59E-13	1,13E-02	1,33E-03	**185,0**	**21,7**
44	5,345E+05	6,830E+03	5,276E-10	1,529E-10	3,588E-05	5,121E-07	4,374E-15	1,079E-16	99,6	2,3	3,51E-13	1,25E-02	1,55E-03	**202,5**	**25,3**
45	6,681E+05	8,127E+03	4,640E-10	1,071E-10	3,101E-05	4,073E-07	4,724E-15	9,967E-17	99,6	2,0	4,39E-13	1,08E-02	1,30E-03	**176,3**	**21,4**
46	7,083E+05	8,505E+03	9,742E-10	1,465E-10	3,147E-05	4,147E-07	5,058E-15	1,500E-16	99,1	2,8	4,65E-13	1,09E-02	1,41E-03	**178,0**	**23,1**
47	6,823E+05	8,262E+03	9,995E-10	9,981E-11	3,214E-05	4,256E-07	4,977E-15	9,449E-17	99,1	1,8	4,48E-13	1,11E-02	1,32E-03	**181,6**	**21,6**
48	5,265E+05	6,749E+03	8,016E-10	9,197E-11	3,958E-05	5,580E-07	4,743E-15	6,673E-17	99,4	1,3	3,46E-13	1,37E-02	1,56E-03	**221,8**	**25,3**
49	6,465E+05	7,922E+03	8,863E-10	1,100E-10	3,277E-05	4,391E-07	4,814E-15	9,742E-17	99,2	1,9	4,25E-13	1,13E-02	1,36E-03	**185,2**	**22,3**
50	5,889E+05	7,365E+03	9,832E-10	1,374E-10	4,109E-05	5,685E-07	5,502E-15	1,280E-16	99,3	2,2	3,87E-13	1,42E-02	1,75E-03	**229,5**	**28,3**
51	7,037E+05	8,463E+03	8,427E-10	1,113E-10	3,018E-05	3,985E-07	4,824E-15	1,080E-16	99,2	2,1	4,62E-13	1,04E-02	1,28E-03	**171,2**	**21,0**
52	7,181E+05	8,597E+03	9,274E-10	1,285E-10	2,615E-05	3,632E-07	4,256E-15	1,154E-16	99,0	2,5	4,72E-13	9,02E-03	1,15E-03	**148,9**	**18,9**
53	6,408E+05	7,867E+03	7,912E-10	1,266E-10	3,805E-05	5,204E-07	5,550E-15	1,314E-16	99,4	2,2	4,21E-13	1,32E-02	1,63E-03	**213,7**	**26,4**
54	5,459E+05	6,942E+03	8,976E-10	2,296E-10	4,595E-05	6,405E-07	5,712E-15	2,092E-16	99,4	3,5	3,59E-13	1,59E-02	2,18E-03	**255,2**	**34,9**
55	6,359E+05	7,820E+03	7,549E-10	1,130E-10	3,858E-05	5,391E-07	5,585E-15	1,189E-16	99,4	1,9	4,18E-13	1,34E-02	1,62E-03	**216,6**	**26,3**
56	6,306E+05	7,769E+03	7,659E-10	7,281E-11	3,943E-05	5,367E-07	5,662E-15	7,459E-17	99,4	1,2	4,14E-13	1,37E-02	1,55E-03	**221,1**	**25,0**
57	7,112E+05	8,532E+03	6,989E-10	7,959E-11	1,892E-05	2,661E-07	3,048E-15	5,243E-17	98,9	1,5	4,67E-13	6,52E-03	7,65E-04	**108,9**	**12,8**
58	7,041E+05	8,466E+03	7,712E-10	8,697E-11	2,791E-05	3,667E-07	4,464E-15	7,774E-17	99,2	1,6	4,63E-13	9,65E-03	1,13E-03	**158,9**	**18,7**
59	7,016E+05	8,443E+03	5,915E-10	1,041E-10	2,709E-05	3,566E-07	4,325E-15	9,248E-17	99,4	2,0	4,61E-13	9,38E-03	1,14E-03	**154,7**	**18,8**
60	6,827E+05	8,265E+03	6,841E-10	8,888E-11	2,472E-05	3,191E-07	3,833E-15	6,593E-17	99,2	1,6	4,49E-13	8,54E-03	1,00E-03	**141,4**	**16,6**
61	6,932E+05	8,364E+03	1,105E-09	9,336E-11	2,410E-05	3,249E-07	3,774E-15	6,807E-17	98,6	1,6	4,55E-13	8,29E-03	9,78E-04	**137,3**	**16,2**
62	5,941E+05	7,416E+03	2,153E-09	2,425E-10	2,958E-05	4,095E-07	3,939E-15	1,578E-16	97,8	3,8	3,90E-13	1,01E-02	1,41E-03	**165,8**	**23,2**
63	5,979E+05	7,453E+03	1,875E-09	1,435E-10	3,510E-05	4,920E-07	4,730E-15	1,094E-16	98,4	2,1	3,93E-13	1,20E-02	1,48E-03	**196,2**	**24,2**
64	6,267E+05	7,732E+03	1,486E-09	1,379E-10	2,963E-05	3,977E-07	4,190E-15	9,873E-17	98,5	2,2	4,12E-13	1,02E-02	1,26E-03	**167,1**	**20,7**
65	6,155E+05	7,623E+03	1,800E-09	1,371E-10	3,311E-05	4,463E-07	4,592E-15	1,025E-16	98,4	2,1	4,04E-13	1,14E-02	1,39E-03	**185,6**	**22,7**
66	5,790E+05	7,268E+03	1,073E-09	2,277E-10	4,261E-05	5,940E-07	5,609E-15	2,149E-16	99,3	3,7	3,80E-13	1,47E-02	2,04E-03	**237,4**	**32,8**
67	6,726E+05	8,169E+03	9,025E-10	1,888E-10	3,387E-05	4,806E-07	5,177E-15	1,950E-16	99,2	3,5	4,42E-13	1,17E-02	1,61E-03	**191,1**	**26,3**
68	6,958E+05	8,388E+03	1,025E-09	8,084E-11	3,010E-05	4,079E-07	4,748E-15	7,466E-17	99,0	1,4	4,57E-13	1,04E-02	1,20E-03	**170,5**	**19,7**
69	6,712E+05	8,156E+03	1,664E-09	9,905E-11	2,937E-05	3,923E-07	4,439E-15	7,597E-17	98,3	1,6	4,41E-13	1,01E-02	1,18E-03	**165,4**	**19,4**
70	6,259E+05	7,724E+03	1,107E-09	1,160E-10	3,046E-05	4,004E-07	4,319E-15	8,611E-17	98,9	1,9	4,11E-13	1,05E-02	1,26E-03	**172,3**	**20,7**
71	6,302E+05	7,765E+03	1,081E-09	1,143E-10	2,786E-05	3,926E-07	3,974E-15	8,265E-17	98,9	1,9	4,14E-13	9,60E-03	1,16E-03	**158,1**	**19,1**
72	6,363E+05	7,824E+03	1,345E-09	9,677E-11	3,164E-05	4,215E-07	4,553E-15	7,425E-17	98,7	1,5	4,18E-13	1,09E-02	1,27E-03	**178,4**	**20,7**
73	6,356E+05	7,816E+03	1,529E-09	1,818E-10	2,856E-05	3,917E-07	4,091E-15	1,330E-16	98,4	3,1	4,18E-13	9,80E-03	1,30E-03	**161,2**	**21,4**
74	6,522E+05	7,976E+03	8,954E-10	6,094E-11	3,220E-05	4,287E-07	4,770E-15	5,153E-17	99,2	1,0	4,29E-13	1,11E-02	1,23E-03	**182,1**	**20,2**
75	5,764E+05	7,243E+03	1,596E-09	9,725E-11	3,437E-05	4,968E-07	4,475E-15	6,816E-17	98,6	1,3	3,79E-13	1,18E-02	1,36E-03	**192,7**	**22,2**
76	6,218E+05	7,684E+03	1,110E-09	1,209E-10	3,316E-05	4,685E-07	4,676E-15	1,013E-16	99,0	2,0	4,09E-13	1,14E-02	1,39E-03	**187,0**	**22,7**
77	6,155E+05	7,623E+03	5,866E-10	1,045E-10	3,582E-05	4,755E-07	5,025E-15	9,378E-17	99,5	1,8	4,04E-13	1,24E-02	1,47E-03	**202,1**	**24,0**
78	5,979E+05	7,453E+03	7,744E-10	1,276E-10	4,029E-05	5,329E-07	5,485E-15	1,192E-16	99,4	2,1	3,93E-13	1,40E-02	1,70E-03	**225,6**	**27,5**
79	6,309E+05	7,772E+03	7,323E-10	7,021E-11	3,888E-05	5,041E-07	5,587E-15	6,771E-17	99,4	1,1	4,15E-13	1,35E-02	1,51E-03	**218,2**	**24,5**
80	6,512E+05	7,966E+03	1,379E-09	2,473E-10	3,926E-05	5,148E-07	5,794E-15	2,648E-16	99,0	4,4	4,28E-13	1,35E-02	1,97E-03	**219,2**	**31,9**

Table. In situ K/Ar ages from sample ZA16-86

Spot	Volume V		$^{36}Ar/V$		$^{40}Ar/V$		$^{40}Ar^*$		%40Ar*		^{40}K	$^{40}Ar^*/^{40}K$		Age	
#	(μm^3)	± 1σ	($fA/\mu m^3$)	± 1σ	($fA/\mu m^3$)	± 1σ	(mol)	± 1σ	%	± 1σ	(mol)		± 1σ	(Ma)	± 1σ
N78.MS1 – ZA16-86															
1	1,030E+06	1,139E+04	3,273E-10	7,830E-11	1,706E-05	2,197E-07	3,999E-15	9,870E-17	99,4	2,3	6,35E-13	6,30E-03	7,86E-04	**105,3**	**13,1**
2	1,048E+06	1,154E+04	4,399E-10	4,323E-11	1,534E-05	1,942E-07	3,649E-15	4,978E-17	99,2	1,2	6,46E-13	5,65E-03	6,42E-04	**94,7**	**10,8**
3	9,279E+05	1,050E+04	3,158E-10	1,039E-10	1,804E-05	2,321E-07	3,814E-15	1,114E-16	99,5	2,8	5,72E-13	6,67E-03	8,62E-04	**111,3**	**14,4**
4	1,132E+06	1,226E+04	6,394E-10	4,678E-11	1,724E-05	2,080E-07	4,423E-15	6,511E-17	98,9	1,3	6,98E-13	6,34E-03	7,27E-04	**105,9**	**12,1**
5	1,083E+06	1,184E+04	6,270E-10	9,804E-11	1,755E-05	2,231E-07	4,307E-15	1,347E-16	98,9	2,9	6,68E-13	6,45E-03	8,47E-04	**107,8**	**14,1**
6	1,018E+06	1,128E+04	4,383E-10	1,162E-10	1,706E-05	2,045E-07	3,945E-15	1,367E-16	99,2	3,3	6,27E-13	6,29E-03	8,47E-04	**105,2**	**14,2**
7	9,659E+05	1,083E+04	4,587E-10	6,484E-11	1,716E-05	2,248E-07	3,765E-15	7,179E-17	99,2	1,7	5,95E-13	6,32E-03	7,53E-04	**105,7**	**12,6**
8	9,900E+05	1,104E+04	4,576E-10	9,477E-11	1,962E-05	2,307E-07	4,418E-15	1,194E-16	99,3	2,6	6,10E-13	7,24E-03	9,20E-04	**120,5**	**15,3**
9	9,825E+05	1,098E+04	1,130E-10	5,474E-11	1,172E-05	1,503E-07	2,629E-15	4,528E-17	99,7	1,6	6,06E-13	4,34E-03	5,09E-04	**73,2**	**8,6**
10	9,112E+05	1,035E+04	2,469E-10	7,443E-11	1,802E-05	2,283E-07	3,745E-15	7,742E-17	99,6	1,9	5,62E-13	6,67E-03	8,05E-04	**111,3**	**13,4**
11	1,056E+06	1,161E+04	1,705E-11	6,321E-11	1,262E-05	1,559E-07	3,051E-15	6,413E-17	100,0	2,0	6,51E-13	4,69E-03	5,67E-04	**78,9**	**9,6**
12	9,520E+05	1,071E+04	2,962E-10	9,293E-11	1,717E-05	2,173E-07	3,724E-15	9,958E-17	99,5	2,5	5,87E-13	6,35E-03	8,04E-04	**106,0**	**13,4**
16	7,605E+05	8,991E+03	6,574E-12	4,218E-11	2,386E-05	3,095E-07	4,155E-15	4,412E-17	100,0	0,9	4,69E-13	8,86E-03	9,81E-04	**146,5**	**16,2**
14	9,607E+05	1,079E+04	5,298E-10	7,105E-11	1,864E-05	2,228E-07	4,066E-15	7,875E-17	99,2	1,8	5,92E-13	6,87E-03	8,20E-04	**114,5**	**13,7**
16	7,605E+05	8,991E+03	6,574E-12	4,218E-11	2,386E-05	3,095E-07	4,155E-15	4,412E-17	100,0	0,9	4,69E-13	8,86E-03	9,81E-04	**146,5**	**16,2**
17	6,733E+05	8,176E+03	1,020E-09	9,862E-11	2,000E-05	2,873E-07	3,038E-15	5,969E-17	98,5	1,7	4,15E-13	7,32E-03	8,76E-04	**121,8**	**14,6**
18	7,673E+05	9,053E+03	4,600E-10	1,151E-10	2,008E-05	2,656E-07	3,504E-15	9,277E-17	99,3	2,5	4,73E-13	7,41E-03	9,37E-04	**123,2**	**15,6**
19	8,192E+05	9,527E+03	4,785E-10	7,064E-11	1,619E-05	2,066E-07	3,011E-15	5,127E-17	99,1	1,6	5,05E-13	5,96E-03	6,98E-04	**99,8**	**11,7**
20	7,473E+05	8,869E+03	1,016E-09	1,584E-10	1,974E-05	2,715E-07	3,327E-15	1,155E-16	98,5	3,2	4,61E-13	7,22E-03	9,73E-04	**120,2**	**16,2**
21	7,566E+05	8,955E+03	2,776E-10	1,295E-10	2,138E-05	2,740E-07	3,690E-15	1,082E-16	99,6	2,8	4,66E-13	7,91E-03	1,02E-03	**131,3**	**17,0**
22	8,015E+05	9,366E+03	4,417E-10	1,636E-10	1,833E-05	2,386E-07	3,340E-15	1,307E-16	99,3	3,8	4,94E-13	6,76E-03	9,41E-04	**112,8**	**15,7**
23	7,159E+05	8,576E+03	2,165E-10	1,179E-10	1,870E-05	2,483E-07	3,055E-15	7,872E-17	99,7	2,4	4,41E-13	6,92E-03	8,71E-04	**115,4**	**14,5**
24	6,885E+05	8,319E+03	9,296E-11	1,049E-10	2,059E-05	2,734E-07	3,242E-15	7,239E-17	99,9	2,1	4,24E-13	7,64E-03	9,35E-04	**126,9**	**15,5**
25	6,971E+05	8,400E+03	4,160E-11	1,338E-10	1,466E-05	2,137E-07	2,339E-15	7,018E-17	99,9	2,7	4,30E-13	5,44E-03	7,08E-04	**91,3**	**11,9**
27	7,221E+05	8,635E+03	1,021E-09	1,029E-10	1,187E-05	2,405E-07	1,914E-15	5,403E-17	97,5	1,9	4,45E-13	4,30E-03	5,51E-04	**72,5**	**9,3**
28	7,249E+05	8,661E+03	4,400E-10	3,117E-11	1,491E-05	2,487E-07	2,455E-15	2,540E-17	99,1	0,6	4,47E-13	5,49E-03	6,06E-04	**92,2**	**10,2**
29	6,647E+05	8,094E+03	-4,890E-10	5,922E-11	1,996E-05	2,749E-07	3,061E-15	4,379E-17	100,7	1,3	4,10E-13	7,47E-03	8,54E-04	**124,2**	**14,2**
30	6,480E+05	7,936E+03	7,808E-10	8,007E-11	1,580E-05	2,292E-07	2,310E-15	3,690E-17	98,5	1,4	3,99E-13	5,78E-03	6,71E-04	**96,9**	**11,2**
31	7,168E+05	8,585E+03	4,101E-10	6,341E-11	1,508E-05	2,365E-07	2,455E-15	3,979E-17	99,2	1,2	4,42E-13	5,56E-03	6,46E-04	**93,2**	**10,8**
32	7,430E+05	8,829E+03	1,736E-10	8,205E-11	1,740E-05	2,399E-07	2,951E-15	5,763E-17	99,7	1,8	4,58E-13	6,44E-03	7,70E-04	**107,6**	**12,9**
33	7,255E+05	8,666E+03	1,434E-10	6,032E-11	1,527E-05	2,081E-07	2,530E-15	3,614E-17	99,7	1,3	4,47E-13	5,66E-03	6,47E-04	**94,8**	**10,8**
34	6,964E+05	8,394E+03	6,347E-10	1,229E-10	1,566E-05	2,100E-07	2,467E-15	6,257E-17	98,8	2,4	4,29E-13	5,75E-03	7,21E-04	**96,3**	**12,1**
35	7,179E+05	8,596E+03	3,928E-10	9,339E-11	1,282E-05	1,720E-07	2,088E-15	4,268E-17	99,1	1,9	4,43E-13	4,72E-03	5,68E-04	**79,4**	**9,6**
36	7,724E+05	9,100E+03	3,819E-10	1,022E-10	1,253E-05	1,699E-07	2,197E-15	5,334E-17	99,1	2,2	4,76E-13	4,61E-03	5,74E-04	**77,7**	**9,7**
37	6,955E+05	8,385E+03	2,631E-10	1,051E-10	1,605E-05	2,181E-07	2,544E-15	5,748E-17	99,5	2,1	4,29E-13	5,93E-03	7,28E-04	**99,4**	**12,2**
42	6,432E+05	7,889E+03	-6,686E-11	1,628E-10	1,486E-05	2,102E-07	2,192E-15	7,222E-17	100,1	3,1	3,96E-13	5,53E-03	7,35E-04	**92,8**	**12,3**
39	6,444E+05	7,901E+03	7,635E-10	7,299E-11	1,702E-05	2,636E-07	2,478E-15	3,846E-17	98,7	1,2	3,97E-13	6,24E-03	7,21E-04	**104,3**	**12,1**
40	6,880E+05	8,315E+03	5,349E-10	1,173E-10	1,748E-05	2,364E-07	2,729E-15	6,598E-17	99,1	2,3	4,24E-13	6,44E-03	7,99E-04	**107,5**	**13,3**
42	6,432E+05	7,889E+03	-6,686E-11	1,628E-10	1,486E-05	2,102E-07	2,192E-15	7,222E-17	100,1	3,1	3,96E-13	5,53E-03	7,35E-04	**92,8**	**12,3**
43	6,674E+05	8,120E+03	5,200E-10	8,269E-11	1,497E-05	2,093E-07	2,265E-15	3,857E-17	99,0	1,5	4,11E-13	5,51E-03	6,44E-04	**92,4**	**10,8**
44	6,672E+05	8,118E+03	1,064E-10	1,223E-10	2,524E-05	3,817E-07	3,851E-15	1,034E-16	99,9	2,4	4,11E-13	9,36E-03	1,19E-03	**154,4**	**19,6**
45	6,251E+05	7,716E+03	6,750E-10	1,184E-10	2,681E-05	3,788E-07	3,810E-15	8,489E-17	99,3	2,0	3,85E-13	9,89E-03	1,21E-03	**162,6**	**19,9**
46	6,770E+05	8,211E+03	2,703E-10	1,514E-10	1,698E-05	2,299E-07	2,620E-15	8,169E-17	99,5	3,0	4,17E-13	6,28E-03	8,24E-04	**105,0**	**13,8**
47	7,551E+05	8,941E+03	3,245E-10	7,010E-11	1,586E-05	2,151E-07	2,726E-15	4,524E-17	99,4	1,5	4,65E-13	5,86E-03	6,83E-04	**98,1**	**11,4**
48	8,457E+05	9,766E+03	3,240E-10	5,013E-11	1,518E-05	1,995E-07	2,921E-15	3,874E-17	99,4	1,2	5,21E-13	5,60E-03	6,35E-04	**94,0**	**10,6**
49	8,057E+05	9,405E+03	6,851E-10	5,914E-11	1,863E-05	2,520E-07	3,401E-15	4,818E-17	98,9	1,2	4,97E-13	6,85E-03	7,82E-04	**114,2**	**13,0**
50	6,853E+05	8,290E+03	1,897E-10	8,606E-11	2,022E-05	2,849E-07	3,165E-15	6,016E-17	99,7	1,7	4,22E-13	7,49E-03	8,92E-04	**124,5**	**14,8**
51	6,440E+05	7,897E+03	2,888E-10	9,538E-11	2,131E-05	2,891E-07	3,131E-15	5,901E-17	99,6	1,7	3,97E-13	7,89E-03	9,37E-04	**130,9**	**15,6**
52	7,747E+05	9,122E+03	3,408E-10	7,588E-11	1,622E-05	2,104E-07	2,859E-15	5,079E-17	99,4	1,6	4,78E-13	5,99E-03	7,05E-04	**100,2**	**11,8**
53	7,982E+05	9,336E+03	6,252E-10	1,317E-10	1,267E-05	1,757E-07	2,283E-15	7,293E-17	98,5	2,9	4,92E-13	4,64E-03	6,12E-04	**78,1**	**10,3**
54	8,387E+05	9,703E+03	4,567E-10	1,276E-10	1,228E-05	1,603E-07	2,333E-15	7,497E-17	98,9	3,0	5,17E-13	4,51E-03	5,96E-04	**76,1**	**10,0**
55	8,179E+05	9,515E+03	-6,725E-11	4,199E-11	1,733E-05	2,331E-07	3,249E-15	3,946E-17	100,1	1,0	5,04E-13	6,44E-03	7,23E-04	**107,6**	**12,1**
56	6,662E+05	8,109E+03	8,075E-10	8,189E-11	1,973E-05	2,782E-07	2,973E-15	4,846E-17	98,8	1,4	4,11E-13	7,24E-03	8,42E-04	**120,5**	**14,0**
57	9,421E+05	1,062E+04	6,794E-11	2,609E-11	1,494E-05	1,929E-07	3,219E-15	2,799E-17	99,9	0,7	5,81E-13	5,54E-03	6,02E-04	**93,0**	**10,1**
58	8,340E+05	9,661E+03	5,024E-10	1,201E-10	1,478E-05	1,890E-07	2,795E-15	8,292E-17	99,0	2,8	5,14E-13	5,44E-03	7,05E-04	**91,2**	**11,8**
60	7,176E+05	8,593E+03	1,462E-09	1,408E-10	1,376E-05	2,492E-07	2,190E-15	7,275E-17	96,9	2,6	4,42E-13	4,95E-03	6,60E-04	**83,3**	**11,1**
61	7,669E+05	9,050E+03	1,291E-10	3,329E-11	2,408E-05	3,265E-07	4,223E-15	3,787E-17	99,8	0,7	4,73E-13	8,93E-03	9,74E-04	**147,6**	**16,1**
62	7,350E+05	8,754E+03	9,130E-10	1,076E-10	2,325E-05	3,067E-07	3,868E-15	8,723E-17	98,8	2,1	4,53E-13	8,54E-03	1,05E-03	**141,3**	**17,3**
63	7,705E+05	9,082E+03	1,620E-09	1,087E-10	1,399E-05	2,129E-07	2,385E-15	5,862E-17	96,6	2,0	4,75E-13	5,02E-03	6,26E-04	**84,4**	**10,5**
64	7,992E+05	9,345E+03	7,032E-10	6,669E-11	1,291E-05	1,922E-07	2,325E-15	4,008E-17	98,4	1,4	4,93E-13	4,72E-03	5,53E-04	**79,5**	**9,3**
65	7,497E+05	8,891E+03	8,936E-10	1,273E-10	1,380E-05	1,996E-07	2,324E-15	6,732E-17	98,1	2,6	4,62E-13	5,03E-03	6,49E-04	**84,5**	**10,9**
66	8,236E+05	9,567E+03	4,784E-10	8,044E-11	1,316E-05	1,762E-07	2,455E-15	4,959E-17	98,9	1,8	5,08E-13	4,84E-03	5,81E-04	**81,4**	**9,8**
67	7,877E+05	9,240E+03	8,506E-10	1,316E-10	2,132E-05	3,232E-07	3,801E-15	1,220E-16	98,8	2,8	4,85E-13	7,83E-03	1,03E-03	**130,0**	**17,2**
68	7,889E+05	9,252E+03	7,073E-10	1,715E-10	2,482E-05	3,334E-07	4,446E-15	1,783E-16	99,2	3,8	4,86E-13	9,14E-03	1,28E-03	**150,9**	**21,1**
69	8,277E+05	9,604E+03	5,002E-10	8,343E-11	2,311E-05	3,394E-07	4,353E-15	9,662E-17	99,4	1,9	5,10E-13	8,53E-03	1,04E-03	**141,2**	**17,3**
71	8,688E+05	9,974E+03	-7,321E-10	7,973E-11	2,417E-05	3,205E-07	4,852E-15	1,175E-16	100,9	2,3	5,36E-13	9,06E-03	1,13E-03	**149,6**	**18,6**
72	8,397E+05	9,712E+03	1,089E-09	1,224E-10	2,238E-05	2,922E-07	4,243E-15	1,236E-16	98,6	2,7	5,18E-13	8,20E-03	1,06E-03	**135,8**	**17,5**
73	7,426E+05	8,825E+03	2,330E-10	1,019E-10	1,294E-05	1,785E-07	2,189E-15	5,207E-17	99,5	2,2	4,58E-13	4,78E-03	5,92E-04	**80,5**	**10,0**
74	7,717E+05	9,094E+03	4,121E-10	9,676E-11	1,580E-05	2,072E-07	2,770E-15	6,222E-17	99,2	2,1	4,76E-13	5,82E-03	7,13E-04	**97,6**	**11,9**
75	8,173E+05	9,510E+03	7,060E-10	9,374E-11	1,252E-05	1,701E-07	2,305E-15	5,291E-17	98,3	2,1	5,04E-13	4,58E-03	5,63E-04	**77,1**	**9,5**
76	8,004E+05	9,356E+03	1,196E-09	1,179E-10	1,722E-05	2,340E-07	3,093E-15	8,352E-17	97,9	2,5	4,93E-13	6,27E-03	7,96E-04	**104,8**	**13,3**
77	1,011E+06	1,123E+04	1,755E-09	1,100E-10	1,080E-05	1,501E-07	2,381E-15	7,443E-17	95,2	2,7	6,23E-13	3,82E-03	5,01E-04	**64,6**	**8,5**
78	7,742E+05	9,117E+03	6,523E-10	6,457E-11	3,334E-05	4,304E-07	5,878E-15	8,363E-17	99,4	1,3	4,77E-13	1,23E-02	1,41E-03	**200,4**	**22,9**
79	6,855E+05	8,291E+03	9,337E-11	1,382E-10	1,570E-05	2,318E-07	2,461E-15	7,503E-17	99,8	2,8	4,23E-13	5,82E-03	7,60E-04	**97,6**	**12,7**
80	6,168E+05	7,636E+03	1,161E-09	5,493E-11	1,439E-05	2,293E-07	1,984E-15	2,217E-17	97,6	0,7	3,80E-13	5,22E-03	5,80E-04	**87,6**	**9,7**
81	6,332E+05	7,794E+03	3,016E-10	1,471E-10	2,238E-05	3,154E-07	3,232E-15	9,285E-17	99,6	2,7	3,90E-13	8,28E-03	1,07E-03	**137,2**	**17,7**
82	8,056E+05	9,404E+03	1,676E-10	1,339E-10	1,549E-05	2,014E-07	2,848E-15	9,355E-17	99,7	3,1	4,97E-13	5,74E-03	7,62E-04	**96,1**	**12,8**

Table. In situ K/Ar ages from sample ZA16-104

Spot	Volume V		$^{36}Ar/V$		$^{40}Ar/V$		$^{40}Ar^*$		%40Ar*		^{40}K	$^{40}Ar^*/^{40}K$		Age	
#	(μm^3)	± 1σ	(fA/μm^3)	± 1σ	(fA/μm^3)	± 1σ	(mol)	± 1σ	%	± 1σ	(mol)		± 1σ	(Ma)	± 1σ
N79.MS1 – ZA16-104															
1	8,498E+05	9,803E+03	1,137E-09	8,769E-11	5,311E-05	6,600E-07	1,027E-14	2,028E-16	99,4	1,9	5,32E-13	1,93E-02	2,31E-03	**305,0**	**36,5**
2	7,704E+05	9,082E+03	6,521E-10	1,482E-10	4,447E-05	5,646E-07	7,812E-15	2,581E-16	99,6	3,2	4,82E-13	1,62E-02	2,15E-03	**259,2**	**34,5**
3	7,605E+05	8,990E+03	1,051E-09	1,099E-10	5,741E-05	7,139E-07	9,944E-15	2,251E-16	99,5	2,2	4,76E-13	2,09E-02	2,56E-03	**327,8**	**40,2**
4	8,194E+05	9,529E+03	6,698E-10	1,106E-10	4,582E-05	5,760E-07	8,562E-15	2,222E-16	99,6	2,5	5,13E-13	1,67E-02	2,10E-03	**266,6**	**33,6**
5	8,896E+05	1,016E+04	5,840E-10	6,667E-11	4,294E-05	5,409E-07	8,714E-15	1,483E-16	99,6	1,6	5,57E-13	1,56E-02	1,83E-03	**251,0**	**29,4**
6	9,844E+05	1,099E+04	4,743E-10	6,261E-11	3,642E-05	4,760E-07	8,179E-15	1,525E-16	99,6	1,7	6,16E-13	1,33E-02	1,57E-03	**215,1**	**25,5**
7	1,003E+06	1,115E+04	7,232E-10	6,642E-11	4,117E-05	5,008E-07	9,404E-15	1,733E-16	99,5	1,7	6,28E-13	1,50E-02	1,77E-03	**241,0**	**28,5**
8	1,077E+06	1,179E+04	2,705E-10	7,312E-11	3,857E-05	4,522E-07	9,496E-15	2,199E-16	99,8	2,2	6,74E-13	1,41E-02	1,73E-03	**227,4**	**28,0**
9	1,009E+06	1,121E+04	1,923E-10	1,181E-10	4,414E-05	5,249E-07	1,018E-14	3,606E-16	99,9	3,5	6,32E-13	1,61E-02	2,18E-03	**258,2**	**35,0**
11	1,101E+06	1,200E+04	5,151E-10	5,195E-11	3,656E-05	4,272E-07	9,181E-15	1,463E-16	99,6	1,5	6,89E-13	1,33E-02	1,54E-03	**215,8**	**25,0**
12	8,784E+05	1,006E+04	8,189E-10	1,353E-10	4,231E-05	5,269E-07	8,463E-15	2,868E-16	99,4	3,3	5,50E-13	1,54E-02	2,06E-03	**247,2**	**33,1**
13	8,925E+05	1,019E+04	9,924E-11	5,409E-11	4,155E-05	5,310E-07	8,487E-15	1,302E-16	99,9	1,4	5,59E-13	1,52E-02	1,75E-03	**244,1**	**28,2**
16	8,674E+05	9,961E+03	8,544E-10	1,442E-10	5,070E-05	6,315E-07	1,002E-14	3,567E-16	99,5	3,4	5,43E-13	1,85E-02	2,50E-03	**292,6**	**39,7**
15	9,709E+05	1,088E+04	6,025E-10	7,346E-11	4,605E-05	5,528E-07	1,020E-14	2,042E-16	99,6	1,9	6,08E-13	1,68E-02	2,01E-03	**267,9**	**32,2**
16	8,674E+05	9,961E+03	8,544E-10	1,442E-10	5,070E-05	6,315E-07	1,002E-14	3,567E-16	99,5	3,4	5,43E-13	1,85E-02	2,50E-03	**292,6**	**39,7**
18	1,002E+06	1,114E+04	1,340E-09	1,070E-10	4,228E-05	5,107E-07	9,608E-15	2,736E-16	99,1	2,7	6,27E-13	1,53E-02	1,97E-03	**246,1**	**31,6**
19	5,852E+05	7,329E+03	8,232E-10	8,286E-11	6,863E-05	9,139E-07	9,165E-15	1,227E-16	99,6	1,3	3,66E-13	2,50E-02	2,84E-03	**386,2**	**43,8**
20	9,468E+05	1,067E+04	4,180E-10	8,572E-11	4,082E-05	5,157E-07	8,825E-15	2,127E-16	99,7	2,3	5,93E-13	1,49E-02	1,85E-03	**239,6**	**29,7**
21	1,037E+06	1,145E+04	1,776E-09	1,022E-10	2,238E-05	2,703E-07	5,192E-15	1,400E-16	97,7	2,5	6,49E-13	8,00E-03	1,02E-03	**132,6**	**16,8**
22	7,604E+05	8,990E+03	-2,783E-10	8,190E-11	5,709E-05	7,303E-07	9,956E-15	2,000E-16	100,1	1,9	4,76E-13	2,09E-02	2,51E-03	**328,2**	**39,4**
23	8,166E+05	9,504E+03	6,394E-10	5,689E-11	4,925E-05	6,094E-07	9,174E-15	1,167E-16	99,6	1,2	5,11E-13	1,79E-02	2,02E-03	**285,1**	**32,1**
24	9,692E+05	1,086E+04	2,195E-10	6,438E-11	4,957E-05	5,814E-07	1,099E-14	2,009E-16	99,9	1,8	6,07E-13	1,81E-02	2,14E-03	**287,5**	**34,0**
25	8,078E+05	9,424E+03	1,019E-09	1,208E-10	5,266E-05	6,633E-07	9,686E-15	2,624E-16	99,4	2,6	5,06E-13	1,92E-02	2,43E-03	**302,8**	**38,5**
26	8,625E+05	9,918E+03	1,958E-10	7,918E-11	5,273E-05	6,308E-07	1,040E-14	2,091E-16	99,9	2,0	5,40E-13	1,93E-02	2,31E-03	**304,5**	**36,6**
27	8,962E+05	1,022E+04	-2,214E-11	3,302E-11	4,981E-05	6,101E-07	1,022E-14	9,875E-17	100,0	0,9	5,61E-13	1,82E-02	2,00E-03	**289,2**	**31,7**
28	8,689E+05	9,975E+03	4,982E-10	1,109E-10	5,171E-05	6,344E-07	1,026E-14	2,860E-16	99,7	2,7	5,44E-13	1,89E-02	2,41E-03	**298,5**	**38,2**
29	8,751E+05	1,003E+04	7,487E-10	1,250E-10	5,167E-05	6,369E-07	1,031E-14	3,208E-16	99,6	3,0	5,48E-13	1,88E-02	2,47E-03	**297,9**	**39,1**
30	4,786E+05	6,266E+03	1,681E-09	1,160E-10	1,023E-04	1,409E-06	1,116E-14	1,568E-16	99,5	1,3	3,00E-13	3,72E-02	4,25E-03	**548,5**	**62,6**
31	7,268E+05	8,678E+03	8,802E-10	1,735E-10	5,124E-05	6,550E-07	8,486E-15	3,058E-16	99,5	3,5	4,55E-13	1,86E-02	2,54E-03	**295,4**	**40,2**
32	9,163E+05	1,040E+04	-1,855E-10	2,568E-11	5,358E-05	6,492E-07	1,126E-14	9,327E-17	100,1	0,8	5,74E-13	1,96E-02	2,12E-03	**309,6**	**33,5**
33	9,655E+05	1,083E+04	2,367E-10	1,143E-10	5,274E-05	6,508E-07	1,165E-14	3,846E-16	99,9	3,2	6,04E-13	1,93E-02	2,56E-03	**304,5**	**40,5**
34	8,343E+05	9,664E+03	6,496E-10	8,319E-11	6,204E-05	8,026E-07	1,182E-14	2,372E-16	99,7	1,9	5,22E-13	2,26E-02	2,72E-03	**352,6**	**42,3**
35	9,183E+05	1,041E+04	8,726E-10	1,698E-10	4,251E-05	5,225E-07	8,887E-15	3,965E-16	99,4	4,3	5,75E-13	1,55E-02	2,24E-03	**248,2**	**35,9**
36	7,759E+05	9,132E+03	2,395E-09	1,516E-10	3,500E-05	4,470E-07	6,094E-15	1,821E-16	98,0	2,8	4,86E-13	1,25E-02	1,63E-03	**203,9**	**26,5**
37	7,729E+05	9,105E+03	2,325E-10	3,372E-11	5,876E-05	7,362E-07	1,039E-14	8,140E-17	99,9	0,7	4,84E-13	2,15E-02	2,32E-03	**336,2**	**36,3**
41	9,467E+05	1,066E+04	1,880E-09	1,068E-10	4,119E-05	5,016E-07	8,810E-15	2,221E-16	98,7	2,4	5,93E-13	1,49E-02	1,86E-03	**239,3**	**30,0**
39	9,630E+05	1,081E+04	2,966E-10	1,119E-10	4,927E-05	5,900E-07	1,085E-14	3,439E-16	99,8	3,1	6,03E-13	1,80E-02	2,37E-03	**285,8**	**37,6**
40	8,837E+05	1,011E+04	-8,655E-11	8,135E-11	4,325E-05	5,387E-07	8,759E-15	1,972E-16	100,1	2,2	5,53E-13	1,58E-02	1,94E-03	**253,8**	**31,1**
41	9,467E+05	1,066E+04	1,880E-09	1,068E-10	4,119E-05	5,016E-07	8,810E-15	2,221E-16	98,7	2,4	5,93E-13	1,49E-02	1,86E-03	**239,3**	**30,0**
42	8,846E+05	1,012E+04	3,941E-10	5,066E-11	5,313E-05	6,433E-07	1,074E-14	1,371E-16	99,8	1,2	5,54E-13	1,94E-02	2,19E-03	**306,3**	**34,5**
43	8,243E+05	9,574E+03	6,622E-10	1,271E-10	4,900E-05	5,980E-07	9,213E-15	2,746E-16	99,6	2,9	5,16E-13	1,79E-02	2,32E-03	**283,7**	**36,8**
44	9,682E+05	1,085E+04	4,982E-10	6,181E-11	5,091E-05	6,082E-07	1,126E-14	1,899E-16	99,7	1,6	6,06E-13	1,86E-02	2,17E-03	**294,3**	**34,4**
45	8,683E+05	9,970E+03	4,054E-10	9,058E-11	5,995E-05	7,309E-07	1,190E-14	2,714E-16	99,8	2,2	5,44E-13	2,19E-02	2,69E-03	**342,1**	**42,0**
46	1,025E+06	1,134E+04	6,940E-10	5,134E-11	3,133E-05	3,846E-07	7,304E-15	1,060E-16	99,3	1,3	6,41E-13	1,14E-02	1,30E-03	**186,0**	**21,3**
47	9,515E+05	1,071E+04	5,453E-10	1,050E-10	4,569E-05	5,578E-07	9,920E-15	2,861E-16	99,6	2,8	5,96E-13	1,67E-02	2,15E-03	**266,0**	**34,3**
48	9,986E+05	1,112E+04	1,351E-09	8,040E-11	4,128E-05	4,985E-07	9,348E-15	1,909E-16	99,0	1,9	6,25E-13	1,50E-02	1,80E-03	**240,6**	**29,0**
49	9,128E+05	1,037E+04	2,091E-10	9,451E-11	4,884E-05	5,912E-07	1,020E-14	2,614E-16	99,9	2,5	5,71E-13	1,78E-02	2,24E-03	**283,6**	**35,6**
50	9,750E+05	1,091E+04	1,259E-09	1,110E-10	2,751E-05	3,339E-07	6,060E-15	1,773E-16	98,6	2,8	6,10E-13	9,93E-03	1,28E-03	**163,3**	**21,1**
51	8,272E+05	9,600E+03	6,433E-10	7,180E-11	5,040E-05	6,138E-07	9,513E-15	1,557E-16	99,6	1,6	5,18E-13	1,84E-02	2,14E-03	**291,3**	**33,9**
52	8,708E+05	9,992E+03	4,252E-10	9,859E-11	4,879E-05	6,090E-07	9,706E-15	2,445E-16	99,7	2,4	5,45E-13	1,78E-02	2,23E-03	**283,0**	**35,4**
53	9,696E+05	1,086E+04	7,883E-10	1,064E-10	3,934E-05	4,839E-07	8,683E-15	2,538E-16	99,4	2,8	6,07E-13	1,43E-02	1,85E-03	**230,8**	**29,8**
54	9,636E+05	1,081E+04	1,576E-09	1,058E-10	4,073E-05	4,926E-07	8,886E-15	2,333E-16	98,9	2,5	6,03E-13	1,47E-02	1,86E-03	**237,2**	**30,0**
55	8,560E+05	9,859E+03	1,894E-09	1,503E-10	4,661E-05	5,829E-07	9,027E-15	3,059E-16	98,8	3,3	5,36E-13	1,68E-02	2,26E-03	**268,9**	**36,0**
56	8,738E+05	1,002E+04	1,975E-11	6,525E-11	4,440E-05	5,408E-07	8,884E-15	1,556E-16	100,0	1,7	5,47E-13	1,62E-02	1,91E-03	**259,9**	**30,5**
57	1,055E+06	1,161E+04	1,307E-09	6,503E-11	2,727E-05	3,267E-07	6,499E-15	1,106E-16	98,6	1,6	6,61E-13	9,84E-03	1,15E-03	**161,8**	**18,9**
58	9,745E+05	1,091E+04	3,947E-10	1,173E-10	4,540E-05	5,441E-07	1,011E-14	3,373E-16	99,7	3,2	6,10E-13	1,66E-02	2,21E-03	**264,7**	**35,3**
59	8,923E+05	1,018E+04	7,267E-10	8,919E-11	5,621E-05	6,819E-07	1,144E-14	2,533E-16	99,6	2,1	5,59E-13	2,05E-02	2,50E-03	**322,0**	**39,3**

Table. In situ K/Ar ages from sample 11-37-2

Spot	Volume V		$^{36}Ar/V$		$^{40}Ar/V$		$^{40}Ar^*$		%40Ar*		^{40}K	$^{40}Ar^*/^{40}K$		Age	
#	(μm^3)	± 1σ	($fA/\mu m^3$)	± 1σ	($fA/\mu m^3$)	± 1σ	(mol)	± 1σ	%	± 1σ	(mol)		± 1σ	(Ma)	± 1σ
N75.MS1 – 11-37-2															
2	2,528E+05	3,798E+03	-1,527E-09	4,159E-10	2,628E-05	4,984E-07	1,805E-15	6,529E-17	101,7	3,3	1,79E-13	1,01E-02	1,38E-03	**166,0**	**22,6**
3	2,373E+05	3,683E+03	1,584E-08	1,150E-09	4,760E-05	9,513E-07	2,720E-15	2,041E-16	90,2	6,4	1,68E-13	1,62E-02	2,84E-03	**259,6**	**45,4**
4	2,159E+05	3,510E+03	2,153E-08	1,230E-09	4,561E-05	9,478E-07	2,263E-15	1,587E-16	86,0	5,6	1,53E-13	1,48E-02	2,52E-03	**238,8**	**40,6**
5	1,924E+05	3,300E+03	2,651E-09	9,756E-10	4,954E-05	1,067E-06	2,505E-15	1,456E-16	98,4	5,3	1,36E-13	1,84E-02	2,91E-03	**292,2**	**46,2**
6	2,393E+05	3,698E+03	-3,343E-10	4,239E-10	3,730E-05	7,673E-07	2,389E-15	8,455E-17	100,3	3,0	1,69E-13	1,41E-02	1,91E-03	**228,2**	**30,9**
7	1,361E+05	2,670E+03	2,572E-09	1,333E-09	3,979E-05	9,589E-07	1,418E-15	8,097E-17	98,1	5,2	9,62E-14	1,47E-02	2,32E-03	**237,5**	**37,3**
8	2,238E+05	3,576E+03	-2,020E-08	-5,190E-10	3,226E-05	6,554E-07	2,285E-15	3,732E-17	118,5	1,4	1,58E-13	1,44E-02	1,68E-03	**233,0**	**27,1**
9	2,081E+05	3,443E+03	5,401E-09	8,694E-10	4,304E-05	8,914E-07	2,303E-15	1,244E-16	96,3	4,8	1,47E-13	1,57E-02	2,41E-03	**251,2**	**38,7**
10	2,017E+05	3,386E+03	-1,188E-08	-7,592E-11	3,514E-05	7,434E-07	2,081E-15	2,420E-17	110,0	0,8	1,43E-13	1,46E-02	1,63E-03	**235,4**	**26,3**
11	2,027E+05	3,395E+03	2,000E-08	1,226E-09	5,278E-05	1,479E-06	2,537E-15	1,858E-16	88,8	5,5	1,43E-13	1,77E-02	3,07E-03	**281,7**	**48,8**
12	1,991E+05	3,363E+03	7,730E-09	9,007E-10	4,629E-05	9,833E-07	2,339E-15	1,218E-16	95,1	4,5	1,41E-13	1,66E-02	2,53E-03	**265,7**	**40,4**
14	2,678E+05	3,903E+03	2,804E-09	5,717E-10	4,612E-05	8,705E-07	3,238E-15	1,525E-16	98,2	4,2	1,89E-13	1,71E-02	2,52E-03	**272,9**	**40,1**
15	4,163E+05	4,454E+03	-5,244E-10	2,747E-10	2,550E-05	4,181E-07	2,482E-15	8,445E-17	100,6	3,0	2,56E-13	9,70E-03	1,30E-03	**159,6**	**21,4**
16	2,095E+05	3,455E+03	-9,069E-10	6,116E-10	5,328E-05	1,151E-06	2,996E-15	1,309E-16	100,5	3,9	1,48E-13	2,02E-02	2,91E-03	**318,5**	**45,8**
17	3,623E+05	4,454E+03	-5,244E-10	2,747E-10	2,550E-05	4,181E-07	2,482E-15	8,445E-17	100,6	3,0	2,56E-13	9,70E-03	1,30E-03	**159,6**	**21,4**
18	2,709E+05	3,924E+03	2,953E-10	4,407E-10	2,737E-05	5,198E-07	1,974E-15	7,807E-17	99,7	3,5	1,91E-13	1,03E-02	1,44E-03	**169,3**	**23,6**
19	2,192E+05	3,538E+03	1,323E-09	8,327E-10	4,569E-05	9,218E-07	2,652E-15	1,513E-16	99,1	5,3	1,55E-13	1,71E-02	2,69E-03	**273,0**	**42,9**
20	2,781E+05	3,972E+03	1,834E-09	6,321E-10	4,455E-05	8,515E-07	3,268E-15	1,805E-16	98,8	5,0	1,96E-13	1,66E-02	2,58E-03	**265,7**	**41,2**
21	2,656E+05	3,888E+03	7,530E-11	3,471E-10	3,721E-05	6,952E-07	2,637E-15	8,234E-17	99,9	2,7	1,88E-13	1,41E-02	1,84E-03	**227,0**	**29,8**
22	3,067E+05	4,150E+03	2,282E-10	2,194E-10	3,473E-05	6,129E-07	2,839E-15	6,746E-17	99,8	2,0	2,17E-13	1,31E-02	1,62E-03	**212,5**	**26,3**
23	4,159E+05	4,705E+03	-3,366E-10	2,906E-10	2,853E-05	4,413E-07	3,180E-15	1,279E-16	100,3	3,6	2,94E-13	1,08E-02	1,52E-03	**177,3**	**24,9**
24	2,484E+05	3,766E+03	-1,723E-09	3,625E-10	3,678E-05	7,102E-07	2,473E-15	7,988E-17	101,4	2,9	1,75E-13	1,41E-02	1,86E-03	**227,6**	**30,1**
25	6,775E+04	1,398E+03	4,151E-08	3,284E-09	3,752E-05	1,092E-06	4,568E-16	3,720E-17	67,3	4,9	4,79E-14	9,54E-03	1,73E-03	**157,2**	**28,5**
26	3,444E+05	4,361E+03	2,921E-09	4,184E-10	3,181E-05	5,661E-07	2,846E-15	1,283E-16	97,3	3,9	2,43E-13	1,17E-02	1,70E-03	**190,9**	**27,7**
27	1,898E+05	3,276E+03	3,267E-10	9,631E-10	4,648E-05	9,965E-07	2,351E-15	1,364E-16	99,8	5,4	1,34E-13	1,75E-02	2,77E-03	**279,0**	**44,1**
28	3,537E+05	4,410E+03	-2,516E-10	2,562E-10	2,437E-05	4,041E-07	2,309E-15	7,191E-17	100,3	2,7	2,50E-13	9,24E-03	1,21E-03	**152,4**	**20,0**
29	6,704E+05	5,575E+03	1,020E-09	1,411E-10	3,161E-05	4,162E-07	5,604E-15	1,759E-16	99,0	2,6	4,74E-13	1,18E-02	1,55E-03	**193,0**	**25,4**
30	3,923E+05	4,598E+03	3,084E-10	4,909E-10	2,996E-05	4,921E-07	3,129E-15	1,920E-16	99,7	5,7	2,77E-13	1,13E-02	1,82E-03	**184,5**	**29,8**
31	1,847E+05	3,226E+03	-2,685E-09	1,266E-10	4,299E-05	9,276E-07	2,159E-15	2,900E-17	101,8	0,9	1,30E-13	1,65E-02	1,88E-03	**264,4**	**30,0**
32	1,463E+05	2,801E+03	4,170E-09	1,335E-09	5,077E-05	1,145E-06	1,935E-15	1,142E-16	97,6	5,4	1,03E-13	1,87E-02	2,98E-03	**296,5**	**47,1**
33	1,204E+05	2,446E+03	2,650E-09	8,781E-10	3,079E-05	7,451E-07	9,647E-16	3,278E-17	97,5	2,9	8,51E-14	1,13E-02	1,52E-03	**185,3**	**24,8**
34	5,409E+04	9,882E+02	-5,953E-09	1,503E-09	1,627E-04	3,640E-06	2,375E-15	7,029E-17	101,1	2,6	3,82E-14	6,21E-02	8,05E-03	**839,9**	**108,8**
35	6,398E+04	1,294E+03	-2,970E-09	9,646E-10	1,168E-04	2,848E-06	2,011E-15	4,703E-17	100,8	1,9	4,52E-14	4,45E-02	5,49E-03	**638,2**	**78,7**
37	2,082E+04	-7,515E+02	1,633E-08	7,880E-09	3,448E-04	-1,107E-05	1,890E-15	1,074E-16	98,6	5,2	1,47E-14	1,28E-01	2,02E-02	**1443,4**	**226,4**
40	7,988E+04	1,699E+03	-3,818E-08	5,000E-10	1,076E-04	2,764E-06	2,536E-15	8,290E-17	110,5	3,1	5,64E-14	4,49E-02	5,96E-03	**643,6**	**85,4**
41	6,385E+05	5,725E+03	-4,271E-10	1,439E-10	3,472E-05	4,467E-07	6,774E-15	2,478E-16	100,4	3,2	5,14E-13	1,32E-02	1,80E-03	**213,5**	**29,2**
42	5,915E+05	5,347E+03	1,337E-09	2,346E-10	2,997E-05	4,277E-07	4,671E-15	2,086E-16	98,7	3,9	4,18E-13	1,12E-02	1,62E-03	**182,8**	**26,4**
43	7,115E+05	5,683E+03	8,391E-10	1,011E-10	2,955E-05	3,781E-07	5,567E-15	1,383E-16	99,2	2,0	5,03E-13	1,11E-02	1,38E-03	**181,2**	**22,6**
44	7,281E+05	5,725E+03	-4,271E-10	1,439E-10	3,472E-05	4,467E-07	6,774E-15	2,478E-16	100,4	3,2	5,14E-13	1,32E-02	1,80E-03	**213,5**	**29,2**
45	3,770E+05	4,526E+03	-1,645E-10	5,480E-10	3,290E-05	5,538E-07	3,317E-15	2,190E-16	100,1	6,1	2,66E-13	1,25E-02	2,07E-03	**202,5**	**33,6**
46	3,616E+05	4,450E+03	5,725E-10	3,814E-10	3,460E-05	5,956E-07	3,324E-15	1,500E-16	99,5	4,0	2,55E-13	1,30E-02	1,89E-03	**211,1**	**30,6**
47	3,512E+05	4,397E+03	-2,136E-10	2,724E-10	4,033E-05	6,981E-07	3,788E-15	1,261E-16	100,2	2,9	2,48E-13	1,53E-02	2,04E-03	**245,3**	**32,7**
48	8,373E+04	1,784E+03	9,495E-09	1,718E-09	6,460E-05	1,640E-06	1,382E-15	5,981E-17	95,7	3,8	5,92E-14	2,34E-02	3,35E-03	**362,9**	**52,0**
49	3,854E+05	4,566E+03	-1,842E-10	2,409E-10	3,576E-05	5,768E-07	3,685E-15	1,177E-16	100,2	2,8	2,72E-13	1,35E-02	1,79E-03	**219,1**	**28,9**
50	3,105E+05	4,172E+03	1,195E-09	7,218E-10	3,525E-05	6,198E-07	2,894E-15	2,013E-16	99,0	6,5	2,19E-13	1,32E-02	2,24E-03	**213,8**	**36,3**
51	2,127E+05	3,483E+03	1,001E-09	7,999E-10	3,839E-05	8,079E-07	2,164E-15	1,175E-16	99,2	4,9	1,50E-13	1,44E-02	2,22E-03	**232,2**	**35,8**
52	3,495E+05	4,388E+03	1,024E-09	1,168E-10	2,591E-05	4,417E-07	2,389E-15	3,671E-17	98,8	1,1	2,47E-13	9,68E-03	1,12E-03	**159,3**	**18,4**
53	6,074E+05	5,395E+03	3,683E-09	1,824E-10	3,049E-05	4,248E-07	4,769E-15	1,579E-16	96,4	2,7	4,29E-13	1,11E-02	1,48E-03	**181,8**	**24,2**
54	4,439E+05	4,824E+03	4,582E-09	2,854E-10	5,760E-05	9,082E-07	6,667E-15	2,447E-16	97,6	3,1	3,14E-13	2,13E-02	2,91E-03	**333,2**	**45,5**

Table. In situ K/Ar ages from sample ZA16-104

Spot	Volume V		$^{36}Ar/V$		$^{40}Ar/V$		$^{40}Ar^*$		%40Ar*		^{40}K	$^{40}Ar^*/^{40}K$		Age	
#	(μm^3)	± 1σ	($fA/\mu m^3$)	± 1σ	($fA/\mu m^3$)	± 1σ	(mol)	± 1σ	%	± 1σ	(mol)		± 1σ	(Ma)	± 1σ
N169.MS1 – ZA18-13															
1	9,329E+05	1,054E+04	5,173E-09	2,118E-10	5,990E-05	7,289E-07	1,247E-14	5,523E-16	97,4	4,2	6,36E-13	1,96E-02	2,83E-03	**309,4**	**44,6**
2	9,225E+05	1,045E+04	2,164E-09	2,017E-10	5,836E-05	6,888E-07	1,219E-14	6,015E-16	98,9	4,8	6,29E-13	1,94E-02	2,90E-03	**306,2**	**45,7**
3	8,515E+05	9,819E+03	2,214E-09	1,906E-10	5,155E-05	6,529E-07	9,925E-15	4,290E-16	98,7	4,2	5,81E-13	1,71E-02	2,45E-03	**272,6**	**39,0**
4	7,953E+05	9,309E+03	1,788E-09	1,976E-10	5,705E-05	7,303E-07	1,029E-14	4,426E-16	99,1	4,2	5,42E-13	1,90E-02	2,72E-03	**300,4**	**43,0**
5	8,035E+05	9,384E+03	4,941E-10	5,181E-11	5,954E-05	7,681E-07	1,093E-14	1,331E-16	99,8	1,1	5,48E-13	2,00E-02	2,24E-03	**314,4**	**35,3**
6	8,110E+05	9,453E+03	1,349E-09	1,205E-10	5,275E-05	6,383E-07	9,724E-15	2,503E-16	99,2	2,5	5,53E-13	1,76E-02	2,21E-03	**279,8**	**35,2**
7	8,837E+05	1,011E+04	2,724E-09	1,716E-10	3,907E-05	5,108E-07	7,743E-15	3,028E-16	97,9	3,7	6,02E-13	1,29E-02	1,79E-03	**208,7**	**29,0**
8	8,867E+05	1,013E+04	2,104E-09	1,321E-10	2,692E-05	3,341E-07	5,340E-15	1,601E-16	97,7	2,8	6,04E-13	8,83E-03	1,15E-03	**146,0**	**19,0**
9	7,781E+05	9,152E+03	2,031E-10	2,051E-10	1,205E-05	1,620E-07	2,136E-15	1,037E-16	99,5	4,7	5,30E-13	4,03E-03	5,98E-04	**68,0**	**10,1**
10	6,880E+05	8,315E+03	-1,512E-10	1,370E-10	6,037E-05	7,652E-07	9,519E-15	2,741E-16	100,1	2,8	4,69E-13	2,03E-02	2,61E-03	**319,3**	**41,1**
11	6,969E+05	8,398E+03	9,586E-10	1,100E-10	5,366E-05	6,966E-07	8,518E-15	1,816E-16	99,5	2,0	4,75E-13	1,79E-02	2,18E-03	**284,9**	**34,6**
12	1,292E+06	1,359E+04	6,681E-10	8,770E-11	2,252E-05	2,599E-07	6,604E-15	2,119E-16	99,1	3,1	8,81E-13	7,50E-03	9,91E-04	**124,7**	**16,5**
15	9,521E+05	1,071E+04	7,016E-10	1,064E-10	5,964E-05	7,120E-07	1,296E-14	3,694E-16	99,7	2,8	6,49E-13	2,00E-02	2,57E-03	**314,5**	**40,4**
14	7,237E+05	8,649E+03	3,538E-09	1,559E-10	7,177E-05	9,075E-07	1,172E-14	2,972E-16	98,5	2,4	4,93E-13	2,38E-02	2,98E-03	**368,6**	**46,2**
15	9,521E+05	1,071E+04	7,016E-10	1,064E-10	5,964E-05	7,120E-07	1,296E-14	3,694E-16	99,7	2,8	6,49E-13	2,00E-02	2,57E-03	**314,5**	**40,4**
16	8,587E+05	9,884E+03	1,011E-09	1,443E-10	5,762E-05	7,242E-07	1,127E-14	3,936E-16	99,5	3,4	5,85E-13	1,93E-02	2,60E-03	**304,3**	**41,1**
17	1,021E+06	1,131E+04	2,066E-10	9,585E-11	4,705E-05	5,734E-07	1,099E-14	3,230E-16	99,9	2,8	6,96E-13	1,58E-02	2,04E-03	**253,1**	**32,7**
18	9,691E+05	1,086E+04	5,331E-09	1,866E-10	3,818E-05	4,785E-07	8,123E-15	3,190E-16	95,9	3,6	6,61E-13	1,23E-02	1,71E-03	**200,1**	**27,9**
19	1,146E+06	1,238E+04	1,774E-09	1,160E-10	2,897E-05	3,497E-07	7,467E-15	2,590E-16	98,2	3,3	7,81E-13	9,56E-03	1,29E-03	**157,4**	**21,2**
20	4,268E+05	5,730E+03	1,464E-09	3,619E-10	2,037E-05	3,223E-07	1,948E-15	9,061E-17	97,9	4,3	2,91E-13	6,70E-03	9,81E-04	**111,7**	**16,4**
21	9,390E+05	1,060E+04	4,846E-10	1,938E-10	2,942E-05	3,480E-07	6,297E-15	3,342E-16	99,5	5,2	6,40E-13	9,84E-03	1,51E-03	**161,8**	**24,8**
22	7,223E+05	8,637E+03	-8,168E-11	2,179E-10	6,290E-05	8,067E-07	1,041E-14	4,953E-16	100,0	4,7	4,92E-13	2,11E-02	3,12E-03	**331,4**	**48,9**
23	6,797E+05	8,236E+03	1,003E-09	2,126E-10	7,688E-05	1,005E-06	1,192E-14	4,933E-16	99,6	4,0	4,63E-13	2,57E-02	3,64E-03	**396,0**	**56,0**
24	8,587E+05	9,883E+03	1,052E-09	1,594E-10	3,676E-05	4,512E-07	7,168E-15	2,757E-16	99,2	3,7	5,85E-13	1,22E-02	1,70E-03	**199,3**	**27,6**
25	7,806E+05	9,176E+03	4,778E-10	7,518E-11	6,444E-05	8,135E-07	1,149E-14	1,949E-16	99,8	1,6	5,32E-13	2,16E-02	2,53E-03	**338,0**	**39,5**
26	8,434E+04	1,618E+03	5,668E-09	1,772E-09	1,289E-05	3,286E-07	2,166E-16	1,169E-17	87,0	4,1	5,75E-14	3,77E-03	5,80E-04	**63,7**	**9,8**
27	3,230E+05	4,612E+03	-1,427E-09	3,637E-10	1,502E-05	2,568E-07	1,142E-15	4,397E-17	102,8	3,7	2,20E-13	5,19E-03	7,18E-04	**87,1**	**12,1**
28	4,929E+05	6,412E+03	1,992E-09	2,034E-10	4,506E-05	6,569E-07	5,021E-15	1,395E-16	98,7	2,6	3,36E-13	1,49E-02	1,91E-03	**240,4**	**30,7**
29	4,044E+05	5,495E+03	2,690E-09	1,784E-10	3,646E-05	5,447E-07	3,304E-15	6,173E-17	97,8	1,7	2,76E-13	1,20E-02	1,42E-03	**195,3**	**23,2**
30	6,644E+05	8,092E+03	1,461E-09	7,180E-11	5,929E-05	7,485E-07	8,955E-15	9,967E-17	99,3	1,1	4,53E-13	1,98E-02	2,20E-03	**311,8**	**34,6**
31	1,064E+06	1,168E+04	1,229E-09	1,305E-10	7,835E-06	1,012E-07	1,821E-15	7,383E-17	95,4	3,7	7,26E-13	2,51E-03	3,53E-04	**42,7**	**6,0**
32	6,980E+05	8,409E+03	2,745E-09	1,909E-10	8,008E-06	1,209E-07	1,151E-15	4,525E-17	89,9	3,3	4,76E-13	2,42E-03	3,37E-04	**41,1**	**5,7**

Table. In situ K/Ar ages from sample ZA16-104

Spot	Volume V		$^{36}Ar/V$		$^{40}Ar/V$		$^{40}Ar^*$		%40Ar*		^{40}K	$^{40}Ar^*/^{40}K$		Age	
#	(μm^3)	± 1σ	($fA/\mu m^3$)	± 1σ	($fA/\mu m^3$)	± 1σ	(mol)	± 1σ	%	± 1σ	(mol)		± 1σ	(Ma)	± 1σ
N169.MS1 – ZA16-86															
1	1,030E+06	1,139E+04	3,273E-10	7,830E-11	1,706E-05	2,197E-07	3,999E-15	9,870E-17	99,4	2,3	6,35E-13	6,30E-03	7,86E-04	**105,3**	**13,1**
2	1,048E+06	1,154E+04	4,399E-10	4,323E-11	1,534E-05	1,942E-07	3,649E-15	4,978E-17	99,2	1,2	6,46E-13	5,65E-03	6,42E-04	**94,7**	**10,8**
3	9,279E+05	1,050E+04	3,158E-10	1,039E-10	1,804E-05	2,321E-07	3,814E-15	1,114E-16	99,5	2,8	5,72E-13	6,67E-03	8,62E-04	**111,3**	**14,4**
4	1,132E+06	1,226E+04	6,394E-10	4,678E-11	1,724E-05	2,080E-07	4,423E-15	6,511E-17	98,9	1,3	6,98E-13	6,34E-03	7,27E-04	**105,9**	**12,1**
5	1,083E+06	1,184E+04	6,270E-10	9,804E-11	1,755E-05	2,231E-07	4,307E-15	1,347E-16	98,9	2,9	6,68E-13	6,45E-03	8,47E-04	**107,8**	**14,1**
6	1,018E+06	1,128E+04	4,383E-10	1,162E-10	1,706E-05	2,045E-07	3,945E-15	1,367E-16	99,2	3,3	6,27E-13	6,29E-03	8,47E-04	**105,2**	**14,2**
7	9,659E+05	1,083E+04	4,587E-10	6,484E-11	1,716E-05	2,248E-07	3,765E-15	7,179E-17	99,2	1,7	5,95E-13	6,32E-03	7,53E-04	**105,7**	**12,6**
8	9,900E+05	1,104E+04	4,576E-10	9,477E-11	1,962E-05	2,307E-07	4,418E-15	1,194E-16	99,3	2,6	6,10E-13	7,24E-03	9,20E-04	**120,5**	**15,3**
9	9,825E+05	1,098E+04	1,130E-10	5,474E-11	1,172E-05	1,503E-07	2,629E-15	4,528E-17	99,7	1,6	6,06E-13	4,34E-03	5,09E-04	**73,2**	**8,6**
10	9,112E+05	1,035E+04	2,469E-10	7,443E-11	1,802E-05	2,283E-07	3,745E-15	7,742E-17	99,6	1,9	5,62E-13	6,67E-03	8,05E-04	**111,3**	**13,4**
11	1,056E+06	1,161E+04	1,705E-11	6,321E-11	1,262E-05	1,559E-07	3,051E-15	6,413E-17	100,0	2,0	6,51E-13	4,69E-03	5,67E-04	**78,9**	**9,6**
12	9,520E+05	1,071E+04	2,962E-10	9,293E-11	1,717E-05	2,173E-07	3,724E-15	9,958E-17	99,5	2,5	5,87E-13	6,35E-03	8,04E-04	**106,0**	**13,4**
16	7,605E+05	8,991E+03	6,574E-12	4,218E-11	2,386E-05	3,095E-07	4,155E-15	4,412E-17	100,0	0,9	4,69E-13	8,86E-03	9,81E-04	**146,5**	**16,2**
14	9,607E+05	1,079E+04	5,298E-10	7,105E-11	1,864E-05	2,228E-07	4,066E-15	7,875E-17	99,2	1,8	5,92E-13	6,87E-03	8,20E-04	**114,5**	**13,7**
16	7,605E+05	8,991E+03	6,574E-12	4,218E-11	2,386E-05	3,095E-07	4,155E-15	4,412E-17	100,0	0,9	4,69E-13	8,86E-03	9,81E-04	**146,5**	**16,2**
17	6,733E+05	8,176E+03	1,020E-09	9,862E-11	2,000E-05	2,873E-07	3,038E-15	5,969E-17	98,5	1,7	4,15E-13	7,32E-03	8,76E-04	**121,8**	**14,6**
18	7,673E+05	9,053E+03	4,600E-10	1,151E-10	2,008E-05	2,656E-07	3,504E-15	9,277E-17	99,3	2,5	4,73E-13	7,41E-03	9,37E-04	**123,2**	**15,6**
19	8,192E+05	9,527E+03	4,785E-10	7,064E-11	1,619E-05	2,066E-07	3,011E-15	5,127E-17	99,1	1,6	5,05E-13	5,96E-03	6,98E-04	**99,8**	**11,7**
20	7,473E+05	8,869E+03	1,016E-09	1,584E-10	1,974E-05	2,715E-07	3,327E-15	1,155E-16	98,5	3,2	4,61E-13	7,22E-03	9,73E-04	**120,2**	**16,2**
21	7,566E+05	8,955E+03	2,776E-10	1,295E-10	2,138E-05	2,740E-07	3,690E-15	1,082E-16	99,6	2,8	4,66E-13	7,91E-03	1,02E-03	**131,3**	**17,0**
22	8,015E+05	9,366E+03	4,417E-10	1,636E-10	1,833E-05	2,386E-07	3,340E-15	1,307E-16	99,3	3,8	4,94E-13	6,76E-03	9,41E-04	**112,8**	**15,7**
23	7,159E+05	8,576E+03	2,165E-10	1,179E-10	1,870E-05	2,483E-07	3,055E-15	7,872E-17	99,7	2,4	4,41E-13	6,92E-03	8,71E-04	**115,4**	**14,5**
24	6,885E+05	8,319E+03	9,296E-11	1,049E-10	2,059E-05	2,734E-07	3,242E-15	7,239E-17	99,9	2,1	4,24E-13	7,64E-03	9,35E-04	**126,9**	**15,5**
25	6,971E+05	8,400E+03	4,160E-11	1,338E-10	1,466E-05	2,137E-07	2,339E-15	7,018E-17	99,9	2,7	4,30E-13	5,44E-03	7,08E-04	**91,3**	**11,9**
27	7,221E+05	8,635E+03	1,021E-09	1,029E-10	1,187E-05	2,405E-07	1,914E-15	5,403E-17	97,5	1,9	4,45E-13	4,30E-03	5,51E-04	**72,5**	**9,3**
28	7,249E+05	8,661E+03	4,400E-10	3,117E-11	1,491E-05	2,487E-07	2,455E-15	2,540E-17	99,1	0,6	4,47E-13	5,49E-03	6,06E-04	**92,2**	**10,2**
29	6,647E+05	8,094E+03	-4,890E-10	5,922E-11	1,996E-05	2,749E-07	3,061E-15	4,379E-17	100,7	1,3	4,10E-13	7,47E-03	8,54E-04	**124,2**	**14,2**
30	6,480E+05	7,936E+03	7,808E-10	8,007E-11	1,580E-05	2,292E-07	2,310E-15	3,690E-17	98,5	1,4	3,99E-13	5,78E-03	6,71E-04	**96,9**	**11,2**
31	7,168E+05	8,585E+03	4,101E-10	6,341E-11	1,508E-05	2,365E-07	2,455E-15	3,979E-17	99,2	1,2	4,42E-13	5,56E-03	6,46E-04	**93,2**	**10,8**
32	7,430E+05	8,829E+03	1,736E-10	8,205E-11	1,740E-05	2,399E-07	2,951E-15	5,763E-17	99,7	1,8	4,58E-13	6,44E-03	7,70E-04	**107,6**	**12,9**
33	7,255E+05	8,666E+03	1,434E-10	6,032E-11	1,527E-05	2,081E-07	2,530E-15	3,614E-17	99,7	1,3	4,47E-13	5,66E-03	6,47E-04	**94,8**	**10,8**
34	6,964E+05	8,394E+03	6,347E-10	1,229E-10	1,566E-05	2,100E-07	2,467E-15	6,257E-17	98,8	2,4	4,29E-13	5,75E-03	7,21E-04	**96,3**	**12,1**
35	7,179E+05	8,596E+03	3,928E-10	9,339E-11	1,282E-05	1,720E-07	2,088E-15	4,268E-17	99,1	1,9	4,43E-13	4,72E-03	5,68E-04	**79,4**	**9,6**
36	7,724E+05	9,100E+03	3,819E-10	1,022E-10	1,253E-05	1,699E-07	2,197E-15	5,334E-17	99,1	2,2	4,76E-13	4,61E-03	5,74E-04	**77,7**	**9,7**
37	6,955E+05	8,385E+03	2,631E-10	1,051E-10	1,605E-05	2,181E-07	2,544E-15	5,748E-17	99,5	2,1	4,29E-13	5,93E-03	7,28E-04	**99,4**	**12,2**
42	6,432E+05	7,889E+03	-6,686E-11	1,628E-10	1,486E-05	2,102E-07	2,192E-15	7,222E-17	100,1	3,1	3,96E-13	5,53E-03	7,35E-04	**92,8**	**12,3**
39	6,444E+05	7,901E+03	7,635E-10	7,299E-11	1,702E-05	2,636E-07	2,478E-15	3,846E-17	98,7	1,2	3,97E-13	6,24E-03	7,21E-04	**104,3**	**12,1**
40	6,880E+05	8,315E+03	5,349E-10	1,173E-10	1,748E-05	2,364E-07	2,729E-15	6,598E-17	99,1	2,3	4,24E-13	6,44E-03	7,99E-04	**107,5**	**13,3**
42	6,432E+05	7,889E+03	-6,686E-11	1,628E-10	1,486E-05	2,102E-07	2,192E-15	7,222E-17	100,1	3,1	3,96E-13	5,53E-03	7,35E-04	**92,8**	**12,3**
43	6,674E+05	8,120E+03	5,200E-10	8,269E-11	1,497E-05	2,093E-07	2,265E-15	3,857E-17	99,0	1,5	4,11E-13	5,51E-03	6,44E-04	**92,4**	**10,8**
44	6,672E+05	8,118E+03	1,064E-10	1,223E-10	2,524E-05	3,817E-07	3,851E-15	1,034E-16	99,9	2,4	4,11E-13	9,36E-03	1,19E-03	**154,4**	**19,6**
45	6,251E+05	7,716E+03	6,750E-10	1,184E-10	2,681E-05	3,788E-07	3,810E-15	8,489E-17	99,3	2,0	3,85E-13	9,89E-03	1,21E-03	**162,6**	**19,9**
46	6,770E+05	8,211E+03	2,703E-10	1,514E-10	1,698E-05	2,299E-07	2,620E-15	8,169E-17	99,5	3,0	4,17E-13	6,28E-03	8,24E-04	**105,0**	**13,8**
47	7,551E+05	8,941E+03	3,245E-10	7,010E-11	1,586E-05	2,151E-07	2,726E-15	4,524E-17	99,4	1,5	4,65E-13	5,86E-03	6,83E-04	**98,1**	**11,4**
48	8,457E+05	9,766E+03	3,240E-10	5,013E-11	1,518E-05	1,995E-07	2,921E-15	3,874E-17	99,4	1,2	5,21E-13	5,60E-03	6,35E-04	**94,0**	**10,6**
49	8,057E+05	9,405E+03	6,851E-10	5,914E-11	1,863E-05	2,520E-07	3,401E-15	4,818E-17	98,9	1,2	4,97E-13	6,85E-03	7,82E-04	**114,2**	**13,0**
50	6,853E+05	8,290E+03	1,897E-10	8,606E-11	2,022E-05	2,849E-07	3,165E-15	6,016E-17	99,7	1,7	4,22E-13	7,49E-03	8,92E-04	**124,5**	**14,8**
51	6,440E+05	7,897E+03	2,888E-10	9,538E-11	2,131E-05	2,891E-07	3,131E-15	5,901E-17	99,6	1,7	3,97E-13	7,89E-03	9,37E-04	**130,9**	**15,6**
52	7,747E+05	9,122E+03	3,408E-10	7,588E-11	1,622E-05	2,104E-07	2,859E-15	5,079E-17	99,4	1,6	4,78E-13	5,99E-03	7,05E-04	**100,2**	**11,8**
53	7,982E+05	9,336E+03	6,252E-10	1,317E-10	1,267E-05	1,757E-07	2,283E-15	7,293E-17	98,5	2,9	4,92E-13	4,64E-03	6,12E-04	**78,1**	**10,3**
54	8,387E+05	9,703E+03	4,567E-10	1,276E-10	1,228E-05	1,603E-07	2,333E-15	7,497E-17	98,9	3,0	5,17E-13	4,51E-03	5,96E-04	**76,1**	**10,0**
55	8,179E+05	9,515E+03	-6,725E-11	4,199E-11	1,733E-05	2,331E-07	3,249E-15	3,946E-17	100,1	1,0	5,04E-13	6,44E-03	7,23E-04	**107,6**	**12,1**
56	6,662E+05	8,109E+03	8,075E-10	8,189E-11	1,973E-05	2,782E-07	2,973E-15	4,846E-17	98,8	1,4	4,11E-13	7,24E-03	8,42E-04	**120,5**	**14,0**
57	9,421E+05	1,062E+04	6,794E-11	2,609E-11	1,494E-05	1,929E-07	3,219E-15	2,799E-17	99,9	0,7	5,81E-13	5,54E-03	6,02E-04	**93,0**	**10,1**
58	8,340E+05	9,661E+03	5,024E-10	1,201E-10	1,478E-05	1,890E-07	2,795E-15	8,292E-17	99,0	2,8	5,14E-13	5,44E-03	7,05E-04	**91,2**	**11,8**
60	7,176E+05	8,593E+03	1,462E-09	1,408E-10	1,376E-05	2,492E-07	2,190E-15	7,275E-17	96,9	2,6	4,42E-13	4,95E-03	6,60E-04	**83,3**	**11,1**
61	7,669E+05	9,050E+03	1,291E-10	3,329E-11	2,408E-05	3,265E-07	4,223E-15	3,787E-17	99,8	0,7	4,73E-13	8,93E-03	9,74E-04	**147,6**	**16,1**
62	7,350E+05	8,754E+03	9,130E-10	1,076E-10	2,325E-05	3,067E-07	3,868E-15	8,723E-17	98,8	2,1	4,53E-13	8,54E-03	1,05E-03	**141,3**	**17,3**
63	7,705E+05	9,082E+03	1,620E-09	1,087E-10	1,399E-05	2,129E-07	2,385E-15	5,862E-17	96,6	2,0	4,75E-13	5,02E-03	6,26E-04	**84,4**	**10,5**
64	7,992E+05	9,345E+03	7,032E-10	6,669E-11	1,291E-05	1,922E-07	2,325E-15	4,008E-17	98,4	1,4	4,93E-13	4,72E-03	5,53E-04	**79,5**	**9,3**
65	7,497E+05	8,891E+03	8,936E-10	1,273E-10	1,380E-05	1,996E-07	2,324E-15	6,732E-17	98,1	2,6	4,62E-13	5,03E-03	6,49E-04	**84,5**	**10,9**
66	8,236E+05	9,567E+03	4,784E-10	8,044E-11	1,316E-05	1,762E-07	2,455E-15	4,959E-17	98,9	1,8	5,08E-13	4,84E-03	5,81E-04	**81,4**	**9,8**
67	7,877E+05	9,240E+03	8,506E-10	1,316E-10	2,132E-05	3,232E-07	3,801E-15	1,220E-16	98,8	2,8	4,85E-13	7,83E-03	1,03E-03	**130,0**	**17,2**
68	7,889E+05	9,252E+03	7,073E-10	1,715E-10	2,482E-05	3,334E-07	4,446E-15	1,783E-16	99,2	3,8	4,86E-13	9,14E-03	1,28E-03	**150,9**	**21,1**
69	8,277E+05	9,604E+03	5,002E-10	8,343E-11	2,311E-05	3,394E-07	4,353E-15	9,662E-17	99,4	1,9	5,10E-13	8,53E-03	1,04E-03	**141,2**	**17,3**
71	8,688E+05	9,974E+03	-7,321E-10	7,973E-11	2,417E-05	3,205E-07	4,852E-15	1,175E-16	100,9	2,3	5,36E-13	9,06E-03	1,13E-03	**149,6**	**18,6**
72	8,397E+05	9,712E+03	1,089E-09	1,224E-10	2,238E-05	2,922E-07	4,243E-15	1,236E-16	98,6	2,7	5,18E-13	8,20E-03	1,06E-03	**135,8**	**17,5**
73	7,426E+05	8,825E+03	2,330E-10	1,019E-10	1,294E-05	1,785E-07	2,189E-15	5,207E-17	99,5	2,2	4,58E-13	4,78E-03	5,92E-04	**80,5**	**10,0**
74	7,717E+05	9,094E+03	4,121E-10	9,676E-11	1,580E-05	2,072E-07	2,770E-15	6,222E-17	99,2	2,1	4,76E-13	5,82E-03	7,13E-04	**97,6**	**11,9**
75	8,173E+05	9,510E+03	7,060E-10	9,374E-11	1,252E-05	1,701E-07	2,305E-15	5,291E-17	98,3	2,1	5,04E-13	4,58E-03	5,63E-04	**77,1**	**9,5**
76	8,004E+05	9,356E+03	1,196E-09	1,179E-10	1,722E-05	2,340E-07	3,093E-15	8,352E-17	97,9	2,5	4,93E-13	6,27E-03	7,96E-04	**104,8**	**13,3**
77	1,011E+06	1,123E+04	1,755E-09	1,100E-10	1,080E-05	1,501E-07	2,381E-15	7,443E-17	95,2	2,7	6,23E-13	3,82E-03	5,01E-04	**64,6**	**8,5**
78	7,742E+05	9,117E+03	6,523E-10	6,457E-11	3,334E-05	4,304E-07	5,878E-15	8,363E-17	99,4	1,3	4,77E-13	1,23E-02	1,41E-03	**200,4**	**22,9**
79	6,855E+05	8,291E+03	9,337E-11	1,382E-10	1,570E-05	2,318E-07	2,461E-15	7,503E-17	99,8	2,8	4,23E-13	5,82E-03	7,60E-04	**97,6**	**12,7**
80	6,168E+05	7,636E+03	1,161E-09	5,493E-11	1,439E-05	2,293E-07	1,984E-15	2,217E-17	97,6	0,7	3,80E-13	5,22E-03	5,80E-04	**87,6**	**9,7**
81	6,332E+05	7,794E+03	3,016E-10	1,471E-10	2,238E-05	3,154E-07	3,232E-15	9,285E-17	99,6	2,7	3,90E-13	8,28E-03	1,07E-03	**137,2**	**17,7**
82	8,056E+05	9,404E+03	1,676E-10	1,339E-10	1,549E-05	2,014E-07	2,848E-15	9,355E-17	99,7	3,1	4,97E-13	5,74E-03	7,62E-04	**96,1**	**12,8**

Table. In situ K/Ar ages from sample ZA16-104

Spot	Volume V		$^{36}Ar/V$		$^{40}Ar/V$		$^{40}Ar^*$		%40Ar*		^{40}K	$^{40}Ar^*/^{40}K$		Age	
#	(μm^3)	± 1σ	($fA/\mu m^3$)	± 1σ	($fA/\mu m^3$)	± 1σ	(mol)	± 1σ	%	± 1σ	(mol)		± 1σ	(Ma)	± 1σ
N169.MS1 – B10-13															
1	1,064E+06	1,168E+04	9,116E-10	1,042E-10	1,541E-05	1,922E-07	3,690E-15	1,167E-16	98,3	3,0	6,99E-13	5,28E-03	6,95E-04	**88,6**	**11,7**
2	9,853E+05	1,100E+04	3,552E-10	4,160E-11	1,822E-05	2,306E-07	4,088E-15	5,115E-17	99,4	1,1	6,47E-13	6,32E-03	7,11E-04	**105,6**	**11,9**
3	8,134E+05	9,474E+03	6,418E-10	8,028E-11	3,437E-05	4,269E-07	6,366E-15	1,170E-16	99,4	1,8	5,34E-13	1,19E-02	1,41E-03	**194,2**	**23,0**
4	7,753E+05	9,126E+03	9,713E-10	1,284E-10	3,720E-05	4,698E-07	6,554E-15	1,827E-16	99,2	2,7	5,09E-13	1,29E-02	1,65E-03	**208,9**	**26,7**
5	9,991E+05	1,112E+04	1,139E-09	7,046E-11	2,689E-05	3,293E-07	6,075E-15	1,118E-16	98,7	1,7	6,56E-13	9,25E-03	1,10E-03	**152,6**	**18,1**
6	1,237E+06	1,313E+04	4,448E-10	7,604E-11	2,354E-05	2,851E-07	6,629E-15	1,836E-16	99,4	2,6	8,12E-13	8,16E-03	1,04E-03	**135,2**	**17,3**
7	1,254E+06	1,328E+04	3,341E-10	5,865E-11	2,183E-05	2,677E-07	6,242E-15	1,385E-16	99,5	2,0	8,24E-13	7,58E-03	9,26E-04	**125,9**	**15,4**
8	6,727E+05	8,171E+03	7,611E-10	9,469E-11	2,965E-05	4,076E-07	4,533E-15	8,488E-17	99,2	1,7	4,42E-13	1,03E-02	1,22E-03	**168,4**	**20,0**
9	6,222E+05	7,688E+03	4,259E-10	7,983E-11	4,060E-05	5,435E-07	5,768E-15	8,528E-17	99,7	1,4	4,09E-13	1,41E-02	1,62E-03	**227,8**	**26,2**
10	8,317E+05	9,641E+03	4,929E-10	3,613E-11	2,491E-05	3,301E-07	4,716E-15	4,332E-17	99,4	0,7	5,46E-13	8,63E-03	9,42E-04	**142,7**	**15,6**
11	6,187E+05	7,654E+03	1,075E-09	1,207E-10	3,322E-05	4,461E-07	4,662E-15	9,742E-17	99,0	2,0	4,06E-13	1,15E-02	1,39E-03	**187,3**	**22,6**
12	6,081E+05	7,552E+03	5,311E-10	7,491E-11	3,227E-05	4,498E-07	4,472E-15	6,198E-17	99,5	1,2	4,00E-13	1,12E-02	1,27E-03	**183,0**	**20,8**
13	6,435E+05	8,162E+03	1,188E-09	7,433E-11	3,276E-05	4,228E-07	4,986E-15	6,373E-17	98,9	1,2	4,41E-13	1,13E-02	1,27E-03	**184,6**	**20,8**
14	5,979E+05	7,453E+03	4,717E-10	9,053E-11	3,835E-05	5,273E-07	5,232E-15	8,526E-17	99,6	1,5	3,93E-13	1,33E-02	1,55E-03	**215,8**	**25,1**
15	6,719E+05	8,162E+03	1,188E-09	7,433E-11	3,276E-05	4,228E-07	4,986E-15	6,373E-17	98,9	1,2	4,41E-13	1,13E-02	1,27E-03	**184,6**	**20,8**
16	6,667E+05	8,113E+03	1,079E-09	1,431E-10	3,692E-05	5,045E-07	5,588E-15	1,527E-16	99,1	2,6	4,38E-13	1,28E-02	1,62E-03	**207,2**	**26,4**
17	6,368E+05	7,828E+03	1,530E-09	1,608E-10	3,210E-05	4,307E-07	4,615E-15	1,303E-16	98,6	2,7	4,18E-13	1,10E-02	1,41E-03	**180,5**	**23,1**
18	6,547E+05	7,999E+03	1,475E-09	1,120E-10	4,022E-05	5,488E-07	5,965E-15	1,182E-16	98,9	1,8	4,30E-13	1,39E-02	1,66E-03	**224,1**	**26,9**
19	6,900E+05	8,334E+03	9,652E-10	5,784E-11	2,913E-05	3,887E-07	4,558E-15	4,914E-17	99,0	0,9	4,53E-13	1,01E-02	1,11E-03	**165,3**	**18,3**
21	6,087E+05	7,558E+03	5,043E-10	1,075E-10	3,843E-05	5,251E-07	5,337E-15	1,042E-16	99,6	1,8	4,00E-13	1,33E-02	1,59E-03	**216,2**	**25,8**
22	6,606E+05	8,056E+03	6,645E-10	9,577E-11	3,263E-05	4,355E-07	4,907E-15	9,016E-17	99,4	1,7	4,34E-13	1,13E-02	1,34E-03	**184,8**	**21,9**
23	6,668E+05	8,114E+03	1,018E-09	1,525E-10	3,204E-05	4,181E-07	4,847E-15	1,394E-16	99,1	2,8	4,38E-13	1,11E-02	1,42E-03	**181,0**	**23,3**
24	5,675E+05	7,156E+03	8,705E-10	1,887E-10	2,842E-05	4,020E-07	3,661E-15	1,157E-16	99,1	3,0	3,73E-13	9,82E-03	1,29E-03	**161,5**	**21,3**
25	5,941E+05	7,416E+03	1,109E-09	1,723E-10	3,373E-05	4,556E-07	4,544E-15	1,323E-16	99,0	2,8	3,90E-13	1,16E-02	1,50E-03	**190,0**	**24,5**
26	5,982E+05	7,456E+03	6,871E-10	1,900E-10	3,823E-05	5,308E-07	5,210E-15	1,754E-16	99,5	3,2	3,93E-13	1,33E-02	1,77E-03	**214,8**	**28,7**
27	6,324E+05	7,787E+03	6,103E-10	9,098E-11	3,516E-05	4,877E-07	5,067E-15	8,736E-17	99,5	1,6	4,16E-13	1,22E-02	1,43E-03	**198,6**	**23,3**
29	6,588E+05	8,039E+03	1,422E-09	7,968E-11	3,789E-05	4,963E-07	5,654E-15	7,446E-17	98,9	1,2	4,33E-13	1,31E-02	1,48E-03	**211,9**	**24,0**
30	6,716E+05	8,160E+03	1,150E-09	1,309E-10	3,482E-05	4,772E-07	5,303E-15	1,326E-16	99,0	2,3	4,41E-13	1,20E-02	1,50E-03	**195,8**	**24,5**
31	5,696E+05	7,177E+03	1,129E-09	1,755E-10	4,251E-05	5,772E-07	5,503E-15	1,560E-16	99,2	2,7	3,74E-13	1,47E-02	1,89E-03	**236,8**	**30,4**
32	6,255E+05	7,720E+03	1,180E-09	1,562E-10	3,346E-05	4,379E-07	4,743E-15	1,290E-16	99,0	2,6	4,11E-13	1,15E-02	1,47E-03	**188,4**	**24,0**
33	5,645E+05	7,126E+03	1,260E-09	8,523E-11	2,885E-05	4,000E-07	3,681E-15	4,771E-17	98,7	1,2	3,71E-13	9,93E-03	1,12E-03	**163,2**	**18,4**
34	6,038E+05	7,511E+03	1,129E-09	1,400E-10	3,640E-05	4,864E-07	4,987E-15	1,177E-16	99,1	2,2	3,97E-13	1,26E-02	1,55E-03	**204,3**	**25,3**
35	5,526E+05	7,009E+03	4,126E-10	1,168E-10	4,237E-05	5,773E-07	5,347E-15	1,028E-16	99,7	1,8	3,63E-13	1,47E-02	1,76E-03	**237,2**	**28,3**
36	6,028E+05	7,501E+03	1,617E-09	1,130E-10	3,622E-05	4,911E-07	4,935E-15	8,824E-17	98,7	1,7	3,96E-13	1,25E-02	1,47E-03	**202,6**	**23,9**
37	6,181E+05	7,649E+03	1,354E-09	8,448E-11	2,591E-05	3,520E-07	3,611E-15	4,977E-17	98,5	1,2	4,06E-13	8,89E-03	1,01E-03	**146,9**	**16,7**
38	6,332E+05	7,687E+03	1,527E-09	1,723E-10	2,813E-05	3,785E-07	3,942E-15	1,174E-16	98,4	2,8	4,09E-13	9,65E-03	1,25E-03	**158,8**	**20,6**
39	6,339E+05	7,801E+03	7,856E-10	1,154E-10	2,832E-05	4,000E-07	4,078E-15	8,889E-17	99,2	2,0	4,16E-13	9,79E-03	1,19E-03	**161,1**	**19,6**
40	5,059E+05	6,543E+03	7,412E-10	6,327E-11	3,459E-05	5,043E-07	3,982E-15	3,874E-17	99,4	0,8	3,32E-13	1,20E-02	1,31E-03	**195,2**	**21,4**
41	6,220E+05	7,687E+03	1,527E-09	1,723E-10	2,813E-05	3,785E-07	3,942E-15	1,174E-16	98,4	2,8	4,09E-13	9,65E-03	1,25E-03	**158,8**	**20,6**
42	7,381E+05	8,784E+03	1,027E-09	1,049E-10	2,739E-05	3,521E-07	4,578E-15	9,794E-17	98,9	2,0	4,85E-13	9,44E-03	1,15E-03	**155,6**	**18,9**
43	6,992E+05	8,420E+03	6,565E-10	8,488E-11	3,266E-05	4,339E-07	5,199E-15	8,966E-17	99,4	1,6	4,59E-13	1,13E-02	1,33E-03	**185,0**	**21,7**
44	5,345E+05	6,830E+03	5,276E-10	1,529E-10	3,588E-05	5,121E-07	4,374E-15	1,079E-16	99,6	2,3	3,51E-13	1,25E-02	1,55E-03	**202,5**	**25,3**
45	6,681E+05	8,127E+03	4,640E-10	1,071E-10	3,101E-05	4,073E-07	4,724E-15	9,967E-17	99,6	2,0	4,39E-13	1,08E-02	1,30E-03	**176,3**	**21,4**
46	7,083E+05	8,505E+03	9,742E-10	1,465E-10	3,147E-05	4,147E-07	5,058E-15	1,500E-16	99,1	2,8	4,65E-13	1,09E-02	1,41E-03	**178,0**	**23,1**
47	6,823E+05	8,262E+03	9,995E-10	9,981E-11	3,214E-05	4,256E-07	4,977E-15	9,449E-17	99,1	1,8	4,48E-13	1,11E-02	1,32E-03	**181,6**	**21,6**
48	5,265E+05	6,749E+03	8,016E-10	9,197E-11	3,958E-05	5,580E-07	4,743E-15	6,673E-17	99,4	1,3	3,46E-13	1,37E-02	1,56E-03	**221,8**	**25,3**
49	6,465E+05	7,922E+03	8,863E-10	1,100E-10	3,277E-05	4,391E-07	4,814E-15	9,742E-17	99,2	1,9	4,25E-13	1,13E-02	1,36E-03	**185,2**	**22,3**
50	5,889E+05	7,365E+03	9,832E-10	1,374E-10	4,109E-05	5,685E-07	5,502E-15	1,280E-16	99,3	2,2	3,87E-13	1,42E-02	1,75E-03	**229,5**	**28,3**
51	7,037E+05	8,463E+03	8,427E-10	1,113E-10	3,018E-05	3,985E-07	4,824E-15	1,080E-16	99,2	2,1	4,62E-13	1,04E-02	1,28E-03	**171,2**	**21,0**
52	7,181E+05	8,597E+03	9,274E-10	1,285E-10	2,615E-05	3,632E-07	4,256E-15	1,154E-16	99,0	2,5	4,72E-13	9,02E-03	1,15E-03	**148,9**	**18,9**
53	6,408E+05	7,867E+03	7,912E-10	1,266E-10	3,805E-05	5,204E-07	5,550E-15	1,314E-16	99,4	2,2	4,21E-13	1,32E-02	1,63E-03	**213,7**	**26,4**
54	5,459E+05	6,942E+03	8,976E-10	2,296E-10	4,595E-05	6,405E-07	5,712E-15	2,092E-16	99,4	3,5	3,59E-13	1,59E-02	2,18E-03	**255,2**	**34,9**
55	6,359E+05	7,820E+03	7,549E-10	1,130E-10	3,858E-05	5,391E-07	5,585E-15	1,189E-16	99,4	1,9	4,18E-13	1,34E-02	1,62E-03	**216,6**	**26,3**
56	6,306E+05	7,769E+03	7,659E-10	7,281E-11	3,943E-05	5,367E-07	5,662E-15	7,459E-17	99,4	1,2	4,14E-13	1,37E-02	1,55E-03	**221,1**	**25,0**
57	7,112E+05	8,532E+03	6,989E-10	7,959E-11	1,892E-05	2,661E-07	3,048E-15	5,243E-17	98,9	1,5	4,67E-13	6,52E-03	7,65E-04	**108,9**	**12,8**
58	7,041E+05	8,466E+03	7,712E-10	8,697E-11	2,791E-05	3,667E-07	4,464E-15	7,774E-17	99,2	1,6	4,63E-13	9,65E-03	1,13E-03	**158,9**	**18,7**
59	7,016E+05	8,443E+03	5,915E-10	1,041E-10	2,709E-05	3,566E-07	4,325E-15	9,248E-17	99,4	2,0	4,61E-13	9,38E-03	1,14E-03	**154,7**	**18,8**
60	6,827E+05	8,265E+03	6,841E-10	8,888E-11	2,472E-05	3,191E-07	3,833E-15	6,593E-17	99,2	1,6	4,49E-13	8,54E-03	1,00E-03	**141,4**	**16,6**
61	6,932E+05	8,364E+03	1,105E-09	9,336E-11	2,410E-05	3,249E-07	3,774E-15	6,807E-17	98,6	1,6	4,55E-13	8,29E-03	9,78E-04	**137,3**	**16,2**
62	5,941E+05	7,416E+03	2,153E-09	2,425E-10	2,958E-05	4,095E-07	3,939E-15	1,578E-16	97,8	3,8	3,90E-13	1,01E-02	1,41E-03	**165,8**	**23,2**
63	5,979E+05	7,453E+03	1,875E-09	1,435E-10	3,510E-05	4,920E-07	4,730E-15	1,094E-16	98,4	2,1	3,93E-13	1,20E-02	1,48E-03	**196,2**	**24,2**
64	6,267E+05	7,732E+03	1,486E-09	1,379E-10	2,963E-05	3,977E-07	4,190E-15	9,873E-17	98,5	2,2	4,12E-13	1,02E-02	1,26E-03	**167,1**	**20,7**
65	6,155E+05	7,623E+03	1,800E-09	1,371E-10	3,311E-05	4,463E-07	4,592E-15	1,025E-16	98,4	2,1	4,04E-13	1,14E-02	1,39E-03	**185,6**	**22,7**
66	5,790E+05	7,268E+03	1,073E-09	2,277E-10	4,261E-05	5,940E-07	5,609E-15	2,149E-16	99,3	3,7	3,80E-13	1,47E-02	2,04E-03	**237,4**	**32,8**
67	6,726E+05	8,169E+03	9,025E-10	1,888E-10	3,387E-05	4,806E-07	5,177E-15	1,950E-16	99,2	3,5	4,42E-13	1,17E-02	1,61E-03	**191,1**	**26,3**
68	6,958E+05	8,388E+03	1,025E-09	8,084E-11	3,010E-05	4,079E-07	4,748E-15	7,466E-17	99,0	1,4	4,57E-13	1,04E-02	1,20E-03	**170,5**	**19,7**
69	6,712E+05	8,156E+03	1,664E-09	9,905E-11	2,937E-05	3,923E-07	4,439E-15	7,597E-17	98,3	1,6	4,41E-13	1,01E-02	1,18E-03	**165,4**	**19,4**
70	6,259E+05	7,724E+03	1,107E-09	1,160E-10	3,046E-05	4,004E-07	4,319E-15	8,611E-17	98,9	1,9	4,11E-13	1,05E-02	1,26E-03	**172,3**	**20,7**
71	6,302E+05	7,765E+03	1,081E-09	1,143E-10	2,786E-05	3,926E-07	3,974E-15	8,265E-17	98,9	1,9	4,14E-13	9,60E-03	1,16E-03	**158,1**	**19,1**
72	6,363E+05	7,824E+03	1,345E-09	9,677E-11	3,164E-05	4,215E-07	4,553E-15	7,425E-17	98,7	1,5	4,18E-13	1,09E-02	1,27E-03	**178,4**	**20,7**
73	6,356E+05	7,816E+03	1,529E-09	1,818E-10	2,856E-05	3,917E-07	4,091E-15	1,330E-16	98,4	3,1	4,18E-13	9,80E-03	1,30E-03	**161,2**	**21,4**
74	6,522E+05	7,976E+03	8,954E-10	6,094E-11	3,220E-05	4,287E-07	4,770E-15	5,153E-17	99,2	1,0	4,29E-13	1,11E-02	1,23E-03	**182,1**	**20,2**
75	5,764E+05	7,243E+03	1,596E-09	9,725E-11	3,437E-05	4,968E-07	4,475E-15	6,816E-17	98,6	1,3	3,79E-13	1,18E-02	1,36E-03	**192,7**	**22,2**
76	6,218E+05	7,684E+03	1,110E-09	1,209E-10	3,316E-05	4,685E-07	4,676E-15	1,013E-16	99,0	2,0	4,09E-13	1,14E-02	1,39E-03	**187,0**	**22,7**
77	6,155E+05	7,623E+03	5,866E-10	1,045E-10	3,582E-05	4,755E-07	5,025E-15	9,378E-17	99,5	1,8	4,04E-13	1,24E-02	1,47E-03	**202,1**	**24,0**
78	5,979E+05	7,453E+03	7,744E-10	1,276E-10	4,029E-05	5,329E-07	5,485E-15	1,192E-16	99,4	2,1	3,93E-13	1,40E-02	1,70E-03	**225,6**	**27,5**
79	6,309E+05	7,772E+03	7,323E-10	7,021E-11	3,888E-05	5,041E-07	5,587E-15	6,771E-17	99,4	1,1	4,15E-13	1,35E-02	1,51E-03	**218,2**	**24,5**
80	6,512E+05	7,966E+03	1,379E-09	2,473E-10	3,926E-05	5,148E-07	5,794E-15	2,648E-16	99,0	4,4	4,28E-13	1,35E-02	1,97E-03	**219,2**	**31,9**

Table. In situ K/Ar ages from sample ZA16-104

Spot	Volume V		$^{36}Ar/V$		$^{40}Ar/V$		$^{40}Ar^*$		%40Ar*		^{40}K	$^{40}Ar^*/^{40}K$		Age	
#	(μm^3)	± 1σ	($fA/\mu m^3$)	± 1σ	($fA/\mu m^3$)	± 1σ	(mol)	± 1σ	%	± 1σ	(mol)		± 1σ	(Ma)	± 1σ
N169.MS1 – ZA16-104															
1	8,498E+05	9,803E+03	1,137E-09	8,769E-11	5,311E-05	6,600E-07	1,027E-14	2,028E-16	99,4	1,9	5,32E-13	1,93E-02	2,31E-03	**305,0**	**36,5**
2	7,704E+05	9,082E+03	6,521E-10	1,482E-10	4,447E-05	5,646E-07	7,812E-15	2,581E-16	99,6	3,2	4,82E-13	1,62E-02	2,15E-03	**259,2**	**34,5**
3	7,605E+05	8,990E+03	1,051E-09	1,099E-10	5,741E-05	7,139E-07	9,944E-15	2,251E-16	99,5	2,2	4,76E-13	2,09E-02	2,56E-03	**327,8**	**40,2**
4	8,194E+05	9,529E+03	6,698E-10	1,106E-10	4,582E-05	5,760E-07	8,562E-15	2,222E-16	99,6	2,5	5,13E-13	1,67E-02	2,10E-03	**266,6**	**33,6**
5	8,896E+05	1,016E+04	5,840E-10	6,667E-11	4,294E-05	5,409E-07	8,714E-15	1,483E-16	99,6	1,6	5,57E-13	1,56E-02	1,83E-03	**251,0**	**29,4**
6	9,844E+05	1,099E+04	4,743E-10	6,261E-11	3,642E-05	4,760E-07	8,179E-15	1,525E-16	99,6	1,7	6,16E-13	1,33E-02	1,57E-03	**215,1**	**25,5**
7	1,003E+06	1,115E+04	7,232E-10	6,642E-11	4,117E-05	5,008E-07	9,404E-15	1,733E-16	99,5	1,7	6,28E-13	1,50E-02	1,77E-03	**241,0**	**28,5**
8	1,077E+06	1,179E+04	2,705E-10	7,312E-11	3,857E-05	4,522E-07	9,496E-15	2,199E-16	99,8	2,2	6,74E-13	1,41E-02	1,73E-03	**227,4**	**28,0**
9	1,009E+06	1,121E+04	1,923E-10	1,181E-10	4,414E-05	5,249E-07	1,018E-14	3,606E-16	99,9	3,5	6,32E-13	1,61E-02	2,18E-03	**258,2**	**35,0**
11	1,101E+06	1,200E+04	5,151E-10	5,195E-11	3,656E-05	4,272E-07	9,181E-15	1,463E-16	99,6	1,5	6,89E-13	1,33E-02	1,54E-03	**215,8**	**25,0**
12	8,784E+05	1,006E+04	8,189E-10	1,353E-10	4,231E-05	5,269E-07	8,463E-15	2,868E-16	99,4	3,3	5,50E-13	1,54E-02	2,06E-03	**247,2**	**33,1**
13	8,925E+05	1,019E+04	9,924E-11	5,409E-11	4,155E-05	5,310E-07	8,487E-15	1,302E-16	99,9	1,4	5,59E-13	1,52E-02	1,75E-03	**244,1**	**28,2**
16	8,674E+05	9,961E+03	8,544E-10	1,442E-10	5,070E-05	6,315E-07	1,002E-14	3,567E-16	99,5	3,4	5,43E-13	1,85E-02	2,50E-03	**292,6**	**39,7**
15	9,709E+05	1,088E+04	6,025E-10	7,346E-11	4,605E-05	5,528E-07	1,020E-14	2,042E-16	99,6	1,9	6,08E-13	1,68E-02	2,01E-03	**267,9**	**32,2**
16	8,674E+05	9,961E+03	8,544E-10	1,442E-10	5,070E-05	6,315E-07	1,002E-14	3,567E-16	99,5	3,4	5,43E-13	1,85E-02	2,50E-03	**292,6**	**39,7**
18	1,002E+06	1,114E+04	1,340E-09	1,070E-10	4,228E-05	5,107E-07	9,608E-15	2,736E-16	99,1	2,7	6,27E-13	1,53E-02	1,97E-03	**246,1**	**31,6**
19	5,852E+05	7,329E+03	8,232E-10	8,286E-11	6,863E-05	9,139E-07	9,165E-15	1,227E-16	99,6	1,3	3,66E-13	2,50E-02	2,84E-03	**386,2**	**43,8**
20	9,468E+05	1,067E+04	4,180E-10	8,572E-11	4,082E-05	5,157E-07	8,825E-15	2,127E-16	99,7	2,3	5,93E-13	1,49E-02	1,85E-03	**239,6**	**29,7**
21	1,037E+06	1,145E+04	1,776E-09	1,022E-10	2,238E-05	2,703E-07	5,192E-15	1,400E-16	97,7	2,5	6,49E-13	8,00E-03	1,02E-03	**132,6**	**16,8**
22	7,604E+05	8,990E+03	-2,783E-10	8,190E-11	5,709E-05	7,303E-07	9,956E-15	2,000E-16	100,1	1,9	4,76E-13	2,09E-02	2,51E-03	**328,2**	**39,4**
23	8,166E+05	9,504E+03	6,394E-10	5,689E-11	4,925E-05	6,094E-07	9,174E-15	1,167E-16	99,6	1,2	5,11E-13	1,79E-02	2,02E-03	**285,1**	**32,1**
24	9,692E+05	1,086E+04	2,195E-10	6,438E-11	4,957E-05	5,814E-07	1,099E-14	2,009E-16	99,9	1,8	6,07E-13	1,81E-02	2,14E-03	**287,5**	**34,0**
25	8,078E+05	9,424E+03	1,019E-09	1,208E-10	5,266E-05	6,633E-07	9,686E-15	2,624E-16	99,4	2,6	5,06E-13	1,92E-02	2,43E-03	**302,8**	**38,5**
26	8,625E+05	9,918E+03	1,958E-10	7,918E-11	5,273E-05	6,308E-07	1,040E-14	2,091E-16	99,9	2,0	5,40E-13	1,93E-02	2,31E-03	**304,5**	**36,6**
27	8,962E+05	1,022E+04	-2,214E-11	3,302E-11	4,981E-05	6,101E-07	1,022E-14	9,875E-17	100,0	0,9	5,61E-13	1,82E-02	2,00E-03	**289,2**	**31,7**
28	8,689E+05	9,975E+03	4,982E-10	1,109E-10	5,171E-05	6,344E-07	1,026E-14	2,860E-16	99,7	2,7	5,44E-13	1,89E-02	2,41E-03	**298,5**	**38,2**
29	8,751E+05	1,003E+04	7,487E-10	1,250E-10	5,167E-05	6,369E-07	1,031E-14	3,208E-16	99,6	3,0	5,48E-13	1,88E-02	2,47E-03	**297,9**	**39,1**
30	4,786E+05	6,266E+03	1,681E-09	1,160E-10	1,023E-04	1,409E-06	1,116E-14	1,568E-16	99,5	1,3	3,00E-13	3,72E-02	4,25E-03	**548,5**	**62,6**
31	7,268E+05	8,678E+03	8,802E-10	1,735E-10	5,124E-05	6,550E-07	8,486E-15	3,058E-16	99,5	3,5	4,55E-13	1,86E-02	2,54E-03	**295,4**	**40,2**
32	9,163E+05	1,040E+04	-1,855E-10	2,568E-11	5,358E-05	6,492E-07	1,126E-14	9,327E-17	100,1	0,8	5,74E-13	1,96E-02	2,12E-03	**309,6**	**33,5**
33	9,655E+05	1,083E+04	2,367E-10	1,143E-10	5,274E-05	6,508E-07	1,165E-14	3,846E-16	99,9	3,2	6,04E-13	1,93E-02	2,56E-03	**304,5**	**40,5**
34	8,343E+05	9,664E+03	6,496E-10	8,319E-11	6,204E-05	8,026E-07	1,182E-14	2,372E-16	99,7	1,9	5,22E-13	2,26E-02	2,72E-03	**352,6**	**42,3**
35	9,183E+05	1,041E+04	8,726E-10	1,698E-10	4,251E-05	5,225E-07	8,887E-15	3,965E-16	99,4	4,3	5,75E-13	1,55E-02	2,24E-03	**248,2**	**35,9**
36	7,759E+05	9,132E+03	2,395E-09	1,516E-10	3,500E-05	4,470E-07	6,094E-15	1,821E-16	98,0	2,8	4,86E-13	1,25E-02	1,63E-03	**203,9**	**26,5**
37	7,729E+05	9,105E+03	2,325E-10	3,372E-11	5,876E-05	7,362E-07	1,039E-14	8,140E-17	99,9	0,7	4,84E-13	2,15E-02	2,32E-03	**336,2**	**36,3**
41	9,467E+05	1,066E+04	1,880E-09	1,068E-10	4,119E-05	5,016E-07	8,810E-15	2,221E-16	98,7	2,4	5,93E-13	1,49E-02	1,86E-03	**239,3**	**30,0**
39	9,630E+05	1,081E+04	2,966E-10	1,119E-10	4,927E-05	5,900E-07	1,085E-14	3,439E-16	99,8	3,1	6,03E-13	1,80E-02	2,37E-03	**285,8**	**37,6**
40	8,837E+05	1,011E+04	-8,655E-11	8,135E-11	4,325E-05	5,387E-07	8,759E-15	1,972E-16	100,1	2,2	5,53E-13	1,58E-02	1,94E-03	**253,8**	**31,1**
41	9,467E+05	1,066E+04	1,880E-09	1,068E-10	4,119E-05	5,016E-07	8,810E-15	2,221E-16	98,7	2,4	5,93E-13	1,49E-02	1,86E-03	**239,3**	**30,0**
42	8,846E+05	1,012E+04	3,941E-10	5,066E-11	5,313E-05	6,433E-07	1,074E-14	1,371E-16	99,8	1,2	5,54E-13	1,94E-02	2,19E-03	**306,3**	**34,5**
43	8,243E+05	9,574E+03	6,622E-10	1,271E-10	4,900E-05	5,980E-07	9,213E-15	2,746E-16	99,6	2,9	5,16E-13	1,79E-02	2,32E-03	**283,7**	**36,8**
44	9,682E+05	1,085E+04	4,982E-10	6,181E-11	5,091E-05	6,082E-07	1,126E-14	1,899E-16	99,7	1,6	6,06E-13	1,86E-02	2,17E-03	**294,3**	**34,4**
45	8,683E+05	9,970E+03	4,054E-10	9,058E-11	5,995E-05	7,309E-07	1,190E-14	2,714E-16	99,8	2,2	5,44E-13	2,19E-02	2,69E-03	**342,1**	**42,0**
46	1,025E+06	1,134E+04	6,940E-10	5,134E-11	3,133E-05	3,846E-07	7,304E-15	1,060E-16	99,3	1,3	6,41E-13	1,14E-02	1,30E-03	**186,0**	**21,3**
47	9,515E+05	1,071E+04	5,453E-10	1,050E-10	4,569E-05	5,578E-07	9,920E-15	2,861E-16	99,6	2,8	5,96E-13	1,67E-02	2,15E-03	**266,0**	**34,3**
48	9,986E+05	1,112E+04	1,351E-09	8,040E-11	4,128E-05	4,985E-07	9,348E-15	1,909E-16	99,0	1,9	6,25E-13	1,50E-02	1,80E-03	**240,6**	**29,0**
49	9,128E+05	1,037E+04	2,091E-10	9,451E-11	4,884E-05	5,912E-07	1,020E-14	2,614E-16	99,9	2,5	5,71E-13	1,78E-02	2,24E-03	**283,6**	**35,6**
50	9,750E+05	1,091E+04	1,259E-09	1,110E-10	2,751E-05	3,339E-07	6,060E-15	1,773E-16	98,6	2,8	6,10E-13	9,93E-03	1,28E-03	**163,3**	**21,1**
51	8,272E+05	9,600E+03	6,433E-10	7,180E-11	5,040E-05	6,138E-07	9,513E-15	1,557E-16	99,6	1,6	5,18E-13	1,84E-02	2,14E-03	**291,3**	**33,9**
52	8,708E+05	9,992E+03	4,252E-10	9,859E-11	4,879E-05	6,090E-07	9,706E-15	2,445E-16	99,7	2,4	5,45E-13	1,78E-02	2,23E-03	**283,0**	**35,4**
53	9,696E+05	1,086E+04	7,883E-10	1,064E-10	3,934E-05	4,839E-07	8,683E-15	2,538E-16	99,4	2,8	6,07E-13	1,43E-02	1,85E-03	**230,8**	**29,8**
54	9,636E+05	1,081E+04	1,576E-09	1,058E-10	4,073E-05	4,926E-07	8,886E-15	2,333E-16	98,9	2,5	6,03E-13	1,47E-02	1,86E-03	**237,2**	**30,0**
55	8,560E+05	9,859E+03	1,894E-09	1,503E-10	4,661E-05	5,829E-07	9,027E-15	3,059E-16	98,8	3,3	5,36E-13	1,68E-02	2,26E-03	**268,9**	**36,0**
56	8,738E+05	1,002E+04	1,975E-11	6,525E-11	4,440E-05	5,408E-07	8,884E-15	1,556E-16	100,0	1,7	5,47E-13	1,62E-02	1,91E-03	**259,9**	**30,5**
57	1,055E+06	1,161E+04	1,307E-09	6,503E-11	2,727E-05	3,267E-07	6,499E-15	1,106E-16	98,6	1,6	6,61E-13	9,84E-03	1,15E-03	**161,8**	**18,9**
58	9,745E+05	1,091E+04	3,947E-10	1,173E-10	4,540E-05	5,441E-07	1,011E-14	3,373E-16	99,7	3,2	6,10E-13	1,66E-02	2,21E-03	**264,7**	**35,3**
59	8,923E+05	1,018E+04	7,267E-10	8,919E-11	5,621E-05	6,819E-07	1,144E-14	2,533E-16	99,6	2,1	5,59E-13	2,05E-02	2,50E-03	**322,0**	**39,3**

Table. In situ K/Ar ages from sample ZA16-104

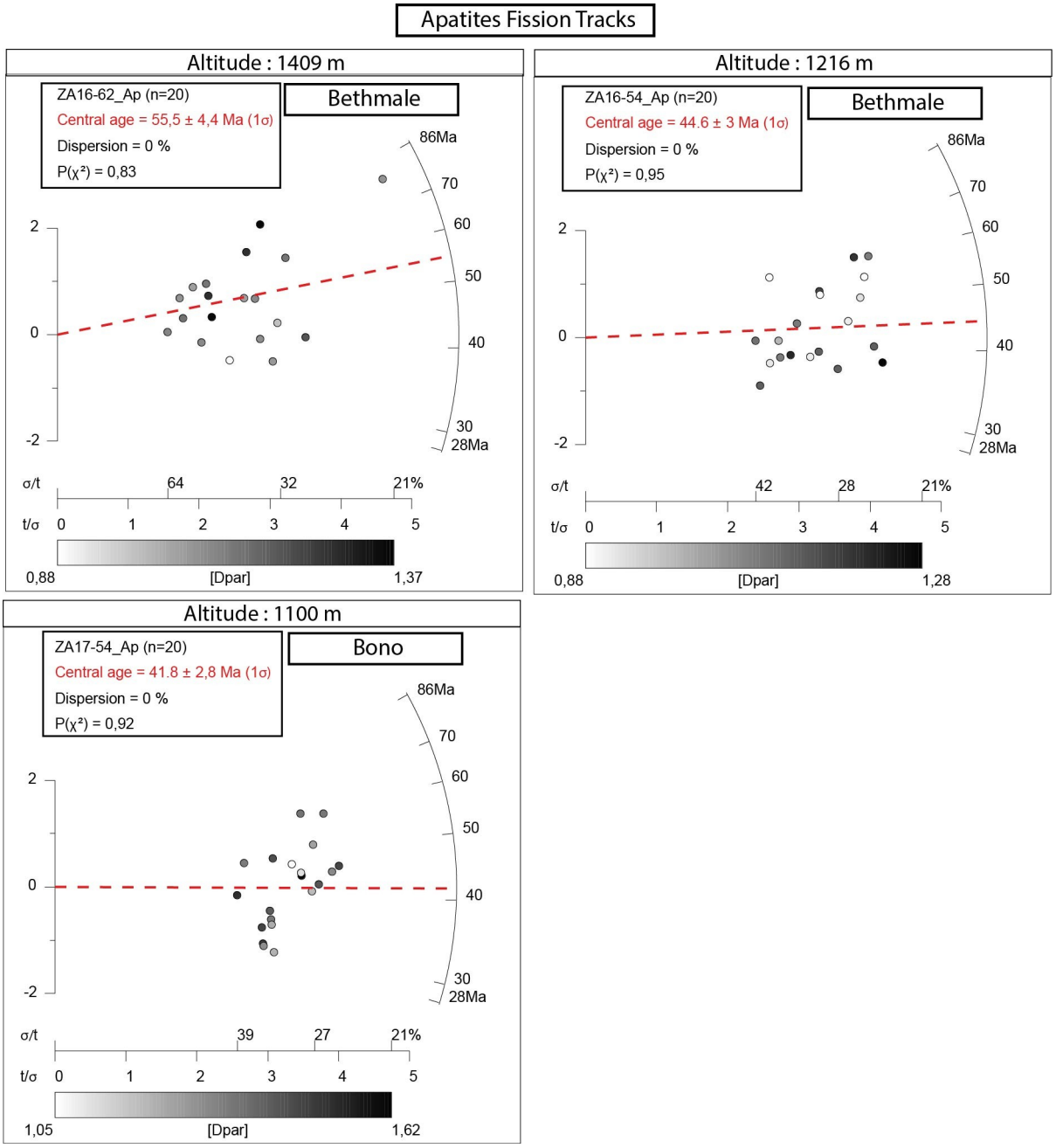
Spot	Volume V		$^{36}Ar/V$		$^{40}Ar/V$		$^{40}Ar^*$		%40Ar*		^{40}K	$^{40}Ar^*/^{40}K$		Age	
#	(μm^3)	± 1σ	($fA/\mu m^3$)	± 1σ	($fA/\mu m^3$)	± 1σ	(mol)	± 1σ	%	± 1σ	(mol)		± 1σ	(Ma)	± 1σ
N165.MS1 – 11-37-2															
1	9,170E+05	1,040E+04	1,801E-09	1,243E-10	3,169E-05	3,826E-07	6,544E-15	1,922E-16	98,3	2,8	5,87E-13	1,11E-02	1,44E-03	**182,2**	**23,6**
2	9,731E+05	1,090E+04	2,103E-10	9,400E-11	3,436E-05	4,134E-07	7,643E-15	2,082E-16	99,8	2,6	6,23E-13	1,23E-02	1,56E-03	**199,6**	**25,4**
3	8,812E+05	1,008E+04	1,362E-10	7,049E-11	3,101E-05	3,860E-07	6,250E-15	1,186E-16	99,9	1,8	5,65E-13	1,11E-02	1,32E-03	**181,2**	**21,6**
4	8,582E+05	9,879E+03	4,062E-10	7,983E-11	3,384E-05	4,310E-07	6,627E-15	1,349E-16	99,6	1,9	5,50E-13	1,21E-02	1,45E-03	**196,4**	**23,6**
5	9,510E+05	1,070E+04	5,640E-10	1,410E-10	3,176E-05	3,943E-07	6,880E-15	2,697E-16	99,5	3,8	6,09E-13	1,13E-02	1,57E-03	**184,6**	**25,7**
6	9,358E+05	1,057E+04	2,586E-10	6,341E-11	3,138E-05	3,823E-07	6,708E-15	1,185E-16	99,8	1,7	6,00E-13	1,12E-02	1,32E-03	**183,0**	**21,5**
7	1,011E+06	1,123E+04	-3,933E-11	4,252E-11	3,569E-05	4,218E-07	8,267E-15	1,120E-16	100,0	1,3	6,48E-13	1,28E-02	1,45E-03	**207,3**	**23,5**
8	9,971E+05	1,111E+04	4,017E-10	1,480E-10	3,121E-05	3,918E-07	7,100E-15	3,115E-16	99,6	4,2	6,39E-13	1,11E-02	1,60E-03	**181,8**	**26,2**
9	1,014E+06	1,125E+04	4,215E-10	1,468E-10	3,165E-05	3,707E-07	7,322E-15	3,178E-16	99,6	4,3	6,50E-13	1,13E-02	1,62E-03	**184,2**	**26,4**
10	9,506E+05	1,070E+04	4,861E-10	8,546E-11	3,352E-05	4,219E-07	7,267E-15	1,737E-16	99,6	2,2	6,09E-13	1,19E-02	1,48E-03	**194,5**	**24,1**
11	9,607E+05	1,079E+04	3,982E-10	6,860E-11	3,680E-05	4,391E-07	8,070E-15	1,531E-16	99,7	1,8	6,15E-13	1,31E-02	1,56E-03	**212,6**	**25,3**
12	1,007E+06	1,119E+04	3,292E-10	1,302E-10	3,503E-05	4,302E-07	8,055E-15	3,136E-16	99,7	3,8	6,45E-13	1,25E-02	1,73E-03	**203,1**	**28,2**
15	8,135E+05	9,476E+03	3,561E-10	9,121E-11	3,968E-05	4,992E-07	7,373E-15	1,616E-16	99,7	2,1	5,21E-13	1,41E-02	1,72E-03	**228,4**	**27,8**
14	9,138E+05	1,037E+04	1,347E-09	9,761E-11	3,062E-05	3,696E-07	6,324E-15	1,470E-16	98,7	2,2	5,85E-13	1,08E-02	1,33E-03	**177,0**	**21,8**
15	8,135E+05	9,476E+03	3,561E-10	9,121E-11	3,968E-05	4,992E-07	7,373E-15	1,616E-16	99,7	2,1	5,21E-13	1,41E-02	1,72E-03	**228,4**	**27,8**
16	8,957E+05	1,021E+04	4,980E-10	1,063E-10	4,322E-05	5,327E-07	8,835E-15	2,442E-16	99,7	2,7	5,74E-13	1,54E-02	1,97E-03	**247,2**	**31,6**
17	1,020E+06	1,131E+04	1,775E-10	9,298E-11	3,896E-05	4,649E-07	9,091E-15	2,576E-16	99,9	2,7	6,54E-13	1,39E-02	1,78E-03	**224,8**	**28,8**
18	6,906E+05	8,339E+03	3,494E-10	9,149E-11	3,920E-05	5,153E-07	6,183E-15	1,170E-16	99,7	1,8	4,42E-13	1,40E-02	1,66E-03	**225,8**	**26,9**
19	9,356E+05	1,057E+04	5,737E-10	8,642E-11	4,037E-05	4,847E-07	8,613E-15	1,973E-16	99,6	2,2	5,99E-13	1,44E-02	1,77E-03	**231,8**	**28,5**
20	4,836E+05	6,317E+03	2,998E-10	1,529E-10	3,333E-05	4,782E-07	3,682E-15	8,334E-17	99,7	2,1	3,10E-13	1,19E-02	1,46E-03	**193,8**	**23,8**
21	7,849E+05	9,215E+03	1,585E-10	1,162E-10	5,241E-05	6,685E-07	9,412E-15	2,594E-16	99,9	2,7	5,03E-13	1,87E-02	2,39E-03	**296,4**	**37,8**
22	7,974E+05	9,329E+03	4,848E-10	8,854E-11	3,600E-05	4,570E-07	6,547E-15	1,349E-16	99,6	2,0	5,11E-13	1,28E-02	1,55E-03	**208,1**	**25,1**
23	9,513E+05	1,071E+04	5,134E-10	1,168E-10	2,945E-05	3,601E-07	6,383E-15	2,065E-16	99,5	3,1	6,09E-13	1,05E-02	1,39E-03	**171,8**	**22,7**
24	8,661E+05	9,950E+03	8,946E-11	1,070E-10	3,458E-05	4,534E-07	6,854E-15	1,971E-16	99,9	2,7	5,55E-13	1,24E-02	1,59E-03	**201,0**	**25,9**
25	7,498E+05	8,892E+03	5,283E-10	1,507E-10	4,450E-05	5,885E-07	7,615E-15	2,550E-16	99,6	3,2	4,80E-13	1,59E-02	2,12E-03	**254,1**	**33,9**
27	8,824E+05	1,010E+04	4,361E-10	9,485E-11	3,547E-05	4,429E-07	7,143E-15	1,755E-16	99,6	2,3	5,65E-13	1,26E-02	1,57E-03	**205,3**	**25,6**
28	9,333E+05	1,055E+04	2,154E-10	9,419E-11	3,467E-05	4,254E-07	7,396E-15	1,947E-16	99,8	2,5	5,98E-13	1,24E-02	1,56E-03	**201,2**	**25,4**
29	9,013E+05	1,026E+04	5,649E-10	1,211E-10	3,957E-05	4,852E-07	8,132E-15	2,565E-16	99,6	3,1	5,77E-13	1,41E-02	1,85E-03	**227,5**	**29,9**
30	8,157E+05	9,495E+03	1,928E-10	2,685E-11	5,280E-05	6,604E-07	9,852E-15	6,705E-17	99,9	0,6	5,23E-13	1,89E-02	2,01E-03	**298,4**	**31,9**
31	9,032E+05	1,028E+04	2,881E-10	5,070E-11	4,243E-05	5,471E-07	8,758E-15	1,243E-16	99,8	1,3	5,79E-13	1,51E-02	1,73E-03	**243,3**	**27,8**
32	8,953E+05	1,021E+04	7,020E-10	8,319E-11	4,634E-05	5,571E-07	9,458E-15	1,948E-16	99,6	2,0	5,74E-13	1,65E-02	1,99E-03	**263,6**	**31,8**
33	8,650E+05	9,940E+03	9,934E-11	7,079E-11	3,814E-05	4,692E-07	7,550E-15	1,407E-16	99,9	1,8	5,54E-13	1,36E-02	1,62E-03	**220,5**	**26,2**
35	9,347E+05	1,056E+04	3,916E-10	6,005E-11	3,107E-05	3,825E-07	6,625E-15	1,089E-16	99,6	1,5	5,99E-13	1,11E-02	1,29E-03	**181,0**	**21,1**
36	9,375E+05	1,058E+04	6,691E-10	6,173E-11	4,253E-05	5,129E-07	9,090E-15	1,441E-16	99,5	1,5	6,01E-13	1,51E-02	1,75E-03	**243,3**	**28,2**
37	7,435E+05	8,833E+03	6,797E-10	1,584E-10	3,915E-05	5,166E-07	6,631E-15	2,289E-16	99,5	3,3	4,76E-13	1,39E-02	1,87E-03	**225,0**	**30,3**
41	9,231E+05	1,046E+04	3,239E-10	1,014E-10	3,430E-05	4,225E-07	7,230E-15	2,006E-16	99,7	2,7	5,91E-13	1,22E-02	1,56E-03	**199,0**	**25,4**
39	7,655E+05	9,036E+03	3,073E-10	1,159E-10	4,227E-05	5,345E-07	7,395E-15	1,945E-16	99,8	2,5	4,90E-13	1,51E-02	1,90E-03	**242,5**	**30,6**
40	7,772E+05	9,144E+03	-1,447E-10	7,481E-11	4,650E-05	5,938E-07	8,284E-15	1,538E-16	100,1	1,8	4,98E-13	1,66E-02	1,97E-03	**265,8**	**31,5**
41	9,231E+05	1,046E+04	3,239E-10	1,014E-10	3,430E-05	4,225E-07	7,230E-15	2,006E-16	99,7	2,7	5,91E-13	1,22E-02	1,56E-03	**199,0**	**25,4**
42	8,505E+05	9,810E+03	6,323E-10	1,049E-10	4,314E-05	5,464E-07	8,366E-15	2,156E-16	99,6	2,5	5,45E-13	1,54E-02	1,93E-03	**246,6**	**31,0**
44	8,472E+05	9,780E+03	-4,149E-11	3,041E-11	4,317E-05	5,306E-07	8,378E-15	7,104E-17	100,0	0,8	5,43E-13	1,54E-02	1,67E-03	**247,8**	**26,9**
45	7,761E+05	9,134E+03	1,108E-09	1,645E-10	4,015E-05	5,006E-07	7,077E-15	2,528E-16	99,2	3,5	4,97E-13	1,42E-02	1,93E-03	**229,7**	**31,2**
47	8,031E+05	9,381E+03	2,953E-10	1,558E-10	4,597E-05	5,558E-07	8,438E-15	3,091E-16	99,8	3,6	5,15E-13	1,64E-02	2,24E-03	**262,3**	**35,8**
49	9,210E+05	1,044E+04	-8,660E-10	2,272E-11	4,638E-05	5,613E-07	9,837E-15	9,422E-17	100,6	0,9	5,90E-13	1,67E-02	1,83E-03	**266,3**	**29,2**
50	9,520E+05	1,071E+04	1,421E-09	1,419E-10	4,629E-05	5,636E-07	1,000E-14	3,667E-16	99,1	3,5	6,10E-13	1,64E-02	2,24E-03	**262,2**	**35,8**
51	8,491E+05	9,797E+03	-1,791E-10	1,309E-10	4,620E-05	5,731E-07	8,993E-15	3,076E-16	100,1	3,3	5,44E-13	1,65E-02	2,22E-03	**264,2**	**35,5**
52	8,233E+05	9,564E+03	-4,380E-10	5,634E-11	4,727E-05	6,027E-07	8,937E-15	1,434E-16	100,3	1,5	5,27E-13	1,69E-02	1,97E-03	**270,3**	**31,4**
53	7,941E+05	9,299E+03	6,381E-10	9,889E-11	5,832E-05	7,266E-07	1,057E-14	2,355E-16	99,7	2,1	5,09E-13	2,08E-02	2,54E-03	**326,3**	**39,9**
54	9,089E+05	1,033E+04	3,694E-10	1,421E-10	4,756E-05	5,751E-07	9,878E-15	3,738E-16	99,8	3,7	5,82E-13	1,70E-02	2,34E-03	**270,6**	**37,3**
55	9,107E+05	1,035E+04	3,751E-10	3,827E-11	4,612E-05	5,530E-07	9,596E-15	9,408E-17	99,8	0,9	5,83E-13	1,64E-02	1,81E-03	**262,9**	**28,9**
56	9,159E+05	1,039E+04	6,427E-10	6,387E-11	4,182E-05	5,173E-07	8,732E-15	1,433E-16	99,5	1,5	5,87E-13	1,49E-02	1,73E-03	**239,5**	**27,9**
57	1,008E+06	1,120E+04	6,812E-10	1,158E-10	3,919E-05	4,639E-07	8,996E-15	2,981E-16	99,5	3,2	6,45E-13	1,39E-02	1,86E-03	**225,2**	**30,0**
58	9,834E+05	1,099E+04	5,171E-10	8,963E-11	3,403E-05	4,198E-07	7,629E-15	1,957E-16	99,6	2,4	6,30E-13	1,21E-02	1,52E-03	**197,2**	**24,8**
59	9,708E+05	1,088E+04	6,724E-11	6,402E-11	3,632E-05	4,434E-07	8,072E-15	1,547E-16	99,9	1,8	6,22E-13	1,30E-02	1,55E-03	**210,6**	**25,1**
60	1,032E+06	1,141E+04	4,911E-10	7,477E-11	3,131E-05	3,859E-07	7,367E-15	1,660E-16	99,5	2,1	6,61E-13	1,11E-02	1,36E-03	**182,2**	**22,3**
62	8,879E+05	1,014E+04	1,162E-10	7,526E-11	3,300E-05	4,199E-07	6,703E-15	1,389E-16	99,9	1,9	5,69E-13	1,18E-02	1,42E-03	**192,2**	**23,2**
63	7,939E+05	9,297E+03	1,969E-10	1,462E-10	4,484E-05	5,666E-07	8,142E-15	2,827E-16	99,9	3,4	5,09E-13	1,60E-02	2,16E-03	**256,4**	**34,5**
64	9,586E+05	1,077E+04	6,001E-10	5,189E-11	3,281E-05	3,915E-07	7,165E-15	9,714E-17	99,5	1,3	6,14E-13	1,17E-02	1,32E-03	**190,4**	**21,6**
66	6,671E+05	8,117E+03	1,050E-08	4,293E-10	4,428E-05	5,716E-07	6,291E-15	4,069E-16	93,0	5,9	4,27E-13	1,47E-02	2,42E-03	**237,1**	**39,0**

9.5 Données ZHe in situ

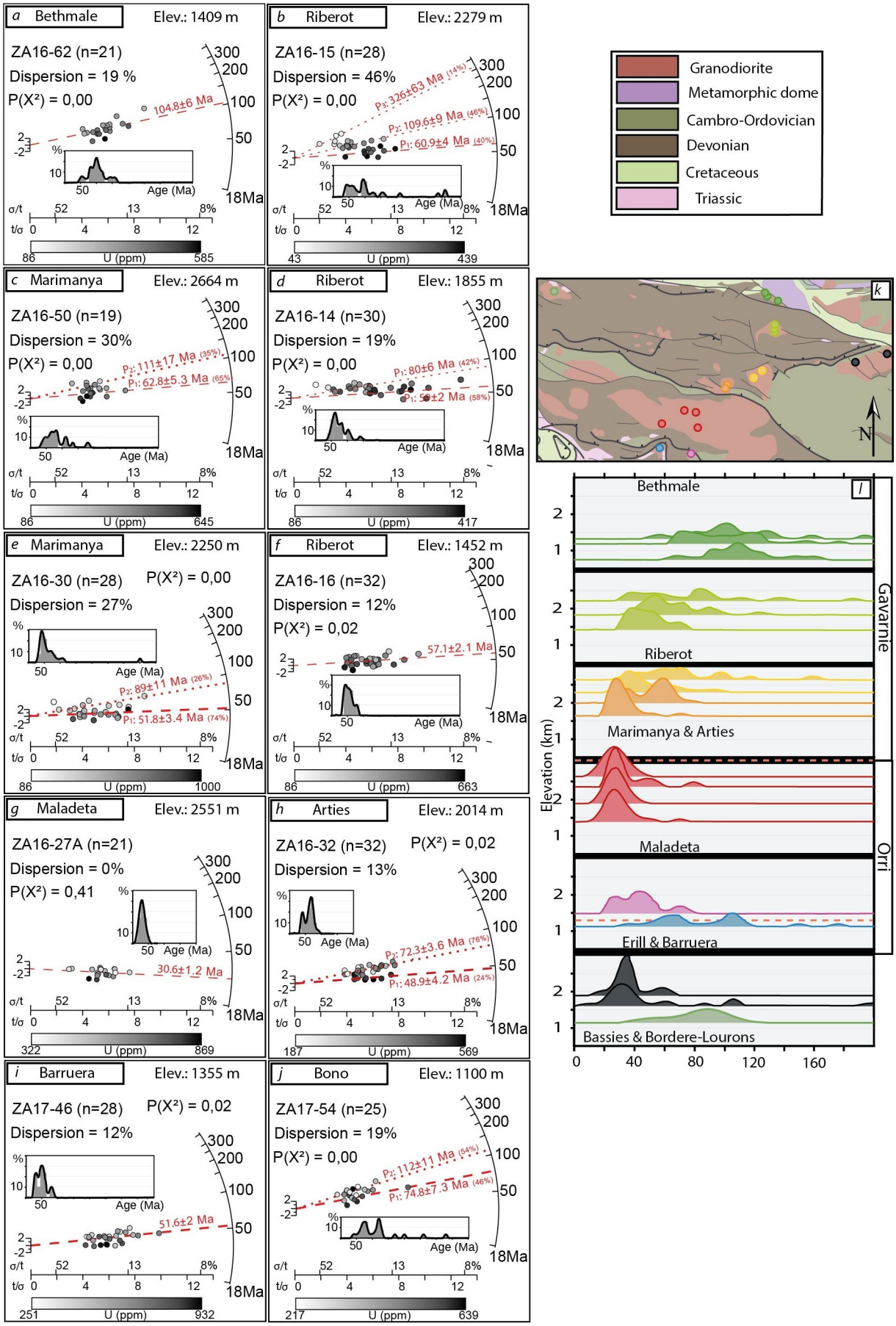
Table. In situ (U-Th)/He on zircon from Axial zone, Pyrénées

					Zircon Fission Track age				(U-Th-Sm)/He age										
Sample	Latitude	Longitude	Elevation	Massif	Age			U	U	eU		Th	Sm	FT	4He	Age		Mean Age	
			m		Ma	-S	+S	ppm	ppm	ppm	±	ppm	ppm		nmol/g	Ma	±	*Ma*	±
ZA16-62_101					95,5	68	136,8	386	439	476	6	158	5,2		1,37E-07	53,3	4		
ZA16-62_27					145,1	89,8	248	257	245	269	3	105	5,2		1,86E-07	128,1	9,4		
ZA16-62_28					108,6	82,1	143,6	334	267	297	5	129	7,1		8,29E-08	51,7	4,1		
ZA16-62_36					84,1	57,4	126	433	208	227	5	81	3,5		4,96E-08	40,5	4,1		
ZA16-62_39					102,1	65,1	166,7	268	267	289	3	93	3,5		9,06E-08	58,1	4,8		
ZA16-62_44					129,3	91,2	188,2	264	276	311	3	149	4,1		2,33E-07	138,9	9,7		
ZA16-62_57					88,5	64,1	124,3	328	202	223	2	89	4,8		5,10E-08	42,4	5		
ZA16-62_59					82,9	57,1	123	418	430	464	10	147	5,2		1,05E-07	41,9	3,7		
ZA16-62_7	42°52'35,10"N	1°2'55,59"E	1409	Bethmale	98,2	65,4	152,1	332	184	202	4	75	3,4		1,02E-07	93,5	7,1	58,93	5,31
ZA16-62_76					61,2	43,2	87,8	585	260	286	5	112	6,1		5,55E-08	35,9	3,9		
ZA16-62_77					56,1	36,9	86,7	386	215	231	8	70	3,8		6,82E-08	54,7	6,6		
ZA16-62_78					93,5	71,7	121,8	407	208	225	5	75	3,5		5,39E-08	44,4	4,9		
ZA16-62_79					105,9	76,7	149,3	325	227	247	3	86	3,9		5,18E-08	38,8	3,4		
ZA16-62_85					100,4	62,7	167,9	247	373	404	35	133	5		7,43E-08	34,1	3,7		
ZA16-62_87					105,2	72	158	375	364	394	4	127	3,8		1,15E-07	54	4,7		
ZA16-62_88					119,6	85,8	170,5	270	207	227	3	85	4,8		5,28E-08	43,1	5,8		
ZA16-62_93					122,9	89,2	173	252	190	206	2	68	2,7		5,39E-08	48,4	5,4		
ZA16-15_8					132,5	84,3	218,3	198	200	219	5	82	3,4		6,47E-08	54,8	6,3		
ZA16-15_11					113,2	69	195,9	215	230	251	5	86	3,5		1,34E-07	99,3	7,4		
ZA16-15_12					96,1	59,8	161	248	223	244	7	88	4,5		6,02E-08	45,7	5,4		
ZA16-15_102					72,1	50,8	104,1	330	193	210	5	72	3,3		3,79E-08	33,5	5,2		
ZA16-15_118					45,6	33,3	62,8	371	205	228	8	100	5,1		8,45E-08	68,7	8,1		
ZA16-15_123					65,2	44,9	96,5	362	225	246	6	92	4,3		7,00E-08	52,7	4,9		
ZA16-15_127					59,7	44,7	79,9	306	251	277	4	113	5,8		8,35E-08	55,9	5,3		
ZA16-15_130					93,5	58,1	156,9	297	265	297	6	134	7		1,05E-07	65,4	6,1		
ZA16-15_134					219	118,5	453,8	102	201	218	2	74	3,1		6,36E-08	54,1	5,6		
ZA16-15_135					165,8	88	348,8	102	164	176	4	54	2,6		5,12E-08	54	6		
ZA16-15_146					97,4	57,1	175,8	233	509	578	4	293	10,9		2,07E-07	66,4	4,5		
ZA16-15_15					333,4	197	617,1	60	212	234	3	96	5,5		7,54E-08	59,8	6,9		
ZA16-15_16	42°47'52.13"N	1° 4'24.74"E	2279	Ribérot	469,8	185,6	1673,9	43	173	188	2	61	2,3		7,27E-08	72	8,1	64,38	6,6
ZA16-15_19					100,9	75,5	134,8	158	160	180	3	86	5,4		5,15E-08	53,1	8,6		
ZA16-15_26					55,5	38,2	81,8	388	232	250	5	75	3,3		8,40E-08	62,4	5,9		
ZA16-15_39					154,9	96,3	263,8	172	259	288	5	124	5,8		8,39E-08	54	5,8		
ZA16-15_40					100,8	69,6	149,8	239	183	199	5	72	4,1		9,99E-08	92,9	8		
ZA16-15_43					75,8	56,1	103,8	438	244	267	5	102	5,2		9,17E-08	63,6	5,5		
ZA16-15_45					66,6	47,8	94,1	285	214	232	4	74	1,9		7,84E-08	62,7	6,7		
ZA16-15_49					47,5	28,1	82	404	218	240	4	95	5,5		1,82E-07	140,7	12,1		
ZA16-15_52					59,2	42	84,4	280	239	262	7	96	4,2		9,65E-08	68,4	8		
ZA16-15_68					96,3	62,7	153,1	226	147	159	3	54	2,3		3,32E-08	38,7	5,7		
ZA16-15_76					47,8	33,3	69,4	439	244	265	5	89	4,2		9,28E-08	65,1	5,3		
ZA16-15_93					62,7	48,4	81,3	426	207	231	5	102	6,1		7,27E-08	58,5	5,5		
ZA16-15_97					106,5	65,4	182,2	226	210	232	4	94	5,2		8,41E-08	67,2	8		
ZA16-16_2					62	38,6	102,3	436	263	286	12	98	3,8		1,68E-07	108,9	9,3		
ZA16-16_4					64,4	52	79,7	313	167	182	5	62	2,4		5,59E-08	57,1	6,1		
ZA16-16_6					68,6	51,7	91	372	249	274	4	110	5,4		9,33E-08	63,1	4,9		
ZA16-16_103					62	44,8	87,1	301	142	153	2	48	2		5,39E-08	65,2	7,2		
ZA16-16_108					82	53,6	129,3	387	332	365	4	139	5,6		1,23E-07	62,6	4,8		
ZA16-16_125					58,2	42,8	79,9	336	147	165	5	79	4,1		4,13E-08	46,3	5,8		
ZA16-16_126					77,9	51,4	121,2	295	221	244	4	97	5		4,28E-08	32,5	3,5		
ZA16-16_127					79,2	48,5	134,3	371	215	235	4	84	3,8		6,88E-08	54,3	6		
ZA16-16_131					44,7	32,4	61,9	455	269	294	3	104	5		7,65E-08	48,3	4,3		
ZA16-16_21					56	39,2	81,1	527	272	295	6	97	4,1		8,05E-08	50,6	4,8		
ZA16-16_37					48,5	32	74,4	503	253	276	5	97	4,6		7,37E-08	49,6	5,1		
ZA16-16_40					80,6	61,4	105,9	199	155	168	2	54	1,7		4,08E-08	45	5,9		
ZA16-16_66					63,9	43,7	95,1	294	239	268	4	123	6,5		7,12E-08	49,3	4,5		
ZA16-16_71					56,1	39,4	80,9	307	243	265	3	94	3,6		5,98E-08	41,9	4,2		
ZA16-16_72	42°48'47.44"N	1° 3'11.80"E	1452	Ribérot	50,5	32,1	81	344	157	172	2	63	2,7		5,60E-08	60,5	5,2	53,52	5,11
ZA16-16_73					49,7	34,7	71,9	439	189	205	4	71	3,2		6,24E-08	56,5	4,4		
ZA16-16_74					54,6	43,1	69,3	417	164	178	2	57	2,2		5,84E-08	61	6,7		
ZA16-16_80					82,6	51,8	136,4	232	343	375	4	135	8,9		8,48E-08	42	2,9		
ZA16-16_89					44	27,9	70,3	439	185	202	4	71	3,5		7,56E-08	69,6	6,4		
ZA16-16_93					46,9	34,5	64,2	367	215	236	3	91	5,2		5,57E-08	43,8	4,2		
ZA16-16_99					59	43	81,8	262	196	219	2	97	6,4		5,82E-08	49,3	5,2		
ZA16-16_77					48,9	34,9	69,2	416	249	272	4	98	5,6		7,91E-08	53,9	5,7		
ZA16-16_33					66,1	42,1	106,5	468	381	421	6	172	5,2		8,87E-08	39,1	3		
ZA16-16_32					59,1	43,3	81,4	428	219	239	5	85	4,2		8,43E-08	65,5	5,3		
ZA16-16_43					54,2	33,2	90,3	436	259	284	4	109	4,1		8,05E-08	52,5	3,7		
ZA16-16_45					49,3	34,5	71,1	420	166	180	3	59	2,2		5,45E-08	56,3	7,1		
ZA16-16_30					63,3	45	90,3	263	173	187	2	61	3,1		5,19E-08	51,4	4,8		
ZA16-16_18					74,3	47	121	317	327	358	8	131	4,1		8,32E-08	43,1	4		
ZA16-16_3					45,8	35,3	59,4	511	258	279	9	89	5,1		4,96E-08	33	3,3		
ZA16-50_10					62,9	40,8	99,2	413	286	311	4	109	4		1,11E-07	66,5	5,8		
ZA16-50_15					36,7	22	61,7	645	371	396	10	108	4,4		1,96E-07	91,7	6,2		
ZA16-50_19					88	57,4	139,4	374	289	310	4	87	4,5		1,58E-07	94,4	6,5		
ZA16-50_29					49,7	35,3	70,6	401	209	223	4	58	4,6		5,87E-08	48,9	4,4		
ZA16-50_32					61,9	47,1	81,4	344	1011	1042	94	130	5,9		1,27E-07	22,6	2,6		
ZA16-50_44					78	47,7	132,4	371	1028	1109	18	346	7,3		2,29E-07	38,3	2,7		
ZA16-50_45	42°42'31.94"N	1° 0'43.88"E	2664	Marimanya	103,4	69,5	158,6	344	289	310	5	91	2,8		1,21E-07	72,3	5,6	66,6	5,57
ZA16-50_48					86,7	55,6	139,9	435	247	275	4	116	4,4		2,34E-07	158,3	12,2		
ZA16-50_54					45,2	26,6	78,4	537	181	197	2	72	3		6,16E-08	57,9	5,7		
ZA16-50_55					118	81,7	175,2	193	145	163	4	80	4,4		5,18E-08	58,8	6,3		
ZA16-50_65					135,4	86,2	222,9	270	390	427	4	158	11,6		1,48E-07	64,5	4,2		
ZA16-50_85					80,4	55,3	119,5	279	387	422	6	148	5,3		1,11E-07	49	4,5		
ZA16-50_90					73,6	50,8	108,7	294	185	203	3	77	2,2		4,68E-08	42,6	5,7		

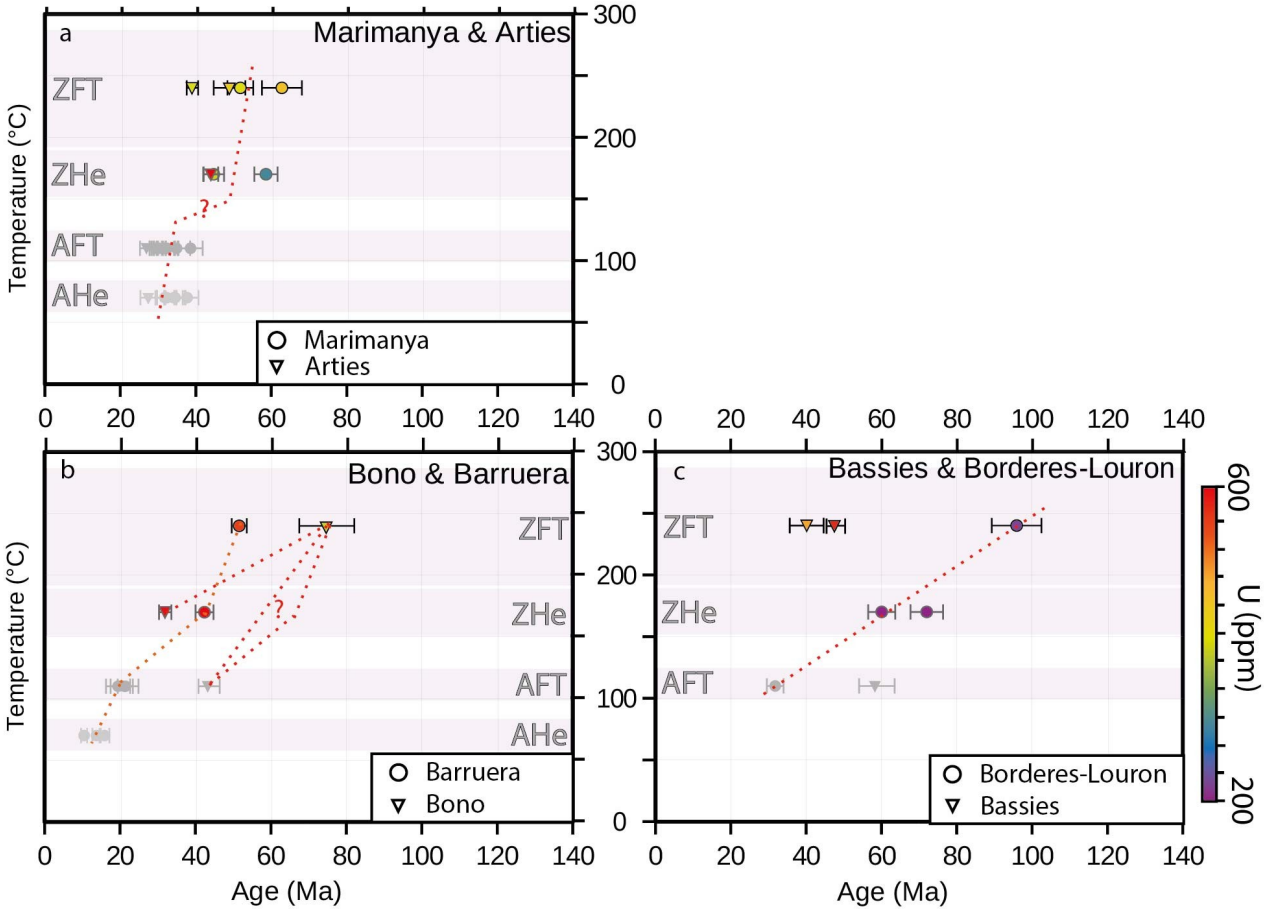
9.6 AFT Radialplot

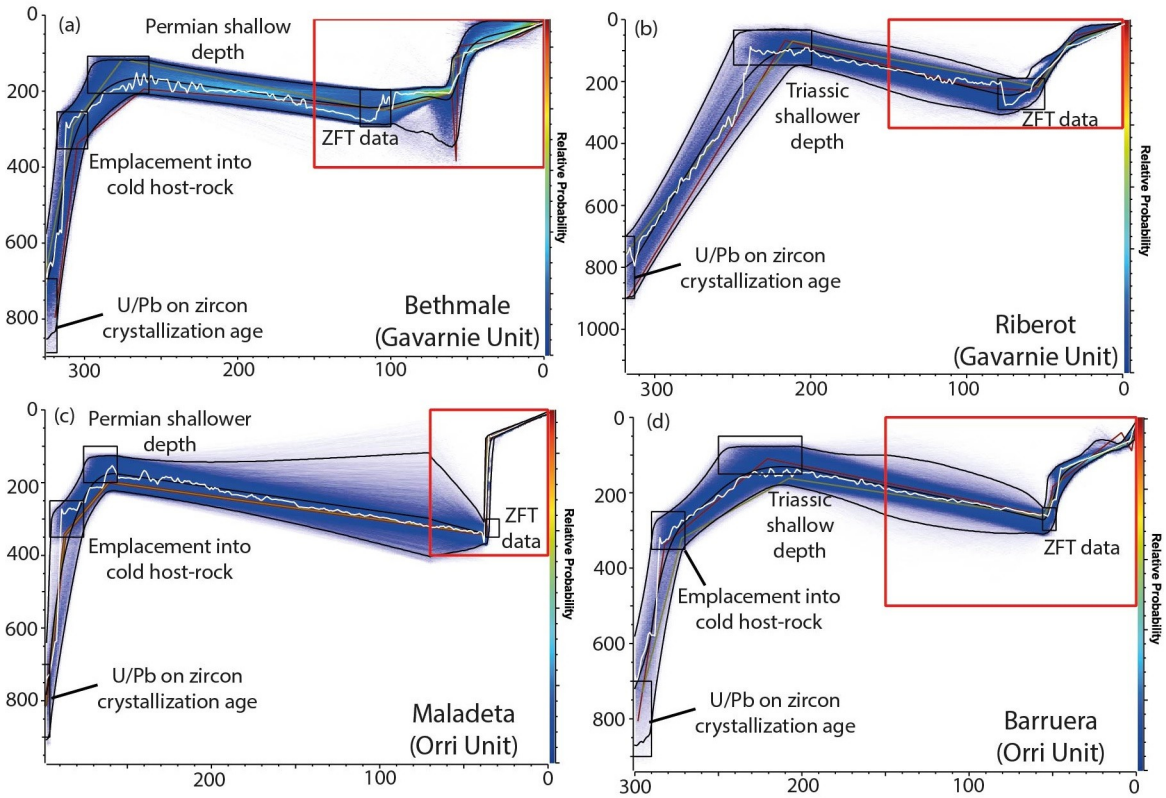


9.7 ZFT dispersed Radialplot and probabiliy densityplot



9.8 Temperature-time plots and QTQt modeling





9.9 Set de données thermochronologique – profil ECORS-Pyrenees

Table. (U-Th)/He on apatite from Axial zone, Pyrénées

Sample	Latitude	Longitude	Elevation (m)	Structure	U content *ng*	Th *ng*	Effective Radius *µm*	He *mol/g*	Age *Ma*	±	Original paper	U/Th
MAL/00/2870-1	-	-	2870	Maladeta	0.39	0.72	92	1,40E-09	29.2	2.3	*Maurel et al., 2003*	-
MAL/00/2870-2	42,518	1.02409	2870	Maladeta	0.37	0.72	70	1,10E-09	26.4	2.1	*Gibson et al., 2007*	-
MAL/00/2870-7	42,518	1.02409	2870	Maladeta	0.21	0.43	60	3,70E-10	17.3	1.4	*Gibson et al., 2007*	-
MAL/00/2765-1	42,514	1.02531	2765	Maladeta	0.21	0.42	91	9,80E-10	34.9	2.8	*Gibson et al., 2007*	-
MAL/00/2765-2	42,514	1.02531	2765	Maladeta	0.23	0.47	59	4,70E-10	20.4	1.6	*Gibson et al., 2007*	-
MAL/00/2650-3	42,513	1.02462	2650	Maladeta	0.33	0.95	-	1,54E-09	32.6	2.6	*Gibson et al., 2007*	-
MAL/00/2650-4	42,513	1.02462	2650	Maladeta	0.37	0.61	75	1,24E-09	30.8	2.4	*Gibson et al., 2007*	-
MAL/00/2650-5	42,513	1.02462	2650	Maladeta	0.56	1.03	74	1,99E-09	31.4	2.4	*Gibson et al., 2007*	-
MAL/00/2440-6	42,511	1.02027	2440	Maladeta	0.22	0.41	62	6,10E-10	26.1	2	*Gibson et al., 2007*	-
MAL/00/2360-1	42,512	1.01284	2360	Maladeta	0.23	0.42	83	7,30E-10	24	2	*Gibson et al., 2007*	-
MAL/00/2250-1	42,510	1.00755	2250	Maladeta	0.53	1.28	107	1,89E-09	24.5	2	*Gibson et al., 2007*	-
MAL/00/2250-2	42,510	1.00755	2250	Maladeta	0.52	1.33	90	2,27E-09	31.3	2.5	*Gibson et al., 2007*	-
MAL/00/2140-3	42,510	1.00059	2140	Maladeta	0.38	0.68	68	1,24E-09	30.2	2.4	*Gibson et al., 2007*	-
MAL/00/2030-1	42,513	0.99308	2030	Maladeta	0.70	1.58	81	1,85E-09	20.8	1.7	*Gibson et al., 2007*	-
MAL/00/2030-2	42,513	0.99308	2030	Maladeta	0.31	1.10	64	1,15E-09	26.8	2.1	*Gibson et al., 2007*	-
MAL/00/1920-1	42,511	0.99374	1920	Maladeta	0.41	1.08	60	1,27E-09	27.9	2.2	*Gibson et al., 2007*	-
MAL/00/1920-2	42,511	0.99374	1920	Maladeta	0.62	1.50	114	2,09E-09	22.8	1.8	*Gibson et al., 2007*	-
MAL/00/1750-1	42,521	0.80741	1750	Maladeta	0.20	1.12	99	9,70E-10	23.4	1.9	*Gibson et al., 2007*	-
MAL/00/1750-2	42,521	0.80741	1750	Maladeta	0.38	0.91	103	1,24E-09	22.9	1.8	*Gibson et al., 2007*	-
MAL/00/1750-3	42,521	0.80741	1750	Maladeta	0.50	1.41	116	1,90E-09	23.9	1.8	*Gibson et al., 2007*	-
BAR/02/1695-2	42,520	0.80805	1695	Barruera	0.09	0.67	69	2,70E-10	13.8	1.1	*Gibson et al., 2007*	-
BAR/02/1695-3	42,520	0.80805	1695	Barruera	0.07	0.51	54	2,10E-10	15.9	1.3	*Gibson et al., 2007*	-
BAR/02/1150-2	42,515	0.81274	1150	Barruera	0.21	0.22	59	2,10E-10	10.5	0.8	*Gibson et al., 2007*	-
ART/03/1480-2	-	-	1480	Arties	0.31	0.07	52	5,20E-10	27.5	2.2	*Gibson et al., 2007*	-
MM/02/2440-2	42,711	0.98757	2440	Marimanya	0.27	0.39	72	1,20E-09	37.7	3	*Gibson et al., 2007*	-
MM/00/2304-1	42,706	0.98282	2304	Marimanya	0.41	0.38	94	1,47E-09	34.2	2.3	*Gibson et al., 2007*	-
MM/00/2200-2	42,705	0.98091	2200	Marimanya	0.26	0.26	90	9,10E-10	32.3	2.6	*Gibson et al., 2007*	-
MM/00/2030-1	42,705	0.97578	2030	Marimanya	0.52	0.87	90	2,00E-09	31.8	2.5	*Gibson et al., 2007*	-
MM/00/2030-2	42,705	0.97578	2030	Marimanya	0.41	0.53	105	1,63E-09	34.3	2.7	*Gibson et al., 2007*	-
MM/00/2030-3	42,705	0.97578	2030	Marimanya	0.39	0.54	103	1,55E-09	34.5	2.8	*Gibson et al., 2007*	-

Table. (U-Th)/He on apatites results from Axial zone, Pyrénées

Sample	Latitude	Longitude	Elevation (m)	Structure	U content ppm	Th ppm	Length µm	Width µm	He mol/g	Age Ma	±	Original paper	U/Th
PY53	42.63942	0.99432	2120	Maladeta	8	15.2	121	95	9,34E-10	19.92	1.37	*Metcalf et al., 2009*	1.95
PY53	42.63942	0.99432	2120	Maladeta	19.1	36.3	134	65	1,73E-09	19.02	1.06	*Metcalf et al., 2009*	1.95
PY56	42°35,047'	0°51.44'	1780	Maladeta	30.9	32.4	140	73 62	2,53E-09	19.29	0.43	*Metcalf et al., 2009*	1.07
PY56	42°35,047'	0°51.44'	1780	Maladeta	36.1	51.5	151	62	2,91E-09	18.32	0.36	*Metcalf et al., 2009*	1.46
PY57	42°34,990'	0°51.379'	1680	Maladeta	29	40.4	156	70	2,67E-09	20.02	0.41	*Metcalf et al., 2009*	1.43
PY57	42°34,990'	0°51.379'	1680	Maladeta	9.4	9.6	181	110	8,44E-10	17.88	0.46	*Metcalf et al., 2009*	1.04
PY58	42°34,633'	0°51.176'	1620	Maladeta	37.9	46.8	130	68	3,16E-09	19.63	0.39	*Metcalf et al., 2009*	1.27
PY58	42°34,633'	0°51.176'	1620	Maladeta	36.1	41.6	129	73	2,00E-09	13.23	0.29	*Metcalf et al., 2009*	1.18
PY58	42°34,633'	0°51.176'	1620	Maladeta	51.2	67.8	129	57	3,79E-09	20.11	0.37	*Metcalf et al., 2009*	1.36
PY63	42°36,454'	0°49.895'	2850	Maladeta	32.6	46.9	89	51	4,15E-09	34.52	0.57	*Metcalf et al., 2009*	1.48
PY64	42°36,331'	0°49.940'	2735	Maladeta	15.7	25.3	159	62	1,68E-09	24.38	1.35	*Metcalf et al., 2009*	1.66
PY65	42°36,348'	0°50.159'	2605	Maladeta	35.3	60.6	170	78	4,55E-09	25,0	0.53	*Metcalf et al., 2009*	1.76
PY66	42°36,324'	0°50.396'	2495	Maladeta	27.1	43	116	68	3,03E-09	24.76	1.42	*Metcalf et al., 2009*	1.63
PY68	42°36,144'	0°50.834'	2210	Maladeta	27,0	41.9	143	73	2,99E-09	23.86	1.41	*Metcalf et al., 2009*	1.59
PY68	42°36,144'	0°50.834'	2210	Maladeta	23.1	31.9	113	70	2,22E-09	22.33	1.28	*Metcalf et al., 2009*	1.41
PY69	42°36,083'	0°51.055'	2080	Maladeta	33,0	38.7	143	76	3,22E-09	20.49	0.46	*Metcalf et al., 2009*	1.2
PY70	42°36,109'	0°51.285'	1945	Maladeta	50	72.7	100	84	5,36E-09	22.41	1.4	*Metcalf et al., 2009*	1.49

Table. Apatite fission track results from Axial zone, Pyrénées

Sample	Latitude	Longitude	Elevation (m)	Massif	Tracks Length µm	±	Dpar Value	±	Grains	Ns	Rho-S (*10 ^{6})	Ni	Rho-I (*10 ^{6})	Nd	Rho-D (*10 ^{6})	Zeta	2SE	Dispersion %	P(X²) %	Age Ma	±	Original paper
ART/03/1315	-	-	1315	Arties	14.21	0.15	1.76	-	22	407	1.392	2218	7.583	4078	2.898	113.8	2.9	-	-	30.2	1.9	*Gibson et al,, 2007*
ART/03/1555	-	-	1555	Arties	14.81	0.1	1.77	-	23	552	1.243	3088	6.952	4078	2.900	113.8	2.9	-	-	29.4	1.6	*Gibson et al,, 2007*
ART/03/1880	-	-	1880	Arties	14.58	0.16	1.77	-	24	179	0.459	936	2.398	4078	2.901	113.8	2.9	-	-	31.5	2.7	*Gibson et al,, 2007*
ART/03/2164	-	-	2164	Arties	14.64	0.15	1.9	-	24	282	0.548	1560	3.032	4078	2.903	113.8	2.9	-	-	29.8	2.1	*Gibson et al,, 2007*
PY63	42.6075	0.8315	2850	Maladeta	-	-	-	-	19	89	2.930	905	2.980	5613	2.930	361	10	<1	76	31	3	*Fitzgerald et al,, 1999*
PY64	42.6055	0.8323	2735	Maladeta	14	0.2	2.84	0.27	20	138	2.754	1432	2.858	5613	2.754	361	10	8	47	30	3	*Fitzgerald et al,, 1999*
PY65	42.6058	0.8360	2605	Maladeta	14	0.5	2.69	0.3	20	251	3.822	2356	3.587	5613	3.822	361	10	24	3	33	3	*Fitzgerald et al,, 1999*
PY66	42.6054	0.8399	2495	Maladeta	14.2	0.1	3.04	0.28	22	149	3.162	1461	3.101	5613	3.162	361	10	22	14	32	3	*Fitzgerald et al,, 1999*
PY67	42.6033	0.8425	2355	Maladeta	14.4	0.8	2.53	0.85	9	80	2.321	748	2.171	5693	2.321	361	10	<1	44	34	4	*Fitzgerald et al,, 1999*
PY68	42.6024	0.8472	2210	Maladeta	14	0.2	2.92	0.16	20	173	3.824	1718	3.798	5693	3.824	361	10	4	42	32	3	*Fitzgerald et al,, 1999*
PY69	42.6013	0.8509	2080	Maladeta	14.2	0.4	2.49	0.29	21	235	3.860	2349	3.859	5693	3.860	361	10	<1	96	32	2	*Fitzgerald et al,, 1999*
PY70	42.6018	0.8547	1945	Maladeta	13.8	0.2	3.01	0.13	20	211	4.004	2102	3.989	5693	4.004	361	10	1	68	32	2	*Fitzgerald et al,, 1999*
PY56	42.5841	0.8573	1780	Maladeta	13.6	0.2	3.58	0.4	20	193	3.478	1975	3.559	5810	3.478	361	10	16	22	31	3	*Fitzgerald et al,, 1999*
PY58	42.5772	0.8529	1620	Maladeta	13.7	0.4	2.71	0.24	20	145	2.405	1580	2.621	5810	2.405	361	10	5	20	29	3	*Fitzgerald et al,, 1999*
PY59	42.5683	0.8460	1500	Maladeta	12.3	1	3.46	0.21	19	118	3.330	1402	3.956	5646	3.330	361	10	2	84	26	3	*Fitzgerald et al,, 1999*
PY55	42.5841	0.8573	1400	Maladeta	13.1	0.1	3.21	0.19	20	183	6.294	2210	7.601	5810	6.294	361	10	11	36	26	2	*Fitzgerald et al,, 1999*
PY61	42.5259	0.8175	1365	Maladeta	13.5	0.2	-	-	20	109	2.481	1404	3.195	5646	2.481	361	10	9	47	25	3	*Fitzgerald et al,, 1999*
PY62	42.5224	0.8193	1255	Maladeta	-	-	-	-	19	54	2.150	802	3.193	5646	2.150	361	10	<1	89	22	3	*Fitzgerald et al,, 1999*
PY60	42.5138	0.8120	1125	Maladeta	-	-	-	-	5	43	2.568	648	3.870	5646	2.568	361	10	<1	94	21	3	*Fitzgerald et al,, 1999*
PY36	-	-	2483	Riberot	14.2	0.1	-	-	20	163	3.340	1292	2.647	6429	3.340	361	10	<1	98	44	4	*Fitzgerald et al,, 1999*
PY37	-	-	2340	Riberot	14.2	0.3	-	-	18	204	3.406	1816	3.032	6429	3.406	361	10	10	52	41	3	*Fitzgerald et al,, 1999*
PY38	-	-	2205	Riberot	14.5	0.5	-	-	20	140	2.157	1276	1.966	6671	2.157	361	10	5	43	42	4	*Fitzgerald et al,, 1999*
PY39	-	-	2050	Riberot	-	-	-	-	25	204	2.281	1788	1.999	6429	2.281	361	10	2	65	41	3	*Fitzgerald et al,, 1999*
PY34	-	-	1595	Riberot	14.7	0.1	-	-	25	350	2.753	3556	2.797	6528	2.753	361	10	2	36	37	2	*Fitzgerald et al,, 1999*
PY35	-	-	1460	Riberot	14.2	0.3	-	-	20	238	3.316	2471	3.442	6671	3.316	361	10	<1	88	36	2	*Fitzgerald et al,, 1999*
PY33	-	-	1340	Riberot	13.7	0.2	-	-	25	227	2.581	2152	2.447	6528	2.581	361	10	1	74	39	3	*Fitzgerald et al,, 1999*
MM-02/2635	42.7144	0.9928	2635	Marimana	14.28	0.14	1.72	0.53	25	181	0.346	1126	2.153	4176	3.546	113.8	2.9	-	-	32.4	2.8	*Sinclair et al,, 2005*
MM-02/2440	42.7105	0.9875	2440	Marimana	14.19	0.11	1.88	0.51	25	181	0.319	992	1.747	4176	3.538	113.8	2.9	-	-	38.6	3.2	*Sinclair et al,, 2005*
Mar-00/2304	42.7064	0.9828	2304	Marimana	14.19	0.12	1.86	0.41	24	147	0.311	951	2.012	4146	3.977	113.8	2.9	-	-	34.9	3.6	*Sinclair et al,, 2005*
Mar-00/2200	42.7053	0.9809	2200	Marimana	14.28	0.09	1.81	0.41	25	177	0.265	1447	2.166	4146	3.9779	113.8	2.9	-	-	27.6	2.4	*Sinclair et al,, 2005*
Mar-00/2030	42.7052	0.9757	2030	Marimana	14.32	0.07	1.77	0.41	24	171	0.256	1218	1.825	4146	3.982	113.8	2.9	-	-	31.7	2.8	*Sinclair et al,, 2005*
Mai-00/2870	42.5175	1.0240	2870	Maladeta	14.27	0.15	1.83	0.44	25	121	0.171	833	1.176	4146	4.019	113.8	2.9	-	-	33.1	3.4	*Sinclair et al,, 2005*
Mal-00/2250	42.5096	1.0075	2250	Maladeta	14.02	0.14	1.81	0.42	25	108	0.132	865	1.058	4146	4.016	113.8	2.9	-	-	28.5	3	*Sinclair et al,, 2005*
Mal-00/2030	42.5128	0.9930	2030	Maladeta	13.88	0.1	1.69	0.39	25	160	0.235	1313	1.93	4146	4.005	113.8	2.9	-	-	27.7	2.5	*Sinclair et al,, 2005*
Mal-00/1750	42.5071	0.9896	1750	Maladeta	13.73	0.18	1.84	0.43	24	107	0.139	844	1.095	4146	4.013	113.8	2.9	-	-	28.96	3.1	*Sinclair et al,, 2005*
Bar-02/1780	42.5209	0.8074	1780	Barruera	13.95	0.29	1.82	0.52	17	37	0.094	347	0.882	4176	3.505	113.8	2.9	-	-	21.2	3.7	*Sinclair et al,, 2005*
Bar-02/1695	42.5202	0.8080	1695	Barruera	14.17	0.23	2.08	0.78	17	41	0.108	419	1.1	4176	3.513	113.8	2.9	-	-	19.5	3.2	*Sinclair et al,, 2005*
Bar-02/1150	42.5147	0.8127	1150	Barruera	13.18	0.15	1.78	0.55	24	146	0.265	1366	2.482	4176	3.521	113.8	2.9	-	-	21.4	2	*Sinclair et al,, 2005*
ZA16-54	42°52'35.10"N	1°2'55.59"E	1216	Bethmale	-	-	1.06	0.22	21	275	0.298	1153	1.25	4020	1.335	279.98	13.35	0	79	46.4	3	-
ZA16-62	42°51'34.42"N	1° 6'20.00"E	1409	Bethmale	-	-	1.13	0.25	20	210	0.362	707	1.22	4019	1.336	279.98	13.35	0	83	55.5	4.4	-
ZA17-54	42.544674	0.730650	1100	Barruera	-	-	1.36	0.31	21	271	0.22	1212	0.983	4018	1.338	279.98	13.35	0	68	43.6	2.8	-

Table. Zircon fission track results from Axial zone, Pyrénées

Sample	Latitude	Longitude	Elevation (m)	Massif	Ns	Rho-S (*10 ^{6})	Ni	Rho-I (*10 ^{6})	Nd	Rho-D (*10 ^{6})	U content ppm (mean)	Grains	Dispersion %	P(X²) %	Central age Ma	±	Zeta	2SE
ZA17-46	42.523657°	0.820663°	1355	Erill	3524	8.75	1669	4.15	4302	4.167	556	28	12	2	51.6	2	124,08	2,9
ZA17-54	42.544674°	0.730650°	1100	Erill	2776	11	721	2.87	4303	4.169	388	25	19	0	91.5	5.5	124,08	2,9
ZA16-20AB	42°35'26.93"N	0°51'27.48"E	1850	Maladeta	3839	5.13	2777	3.71	4290	4.153	485	17	5.2	26	33.6	1	124,08	2,9
ZA16-25AB	42°35'48.35"N	0°45'36.83"E	1463	Maladeta	1963	4.24	1363	2.94	4292	4.155	399	23	0	51	34.4	1.3	124,08	2,9
ZA16-27A	42°37'23.37"N	0°49'37.71"E	2551	Maladeta	2205	5.06	1612	3.7	4294	4.157	512	21	0	41	30.6	1.2	124,08	2,9
ZA16-28	42°38'20.99"N	0°48'25.39"E	2338	Maladeta	3390	6.02	2191	3.89	4296	4.16	522	25	5.1	23	35.5	1.1	124,08	2,9
ZA16-31	42°39'43.41"N	0°55'18.79"E	1690	Artiès	2096	4.93	1314	3.09	4298	4.162	430	26	5.1	73	39.1	1.5	124,08	2,9
ZA16-32	42°40'51.46"N	0°55'42.89"E	2014	Artiès	3581	7.84	1397	3.06	4300	4.165	392	32	13	2	65.1	2.6	124,08	2,9
ZA16-55	42°53'27.22"N	1° 2'15.01"E	720	Bethmale	3994	10.9	1033	2.82	4272	4.68	309	21	16	0	118.7	11.8	131,44	4,05
ZA16-54	42°52'35.10"N	1°2'55.59"E	1216	Bethmale	3224	11.5	852	3.05	4269	4.677	336	27	15	4	116.4	10.2	131,44	4,05
ZA16-62	42°51'34.42"N	1° 6'20.00"E	1409	Bethmale	3394	10.6	945	2.96	4275	4.683	332	21	19	0	104.8	12	131,44	4,05
ZA16-30	42°41'36.82"N	0°58'49.94"E	2250	Marimanya	2526	6.92	1291	3.54	4263	4.67	453	28	27	0	74.6	12.4	131,44	4,05
ZA16-14	42°48'1.43"N	1° 3'32.97"E	1855	Ribérot	4824	5.96	2270	2.81	4254	4.66	291	30	19	0	67.5	6	131,44	4,05
ZA16-50	42°42'31.94"N	1° 0'43.88"E	2664	Marimanya	1629	8.28	655	3.33	4266	4.673	396	19	30	0	59.4	7.6	131,44	4,05
ZA16-15	42°47'52.13"N	1° 4'24.74"E	2279	Ribérot	2889	6.64	989	2.27	4257	4.663	249	28	46	0	93	17.6	131,44	4,05
ZA16-16	42°48'47.44"N	1° 3'11.80"E	1452	Ribérot	3006	6.41	1554	3.31	4260	4.667	377	32	12	2	57.1	4.2	131,44	4,05
ZA16-11	42°44'39.43"N	1°18'47.42"E	1912	Bassiès	2149	7.5	1482	5.18	4248	4.65	572	32	24	0	47	5	131,44	4,05
ZA16-13	42°45'15.92"N	1°22'55.26"E	1652	Bassiès	2113	6.66	1294	4.08	4251	4.657	477	32	46	0	50.2	9	131,44	4,05
ZA18-03	42.888721°	0.384326°	1020	Bordères-Louron	1048	7.26	268	1.86	4040	4.87	270	13	0	58	95.9	6.6	120,83	5,55

Table. (U-Th)/He on zircon from Axial zone, Pyrénées

Sample	Latitude	Longitude	Elevation *m*	Massif	Length *mm*	Width *mm*	Radius *mm*	Mass *mg*	U *ppm*	eU *ppm*	±	Th *ppm*	Sm *ppm*	FT	4He *nmol/g*	Corrected Age *Ma*	±
ZA16-62-1					138	97	49	3,2	682	731	51	209	15	0,772	137,96	45,4	2,7
ZA16-62-2	42°52'35,10"N	1°2'55,59"E	1409	Bethmale	208	112	64	7,7	133	145	20	53	1	0,811	73,83	116,1	11,8
ZA16-62-3					131	53	33	1,2	1562	1675	129	482	32	0,641	306,50	53,0	2,7
ZA16-54_1					220	89	55	5,9	200	213	25	57	1	0,778	103,28	115,5	10,1
ZA16-54_2					302	159	91	22,9	287	310	11	98	6	0,866	103,52	71,6	2,5
ZA16-54_3	42°52'35,10"N	1°2'55,59"E	1216	Bethmale	115	81	41	1,9	1151	1214	84	270	16	0,731	259,50	54,3	2,8
ZA16-54_4					191	78	48	3,9	217	232	37	63	2	0,750	103,06	110,1	12,5
ZA16-54_5					241	121	71	10,9	457	483	20	113	3	0,828	193,28	89,6	3,4
ZA16-15-4	42°47'52.13"N	1° 4'24.74"E	2279	Ribérot	245	96	60	7,8	239	260	21	92	13	0,795	47,55	42,6	3,0
ZA16-15-5					226	99	60	7,3	212	232	22	86	12	0,797	132,75	133,1	9,8
ZA16-16-1					238	130	74	11,9	396	421	18	108	23	0,837	79,89	42,1	1,7
ZA16-16-3	42°48'47.44"N	1° 3'11.80"E	1452	Ribérot	216	125	69	9,6	807	835	30	121	7	0,829	193,94	52,0	2,1
ZA16-16-4					252	124	73	12,1	208	215	13	29	7	0,834	114,03	118,0	6,7
ZA16-16-5					176	86	51	4,0	1547	1607	61	255	10	0,764	293,58	44,4	1,7
ZA16-30_1					274	84	55	7,2	311	343	23	138	6	0,775	142,73	99,7	5,5
ZA16-30_2					286	118	73	13,4	207	229	13	93	5	0,829	75,63	74,0	3,5
ZA16-30_3	42°41'36.82"N	0°58'49.94"E	2250	Marimanya	208	94	57	5,9	338	358	26	85	0	0,785	53,30	35,2	2,1
ZA16-30_4					260	84	55	6,7	404	419	24	63	2	0,774	69,32	39,7	1,9
ZA16-30_5					198	84	51	4,6	492	549	36	242	5	0,763	100,18	44,4	2,3
ZA16-50-4	42°42'31.94"N	1° 0'43.88"E	2664	Marimanya	147	92	49	3,4	418	442	45	102	2	0,767	79,77	43,7	3,4
ZA16-50-5					167	70	43	2,7	1180	1232	64	220	13	0,722	219,60	45,8	2,0
ZA16-31_1					227	112	66	8,8	669	706	27	159	2	0,815	109,63	35,3	1,2
ZA16-31_3	42°39'43.41"N	0°55'18.79"E	1690	Artiès	229	62	41	3,3	681	743	50	266	9	0,704	143,92	51,0	2,4
ZA16-31_5					277	108	68	11,2	333	358	17	105	5	0,817	72,01	45,7	2,2
ZA17-46_1					212	72	46	3,9	588	634	42	196	5	0,736	108,85	43,3	2,2
ZA17-46_2	42.523657°	0.820663°	1355	Erill	178	80	48	3,7	376	410	42	143	3	0,750	82,94	50,1	3,6
ZA17-46_4					197	74	47	3,7	795	843	46	204	-1	0,740	113,13	33,6	1,4
ZA17-46_5					292	79	52	6,9	441	473	26	133	2	0,764	82,98	42,6	2,3
ZA17-54_1					165	63	40	2,3	1087	1168	73	346	35	0,696	83,88	19,1	0,8
ZA17-54_2	42.544674°	0.730650°	1100	Barruera	205	85	52	5,0	442	477	32	149	25	0,767	88,39	44,8	2,4
ZA17-54_3					227	100	61	7,4	768	813	31	195	9	0,798	64,76	18,5	0,7
ZA17-54_4					247	107	65	9,3	223	244	18	89	11	0,811	48,64	45,6	2,6

9.10 Set de données de traces de fission formatées pour Radialplotter

ZFT formatted for Radialplotter software

Plutonic massif			Bethmale									Bassies					
Elevation																	
Sample			ZA16-62			ZA16-55			ZA16-54			ZA16-11			ZA16-13		
Zeta	±		131.44	4.05		131.44	4.05		131.44	4.05		131.44	4.05		131.44	4.05	
Nd	±		468300.0	6837.18		468000.0	6692.4		467700.0	6501.03		465000	5580		465700.0	5728.11	
Ns	Ni	U (ppm)	233	65	334	313	98	315	130	40	322	82	53	457	133	39	252
			84	25	268	245	58	257	129	29	311	87	55	445	133	71	459
			148	51	328	112	27	290	149	32	258	61	53	572	47	39	504
			176	47	336	118	34	398	115	43	369	76	69	744	114	105	453
			167	48	325	327	85	274	218	67	308	80	52	449	75	57	614
			475	92	237	260	68	274	142	23	148	77	32	345	74	79	444
			234	76	407	346	101	361	148	30	242	100	65	468	117	79	426
			121	35	375	274	73	361	96	23	247	88	61	526	139	33	267
			190	47	252	90	41	440	74	27	386	99	56	453	37	31	501
			283	53	284	74	10	215	134	32	317	51	44	712	128	30	228
			100	31	332	156	26	223	126	28	301	83	55	593	46	23	496
			173	44	270	181	43	205	117	25	322	59	46	993	43	18	388
			96	20	257	233	49	315	138	28	240	86	63	680	26	16	345
			102	37	433	171	36	257	190	69	444	90	56	483	111	66	407
			157	42	246	225	52	257	138	47	404	78	50	539	49	38	546
			166	39	264	72	24	515	126	22	236	76	32	518	50	36	582
			106	39	418	151	30	276	62	14	301	66	29	469	79	60	647
			66	36	386	161	31	266	181	55	354	85	60	647	50	26	420
			100	50	585	60	16	257	93	21	451	85	88	760	36	29	625
			141	45	386	172	69	467	93	29	467	54	25	360	50	31	501
			76	23	247	253	62	266	82	22	472	81	60	647	36	22	474
									71	17	365	68	66	854	39	5	81
									125	44	472	37	39	842	55	7	75
									136	37	397	80	62	573	84	32	414
									84	12	258	45	31	502	23	38	819
									59	18	386	48	31	502	30	7	226
									68	18	290	45	30	647	40	27	582
												48	31	502	35	35	755
												33	13	421	66	81	873
												101	75	462	90	65	300
															35	28	604
															43	41	663

ZFT formatted for Radialplotter software

Plutonic massif			Arties						Barruera			Bono		
Elevation														
Sample			ZA16-31			ZA16-32			ZA17-46			ZA17-54		
Zeta	±		124.08	2.9		124.08	2.9		124.08	2.9		124.08	2.9	
Nd	±		416200	4869.54		416500	4956.35		416700	5000.4		416900	5086.18	
Ns	Ni	U (ppm)	145	84	42	238	76	30	293	145	35	285	100	30
			59	31	12	116	34	16	126	81	16	135	39	14
			300	158	80	189	67	32	204	102	25	133	28	15
			145	95	32	222	82	30	102	72	25	140	27	18
			154	98	30	165	84	24	165	66	30	225	45	20
			99	67	30	148	43	20	214	79	32	136	35	15
			138	67	30	181	60	30	106	31	12	86	19	12
			60	51	14	148	51	18	81	30	12	98	35	10
			45	18	9	150	57	20	191	92	30	75	22	6
			32	26	6	107	31	24	116	53	20	156	45	16
			93	60	16	146	50	24	66	26	15	132	16	15
			58	36	18	81	47	12	105	46	14	87	18	8
			51	32	12	125	52	30	102	50	15	114	23	9
			52	44	12	70	36	12	129	74	15	42	3	3
			181	137	50	100	59	15	158	48	16	76	7	6
			46	14	12	147	53	21	103	48	12	97	18	8
			37	27	16	105	37	15	85	56	12	71	25	10
			31	21	6	68	19	12	179	76	21	71	10	6
			39	27	6	91	33	12	85	58	9	71	17	6
			29	23	9	72	30	8	71	49	8	70	32	8
			47	30	12	174	60	20	72	21	10	60	12	6
			37	24	9	56	21	8	44	30	6	71	25	12
			26	14	6	83	37	18	67	35	10	91	21	12
			38	18	6	123	71	20	107	56	12	50	19	8
			60	33	12	86	47	14	56	41	9	71	28	8
			29	30	5	85	32	12	161	62	18	43	24	6
			35	29	12	60	33	10	68	28	8	90	28	16
						62	23	16	136	63	20			
						94	32	12	41	11	10			
						89	40	15	91	40	8			

ZFT formatted for Radialplotter software

Plutonic massif			Maladeta											
Elevation														
Sample			ZA16-20AB			ZA16-25AB			ZA16-27A			ZA16-28		
Zeta	±		124.08	2.9		124.08	2.9		124.08	2.9		124.08	2.9	
Nd	±		415300	4651.36		415500	4695.15		415700	4738.98		416000	4825.6	
Ns	Ni	U (ppm)	151	115	36	78	68	21	113	55	18	285	177	56
			110	56	30	127	95	50	103	73	25	139	107	36
			164	94	40	156	133	50	77	60	18	136	98	24
			299	219	70	60	44	20	84	82	21	101	75	20
			177	155	56	95	68	25	114	73	25	99	100	21
			160	120	32	63	55	15	91	49	24	126	107	30
			122	109	42	120	75	40	103	74	24	110	87	18
			207	127	40	113	63	40	133	107	36	96	82	21
			218	184	70	94	80	30	69	39	16	110	89	28
			249	180	60	79	48	18	96	80	36	120	71	18
			131	113	25	43	33	16	234	135	49	101	58	14
			210	197	56	38	17	10	76	72	20	82	69	24
			271	187	56	61	49	20	74	49	15	117	77	24
			125	88	24	92	58	28	73	51	15	93	79	35
			203	153	40	45	31	11	59	51	15	172	120	30
			125	102	30	108	84	20	55	40	12	105	85	21
			242	147	60	86	43	16	58	54	15	95	73	18
			327	206	70	59	24	12	72	67	14	159	74	21
			128	71	25	26	27	8	44	25	8	87	23	21
			220	154	40	78	40	20	26	18	6	158	67	30
						38	26	10	53	24	8	162	109	32
						76	46	15	37	48	8	87	51	21
						46	14	12	48	61	12	158	67	30
						44	33	15	22	16	6	162	109	32
						29	22	6	63	41	18	87	51	21
						67	37	18	54	55	14	90	23	18
						42	50	12	57	34	15	103	42	16
									46	27	12	59	29	10
									71	52	20	65	53	12
												69	46	10
												57	30	12
												125	57	25
												82	33	12

ZFT formatted for Radialplotter software

Plutonic massif	Riberot									Marimanya					
Elevation															
Sample	ZA16-14			ZA16-15			ZA16-16			ZA16-30			ZA16-50		
Zeta ±	131.44	4.05		131.44	4.05		131.44	4.05		131.44	4.05		131.44	4.05	
Nd ±	466000.0	5825.0		466300.0	5968.64		466700.0	6067.1		467000.0	6211.1		467300.0	6355.28	
Ns Ni U (ppm)	292	122	263	184	89	426	149	99	511	165	70	226	140	36	193
	204	109	403	116	53	285	124	65	336	183	88	284	91	56	401
	332	168	310	101	52	280	98	67	455	120	74	477	99	41	294
	264	183	338	158	14	60	288	136	313	170	91	2348	121	48	295
	190	85	275	103	69	371	122	63	428	71	40	344	84	29	374
	136	49	302	140	71	306	84	52	420	97	62	500	163	80	344
	243	110	355	101	23	198	163	72	372	73	23	371	103	23	270
	114	56	290	90	42	362	114	56	301	129	54	290	57	34	487
	200	107	277	152	61	438	86	41	294	116	82	661	109	32	344
	125	46	198	123	37	239	83	51	439	306	108	249	103	39	279
	249	129	417	75	20	215	55	27	436	98	55	355	71	34	548
	211	111	359	204	61	158	203	113	417	41	24	258	77	27	435
	556	245	317	159	45	233	109	71	367	80	50	461	59	23	371
	178	128	276	73	23	248	66	27	317	113	74	455	36	30	645
	135	51	264	66	4	43	68	25	323	37	27	348	51	30	645
	121	51	264	87	28	226	87	32	295	111	82	423	66	32	413
	101	50	215	64	15	129	53	32	344	54	47	758	74	12	258
	119	36	233	109	46	330	92	50	307	42	25	403	88	24	387
	87	26	240	61	11	102	60	23	371	78	39	419	37	25	537
	50	20	323	80	51	439	48	27	436	106	27	249			
	126	63	339	39	25	404	106	51	263	24	7	226			
	132	60	369	103	20	172	81	30	387	46	17	274			
	81	28	302	82	45	388	62	39	503	52	27	348			
	89	34	244	71	23	297	118	61	262	35	14	301			
	47	14	302	74	21	226	197	74	199	44	31	500			
	117	30	185	81	11	102	63	29	468	53	4	86			
	47	10	129	58	18	233	49	34	439	57	27	348			
	107	57	368	133	11	59	93	58	416	25	22	709			
	128	76	307				90	49	527						
	43	16	259												

AFT formatted for Radialplotter software	Plutonic massif			Bethmale						Bono		
	Elevation											
	Sample			ZA16-54_Ap	F		ZA16-62_Ap	F		ZA17-54_Ap	F	
	Zeta	±		279,98	13,35		279,98	13,35		279,98	13,35	
	Nd	±		1340000	18090		1340000	18760		1340000	19564	
	Ns	Ni	Dpar	21	105	1.28	31	82	0.88	10	64	1.5
				19	70	0.93	10	46	1.1	15	63	1.62
				14	48	1.18	11	58	1.08	9	34	1.35
				21	64	1.09	15	68	1.22	11	73	1.23
				11	45	1.1	30	71	1.09	19	79	1.32
				13	63	1.14	14	40	1.15	16	73	1.21
				17	70	0.91	7	38	0.89	16	48	1.37
				10	50	1.23	5	14	1.07	19	59	1.36
				20	67	0.88	5	24	1.11	8	38	1.53
				12	60	0.91	3	13	1.12	12	45	1.46
				9	46	1.09	6	23	1.37	11	60	1.36
				9	41	1	9	31	1.07	11	57	1.43
				9	26	0.88	10	25	1.29	10	65	1.31
				20	93	1.14	12	26	1.37	10	58	1.48
				19	57	1.21	12	50	1	17	61	1.27
				7	45	1.14	4	12	1.09	17	75	1.44
				8	43	0.92	6	19	1.29	20	81	1.48
				15	79	1.14	4	15	1.16	14	55	1.05
				7	32	1.11	10	35	1.11	15	62	1.12
				14	49	0.89	6	17	1.15	11	62	1.24