

Déformation HP-HT des magmas siliceux : contraintes expérimentales sur l'évolution structurale et les transitions rhéologiques aux moyennes et fortes cristallinités

David Picard

▶ To cite this version:

David Picard. Déformation HP-HT des magmas siliceux : contraintes expérimentales sur l'évolution structurale et les transitions rhéologiques aux moyennes et fortes cristallinités. Géologie appliquée. Université d'Orléans, 2009. Français. NNT : . tel-00400042v1

HAL Id: tel-00400042 https://theses.hal.science/tel-00400042v1

Submitted on 29 Jun 2009 (v1), last revised 2 Feb 2010 (v2)

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.



UNIVERSITÉ D'ORLÉANS



ÉCOLE DOCTORALE SCIENCES ET TECHNOLOGIES Institut des Sciences de la Terre d'Orléans



David PICARD

soutenue le : 24 mars 2009

pour obtenir le grade de : **Docteur de l'université d'Orléans** Discipline : Processus Magmatiques et Métamorphiques - Volcanologie

Déformation HP-HT des magmas siliceux : contraintes expérimentales sur l'évolution structurale et les transitions rhéologiques aux moyennes et fortes cristallinités

THÈSE dirigée par : M. Michel PICHAVANT M. Laurent ARBARET	Directeur de recherche, CNRS Orléans Maître de conférence (HDR), Université d'Orléans
RAPPORTEURS : M. Nikolaï BAGDASSAROV	Professeur, Université de Francfort/Main
M. Didier LAPORTE	Directeur de recherche, CNRS Clermont-Ferrand

JURY :

M. Jean-Louis BOURDIER	Professeur, Université d'Orléans	Président du Jury
M. Michel PICHAVANT	Directeur de recherche, CNRS Orléans	-
M. Laurent ARBARET	Maître de conférence (HDR), Université d'Orléans	5
M. Nikolaï BAGDASSAROV	Professeur, Université de Francfort/Main	
M. Didier LAPORTE	Directeur de recherche, CNRS Clermont-Ferrand	
M. Alexandre DIMANOV	Chargé de recherche, Ecole Polytechnique de Pala	iseau
M. Patrick LAUNEAU	Professeur, Université de Nantes	

Déformation HP-HT des magmas siliceux : contraintes expérimentales sur l'évolution structurale et les transitions rhéologiques aux moyennes et fortes cristallinités

REMERCIEMENTS

Je souhaite saluer ici les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à la concrétisation de ce travail de thèse.

Je tiens tout d'abord à remercier mes directeurs de thèse, Michel Pichavant et Laurent Arbaret, pour la patience dont ils ont fait preuve tout au long de ce travail de thèse mais aussi pour l'aide et les conseils qu'ils m'ont apportés. Ils ont su me faire découvrir et apprécier de nouveaux aspects de la pétrologie expérimentale mais aussi me motiver lors des moments difficiles (microsonde capricieuse, séparation de cristaux à la main !). Merci à eux pour le temps et l'énergie qu'ils m'ont consacrés ainsi que pour tout ce qu'ils m'ont appris durant ces trois années.

Je remercie également Mrs Jean-Louis Bourdier, Nikolaï Bagdassarov, Didier Laporte, Patrick Launeau et Alexandre Dimanov pour avoir accepté de rapporter et examiner ce travail et pour l'intérêt qu'ils y ont porté. Merci à eux pour leurs remarques et critiques constructives qui ont permis de faire avancer cette étude.

Je souhaite remercier vivement Rémi Champallier pour son implication dans ce travail de longue haleine, pour son soutien et pour sa contribution très importante au bon déroulement des manips, même si ça n'a pas été facile tous les jours (fuites diverses et variées, load cell capricieuse). C'est grâce à ses conseils précieux tant au niveau technique que scientifique, grâce à sa patience (et il en a fallu !) et sa disponibilité (problèmes au Gros Vert, surveillance de manips Paterson longues...), que j'ai pu accomplir ce travail. Et pour tout çà je l'en remercie.

Merci aux techniciens de l'atelier, Laurent Peilleron et Philippe Teulat, pour leur disponibilité et leur bonne humeur tout au long de ces trois ans et sans qui cette thèse n'aurait pas été aussi bien aboutie. Un grand merci à Laurent pour les efforts et le temps qu'il a déployé, notamment dans la conception des nouvelles jaquettes.

Je remercie toute l'équipe Magma, Caroline Martel, Fabrice Gaillard, Alain Burgisseur ainsi que Giada pour avoir réussi à me supporter tout ce temps dans le même bureau ! Merci aussi à tous les anciens et nouveaux thésards avec qui j'ai partagé un café, un repas et de nombreuses discussions de couloirs : Audrey, Mourad, Gerardo, Khalifa, Jérémie, Yolaine, Yann, Mathieu, Priscille, Sébastien, Edith, Indira, Mariem, Aurore, Fred, Paul, Nicolas et bien d'autres, Luca (merci pour toutes les discussions qu'on a eues et qui m'ont bien aidées), Fabien, Manu (et la Manumobile), Didier, Patricia, Jean-Michel, Yannick... et toute l'équipe de l'ISTO.

Je ne peux évidemment pas oublier de remercier Adriana, ma partenaire de fin de rédaction, pour son soutien moral lors de la dernière ligne droite, permettant de mieux supporter le stress qui monte. Je n'oublierai pas les retours en tram à des heures tardives ni les pauses café de 16h !

Merci à Séverine, pour nos grandes discussions de la cantine, à Anne, ma collègue du couloir jaune et Mouna pour avoir toujours été là quand j'en ai eu besoin et pour tous ces bons moments passés ensemble.

Un grand merci à ceux qui ont été présents autour de moi durant ces années passées à Orléans et notamment les anciens de Clermont, Audrey M (p'tite sœur), Nico, Ludo, Flora, Magali, Céline, Bob, Guillaume, Nodré, Séb, Vinz mais aussi Mélanie, Anne-So, Mélody.

Merci également à toute ma famille et spécialement à mes parents pour le soutien qu'ils m'apportent depuis toujours et qui m'a permis d'en arriver là aujourd'hui. Merci aussi pour le pot de thèse que vous nous avez offert !

Je voudrais chaleureusement remercier ma sœur Nadège qui m'a aidé et soutenu dans les moments difficiles (voir très difficiles), qui a consacré beaucoup de temps et d'efforts à toute cette thèse (après la multi-enclume te voilà incollable sur la Paterson !). Tu as toujours été présente pour moi, quel que soit les circonstances et les problèmes et je t'en remercie du fond du cœur.

Et enfin, un immense merci à toi Virginie ! Tu t'es beaucoup investie durant ces trois ans. Tu as su me supporter et me motiver dans les moments délicats. Tu m'as apporté tout ton soutien et ton aide afin que ce travail aboutisse et ça me touche énormément. Alors pour tout ça et bien plus encore, merci !

Sommaire

SOMMAIRE

RODUCTION1

CHAPITRE I : PROBLEMATIQUE

I.	RI	HEOLOGIE DES MAGMAS	5
1	•	VISCOSITE DES LIQUIDES SILICATES	5
	а.	Influence de la température	5
	b.	Influence de la pression	7
	с.	Influence de la composition chimique	8
	d.	Influence de la teneur en eau	8
	е.	Modèles de viscosités empiriques	9
2		SUSPENSIONS MAGMATIQUES : INFLUENCE DES BULLES SUR LA VISCOSITE	. 10
3		SUSPENSIONS MAGMATIQUES : INFLUENCE DE LA FRACTION CRISTALLINE SUR LA	
V	ISC	OSITE	. 11
	а.	Faibles cristallinités	. 11
	b.	Comportement rhéologique des suspensions magmatiques	. 12
	с.	Notion de seuils ou transitions rhéologiques	. 16
	d.	Synthèse	. 21
II.	ST	TRUCTURES NATURELLES MAGMATIQUES ET RHEOLOGIE	23
1	•	APPROCHE NATURELLE	. 23
2		APPROCHE EXPERIMENTALE	. 25
Ш.	CO	ONCLUSIONS ET DEMARCHE EXPERIMENTALE DE CE TRAVAIL	27

CHAPITRE II : METHODE EXPERIMENTALE ET TECHNIQUES ANALYTIQUES

I.	A	AUTOCLAVE A CHAUFFAGE INTERNE	33
II.	Ι	LA PRESSE PATERSON	35
1		L'OUTIL EXPERIMENTAL	35

2	. MONTAGE DE LA COLONNE-ECHANTILLON	36
3	. CHOIX DE LA JAQUETTE	38
4	. DEROULEMENT DES EXPERIENCES	41
5	. Types d'experiences	41
III.	MODES DE DEFORMATION	43
1	. DEFORMATION COAXIALE	43
2	DEFORMATION EN TORSION	45
3	. CELLULE DE MESURE DITE « HAUTE SENSIBILITE »	47
4	. RELATIONS MATHEMATIQUES EN DEFORMATION	48
	a. Vitesses et taux de déformation	48
	b. Contraintes et exposant de la loi d'écoulement	49
	c. Viscosités apparentes	50
	d. Correction de l'effet mécanique de la jaquette	51
5	. PREPARATION DES ECHANTILLONS POUR L'OBSERVATION DES MICROSTRUCTURES	52
	a. Section d'étude	52
	b. Polissage des échantillons	55
IV.	IMAGERIE PAR MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB)	55
IV. V.	IMAGERIE PAR MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB)	55 55
IV. V. 1	IMAGERIE PAR MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB) ANALYSE CHIMIQUE PONCTUELLE PAR MICROSONDE ELECTRONIQUE	55 55 55
IV. V. 1 2	IMAGERIE PAR MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB) ANALYSE CHIMIQUE PONCTUELLE PAR MICROSONDE ELECTRONIQUE . PRINCIPE DE LA METHODE . CORRECTION DU SODIUM	55 55 55 56
IV. V. 1 2 VI.	IMAGERIE PAR MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB) ANALYSE CHIMIQUE PONCTUELLE PAR MICROSONDE ELECTRONIQUE . PRINCIPE DE LA METHODE . CORRECTION DU SODIUM . LOGICIELS DE TRAITEMENT D'IMAGE INTERCEPT2003 ET SPO2003	55 55 55 56 58
IV. V. 1 2 VI. VII.	IMAGERIE PAR MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB) ANALYSE CHIMIQUE PONCTUELLE PAR MICROSONDE ELECTRONIQUE . PRINCIPE DE LA METHODE . CORRECTION DU SODIUM . CORRECTION DU SODIUM . LOGICIELS DE TRAITEMENT D'IMAGE INTERCEPT2003 ET SPO2003 . MESURES DES ORIENTATIONS CRISTALLOGRAPHIQUES PAR EBSD	55 55 56 58 63
IV. V. 1 2 VI. VII. VIII.	IMAGERIE PAR MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB) ANALYSE CHIMIQUE PONCTUELLE PAR MICROSONDE ELECTRONIQUE . PRINCIPE DE LA METHODE . ORRECTION DU SODIUM . CORRECTION DU SODIUM . LOGICIELS DE TRAITEMENT D'IMAGE INTERCEPT2003 ET SPO2003 . MESURES DES ORIENTATIONS CRISTALLOGRAPHIQUES PAR EBSD . LOETERMINATION DES TENEURS EN EAU PAR MICROSPECTROSCOPIE RAMAN	55 55 56 58 63 65
 IV. V. 1 2 VI. VII. VIII. 1 	IMAGERIE PAR MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB) ANALYSE CHIMIQUE PONCTUELLE PAR MICROSONDE ELECTRONIQUE . PRINCIPE DE LA METHODE . ORRECTION DU SODIUM . CORRECTION DU SODIUM . LOGICIELS DE TRAITEMENT D'IMAGE INTERCEPT2003 ET SPO2003 MESURES DES ORIENTATIONS CRISTALLOGRAPHIQUES PAR EBSD . DETERMINATION DES TENEURS EN EAU PAR MICROSPECTROSCOPIE RAMAN . PRINCIPE DE LA METHODE	55 55 56 58 63 65
 IV. V. 1 2 VI. VII. VIII. 1 2 	IMAGERIE PAR MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB) ANALYSE CHIMIQUE PONCTUELLE PAR MICROSONDE ELECTRONIQUE . PRINCIPE DE LA METHODE . ORRECTION DU SODIUM . CORRECTION DU SODIUM . LOGICIELS DE TRAITEMENT D'IMAGE INTERCEPT2003 ET SPO2003 . MESURES DES ORIENTATIONS CRISTALLOGRAPHIQUES PAR EBSD . DETERMINATION DES TENEURS EN EAU PAR MICROSPECTROSCOPIE RAMAN . PRINCIPE DE LA METHODE . MICROSCOPIE RAMAN SUR LES VERRES STANDARDS HYDRATES	55 55 56 58 63 65 65
 IV. V. 1 2 VI. VII. VIII 1 2 3 	IMAGERIE PAR MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB) ANALYSE CHIMIQUE PONCTUELLE PAR MICROSONDE ELECTRONIQUE . PRINCIPE DE LA METHODE . CORRECTION DU SODIUM . LOGICIELS DE TRAITEMENT D'IMAGE INTERCEPT2003 ET SPO2003 . MESURES DES ORIENTATIONS CRISTALLOGRAPHIQUES PAR EBSD . MESURES DES ORIENTATIONS CRISTALLOGRAPHIQUES PAR EBSD . PRINCIPE DE LA METHODE . PRINCIPE DE LA METHODE . MICROSCOPIE RAMAN SUR LES VERRES STANDARDS HYDRATES . MICROSCOPIE RAMAN SUR LES VERRES RESIDUELS DES ECHANTILLONS DEFORMES .	55 55 56 63 65 65 66 68
 IV. V. 1 2 VI. VII. VIII 1 2 3 IX. 	IMAGERIE PAR MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB) ANALYSE CHIMIQUE PONCTUELLE PAR MICROSONDE ELECTRONIQUE. ANALYSE CHIMIQUE PONCTUELLE PAR MICROSONDE ELECTRONIQUE. PRINCIPE DE LA METHODE CORRECTION DU SODIUM LOGICIELS DE TRAITEMENT D'IMAGE INTERCEPT2003 ET SPO2003 MESURES DES ORIENTATIONS CRISTALLOGRAPHIQUES PAR EBSD LDETERMINATION DES TENEURS EN EAU PAR MICROSPECTROSCOPIE RAMAN PRINCIPE DE LA METHODE MICROSCOPIE RAMAN SUR LES VERRES STANDARDS HYDRATES MICROSCOPIE RAMAN SUR LES VERRES RESIDUELS DES ECHANTILLONS DEFORMES . CALCUL DES COMPOSITIONS DES VERRES RESIDUELS PAR BILAN DE MASSE	55 55 56 58 63 65 65 65 66 68
 IV. V. 1 2 VI. VII. VIII 1 2 3 IX. X. 	IMAGERIE PAR MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB) ANALYSE CHIMIQUE PONCTUELLE PAR MICROSONDE ELECTRONIQUE . PRINCIPE DE LA METHODE . CORRECTION DU SODIUM . CORRECTION DU SODIUM . LOGICIELS DE TRAITEMENT D'IMAGE INTERCEPT2003 ET SP02003 . MESURES DES ORIENTATIONS CRISTALLOGRAPHIQUES PAR EBSD . MESURES DES ORIENTATIONS CRISTALLOGRAPHIQUES PAR EBSD . DETERMINATION DES TENEURS EN EAU PAR MICROSPECTROSCOPIE RAMAN . PRINCIPE DE LA METHODE . MICROSCOPIE RAMAN SUR LES VERRES STANDARDS HYDRATES . MICROSCOPIE RAMAN SUR LES VERRES RESIDUELS DES ECHANTILLONS DEFORMES . CALCUL DES COMPOSITIONS DES VERRES RESIDUELS PAR BILAN DE MASSE . DETERMINATION DES STRUCTURES EN 3-D PAR MICROTOMOGRAPHIE A RAYON	55 55 56 63 65 65 66 68 68 69 X.70
 IV. V. 1 2 VI. VII. VIII 1 2 3 IX. X. 1 	IMAGERIE PAR MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB) ANALYSE CHIMIQUE PONCTUELLE PAR MICROSONDE ELECTRONIQUE . PRINCIPE DE LA METHODE . PRINCIPE DE LA METHODE . CORRECTION DU SODIUM . CORRECTION DU SODIUM . LOGICIELS DE TRAITEMENT D'IMAGE INTERCEPT2003 ET SPO2003 . MESURES DES ORIENTATIONS CRISTALLOGRAPHIQUES PAR EBSD . MESURES DES ORIENTATIONS CRISTALLOGRAPHIQUES PAR EBSD . DETERMINATION DES TENEURS EN EAU PAR MICROSPECTROSCOPIE RAMAN . PRINCIPE DE LA METHODE . MICROSCOPIE RAMAN SUR LES VERRES STANDARDS HYDRATES . MICROSCOPIE RAMAN SUR LES VERRES RESIDUELS DES ECHANTILLONS DEFORMES . CALCUL DES COMPOSITIONS DES VERRES RESIDUELS PAR BILAN DE MASSE . DETERMINATION DES STRUCTURES EN 3-D PAR MICROTOMOGRAPHIE A RAYON . PRINCIPE DE LA METHODE	55 55 56 58 63 65 65 66 68 69 x.70 70

CHAPITRE III : MATERIAUX DE DEPART

I.	DETERMINATION DE LA COMPOSITION DE DEPART	75
1.	. CAHIER DES CHARGES ET DEMARCHE	75
2.	. Experiences tests	76
	a. Série 1	76
	b. Série 2	79
3.	. CONTROLE DE LA TAILLE ET DE LA MORPHOLOGIE DES CRISTAUX	83
II.	SYNTHESE DES ECHANTILLONS POUR LES EXPERIENCES DE DEFORMATION	84
1.	. PREPARATION DES CAPSULES	84
2.	. Synthese des suspensions	86
3.	. PREPARATION DES ECHANTILLONS POUR LA DEFORMATION	86
III.	TEXTURES ET COMPOSITIONS CHIMIQUES DES PRODUITS DE DEPART	87
1.	. PRESENTATION DES DIFFERENTES TEXTURES	88
	a. Fabriques isotropes	88
	b. Fabriques anisotropes	91
	c. Fabriques aux hautes cristallinités	94
2.	. FABRIQUES CRISTALLOGRAPHIQUES	97
3.	. MORPHOLOGIE DES CRISTAUX	98
4.	. Compositions chimiques des plagioclases	100
5.	. Compositions chimiques des verres interstitiels	104
6.	. INFLUENCE DES BULLES	107
7.	. CALCUL DES VISCOSITES DES LIQUIDES INTERSTITIELS	108
	a. Détermination des teneurs en eau dans les verres interstitiels résiduels	108
	b. Détermination des viscosités des liquides résiduels	109
8.	. Synthese	109

CHAPITRE IV : EXPERIENCES DE DEFORMATION EN COMPRESSION

I.		DONNEES MECANIQUES	113
	1.	Mesure de la contrainte differentielle	113
	2.	CALCUL DE LA VISCOSITE APPARENTE	116

II.	PRESENTATION DES FABRIQUES DE FORME (PP069)	
1	FABRIQUE PENETRATIVE HORAIRE	
2.	. FABRIQUE PENETRATIVE ANTI-HORAIRE	
III.	MORPHOLOGIE DES CRISTAUX	
IV.	COMPOSITION CHIMIQUE DES CRISTAUX	
V.	COMPOSITION CHIMIQUE DU VERRE RESIDUEL	
VI.	INFLUENCE DES BULLES	

CHAPITRE V : EXPERIENCES DE DEFORMATION EN TORSION

I.		DONNEES MECANIQUES	129
	1.	MESURE DE LA CONTRAINTE DIFFERENTIELLE	129
	2.	CALCUL DE L'EXPOSANT DE CONTRAINTE DE LA LOI D'ECOULEMENT ET DES VISCOSIT	ES
	AP	PARENTES	134
II.	•	PRESENTATION DES DIFFERENTES FABRIQUES DE FORME	137
	1.	BORDURES DES ECHANTILLONS : BULBE D'OMBRE DE CONTRAINTE	137
	2.	FABRIQUE PENETRATIVE	139
		a. Evolution générale	139
		b. Etude des microstructures	141
	3.	FABRIQUE NON PENETRATIVE	144
		a. Evolution générale	144
		b. Etude des microstructures	145
	4.	FABRIQUES INDETERMINEES	148
II	[.	FABRIQUE CRISTALLOGRAPHIQUE	151
	1.	FABRIQUE PENETRATIVE	151
	2.	FABRIQUE NON PENETRATIVE	153
IV		MORPHOLOGIE DES CRISTAUX	154
	1.	FABRIQUE PENETRATIVE	154
	2.	FABRIQUE NON PENETRATIVE	156

v.	COMPOSITIONS CHIMIQUES DES CRISTAUX	157
VI.	COMPOSITIONS CHIMIQUES DES VERRES RESIDUELS	161
VII.	INFLUENCE DES BULLES	163

CHAPITRE VI : DISCUSSION

I.	DONNEES MECANIQUES	. 169
1	. COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE DES SUSPENSIONS ET LOI D'ECOULEMENT	. 169
2	2. EVOLUTION DE LA VISCOSITE APPARENTE EN FONCTION DE LA FRACTION CRISTALLIN	Е
		173
II.	COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE DES SUSPENSIONS ET DEVELOPPEMENT DES	
FAE	BRIQUES	. 174
1	FABRIQUES PENETRATIVES OBTENUES EN COMPRESSION	. 174
2	2. FABRIQUES PENETRATIVES OBTENUES EN TORSION	. 175
3	3. FABRIQUES NON PENETRATIVES OBTENUES EN TORSION	. 177
4	AUTRES FABRIQUES	. 179
5	5. BILAN	. 180
ш	INELLIENCE DE LA VITESSE ET DU TAUX DE DECODMATION SUD LES FARDIQUES	182
111.	INFLUENCE DE LA VITESSE ET DU TAUX DE DEFORMATION SUR LES FABRIQUES.	. 102
1	FABRIQUES PENETRATIVES	. 182
2	2. FABRIQUES NON PENETRATIVES	. 187
	a. Calcul de la contrainte s'exerçant au sein des bandes de cisaillement	. 188
	b. Vésicularité dans les bandes de cisaillement	. 190
IV.	IMPLICATIONS POUR LES TRANSITIONS RHEOLOGIQUES ET STRUCTURALES	. 194
v.	COMPARAISON DES DONNEES EXPERIMENTALES DE CETTE ETUDE AVEC LES	
DOI	NNEES DE LA LITTERATURE	. 197
1	EVOLUTION DE LA VISCOSITE EN FONCTION DE LA FRACTION DE LIQUIDE POUR DES	
S	SYSTEMES PARTIELLEMENT FONDUS.	. 197
2	2. EVOLUTION DE LA VISCOSITE EN FONCTION DE LA FRACTION CRISTALLINE POUR DES	
S	YSTEMES CRISTALLISANTS	. 199
3	3. LOIS D'ECOULEMENT DES SUSPENSIONS	. 201
4	EFFET DE LA FRACTION SOLIDE SUR LE COMPORTEMENT DES SUSPENSIONS	. 203

VI.	IMPLICATIONS POUR LE TRANSPORT ET LA MISE EN PLACE DES MAGMAS	205
1.	. CONTRAINTES LIEES AUX LIMITES EXPERIMENTALES	205
2.	. IMPLICATION SUR LE COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE LORS DE L'ASCENSION	207
3.	. IMPLICATIONS SUR LES TRANSFERTS AU NIVEAU DES CONDUITS MAGMATIQUES	207
4	IMPLICATIONS SUR LES DOMES ET AIGUILLES DE LAVE	210
5.	IMPLICATIONS POUR LES SYSTEMES PLUTONIQUES	211
6	IMPLICATIONS POUR LES SYSTEMES LAVIQUES	212
VII.	PERSPECTIVES	212
CO	NCLUSION	217
REI	FERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	221
LIS	TE DES FIGURES	237
LIS	TE DES TABLEAUX	249
AN	NEXES	255

Introduction

INTRODUCTION

Les magmas sont directement impliqués dans les processus géologiques majeurs de la dynamique mantellique et crustale. Ils sont l'expression du transport de matière et de chaleur depuis les zones sources profondes jusqu'à des niveaux de mise en place plus superficiels, voire de surface pour ce qui concerne le volcanisme.

De leur extraction à la source, le transport dans les conduits, des zones de stockage intermédiaires jusqu'à leur emplacement définitif, les suspensions magmatiques évoluent en fonction de paramètres externes tels que la température et la pression. Par exemple, la cristallisation d'une phase solide à partir du liquide silicaté, entraînant un changement de composition de ce dernier, va profondément agir sur les propriétés mécaniques de la suspension magmatique et donc sur ses capacités de transport.

Les suspensions magmatiques sont considérées comme des suspensions tri-phasées comportant une phase solide (cristaux), une phase liquide (liquide silicaté) et une phase vapeur (bulle), cette dernière s'exprimant essentiellement dans les niveaux superficiels des systèmes volcaniques. Tout changement dans les proportions de ces trois phases va jouer un rôle majeur sur le comportement rhéologique et par conséquent sur la dynamique de transport et de mise en place des magmas (*Dingwell*, 1996).

Par ailleurs, les suspensions magmatiques sont susceptibles d'être localement soumises à d'intenses déformations. C'est le cas par exemple des bords de conduits, des zones de cisaillement en bordure d'aiguilles de laves ou encore aux bases des dômes et des coulées de laves. Quelle que soit la géométrie du régime de déformation, il en résulte le développement d'une organisation structurale des particules solides que sont les cristaux. Cette orientation préférentielle de forme (OPF) des cristaux est acquise lors du stade intermédiaire de cristallisation par rotation rigide de ceux-ci. Le développement d'une OPF pénétrative ou localisée est susceptible de contrôler fortement le comportement mécanique de la suspension magmatique.

Les organisations structurales visibles au sein des roches naturelles sont les seuls témoignages présents en surface de la dynamique d'écoulement magmatique survenue lors de la mise en place des magmas. Leur observation et leur compréhension sont donc primordiales pour essayer de remonter aux mécanismes de transport et de mise en place des magmas. Réciproquement, si les structures magmatiques peuvent aider à reconstruire l'histoire rhéologique des magmas, le comportement rhéologique de ceux-ci peut influencer le développement des microstructures. La nécessité d'étudier l'aspect rhéologique des suspensions magmatiques en corrélation avec le développement des microstructures est donc évidente.

De nombreux travaux se sont consacrés à l'étude du comportement rhéologique et des organisations structurales des suspensions magmatiques à faibles et fortes cristallinités. Ces études ont montré la présence d'une transition rhéologique pour des cristallinités comprises entre $0.4 < \phi_s < 0.8$, au cours de laquelle les suspensions magmatiques passent d'un comportement rhéologique de type Newtonien, contrôlé par la phase liquide à un comportement rhéologique de type Bingham marqué par l'existence d'un seuil de contrainte critique et contrôlé par la phase solide. Dans ce domaine de cristallisation, les suspensions sont considérées comme non-Newtoniennes et composées d'une charpente cristalline capable de transmettre les contraintes déviatoriques (Petford, 2003), avec des structures magmatiques pénétratives pouvant être associées à des structures discrètes. Cependant, les limites de cette transition sont encore mal contraintes et sont donc intensément débattues (Rosenberg et *Handy*, 2005). De plus, bien que ce domaine de cristallinité soit d'une importance majeure dans la cristallisation des magmas, et par conséquent pour la compréhension de la mise en place finale et des dynamismes éruptifs, peu d'études ont essayé de quantifier l'influence des microstructures sur le comportement rhéologique des suspensions magmatiques (Paterson et al., 1998; Smith, 2002).

L'approche expérimentale constitue le seul moyen d'obtenir des données mécaniques couvrant ce domaine de cristallinité, en termes de conditions de pression et de température magmatique mais aussi en terme de régime de déformation. Il est possible, par la suite, d'analyser les microstructures développées au sein des expériences afin de les relier aux conditions de déformation appliquées.

Dans ce but, le choix de l'outil expérimental s'est porté sur une presse de type Paterson, capable de déformer en compression et en torsion des cylindres centimétriques de roches magmatiques naturelles ou synthétiques, et ce, dans des conditions de pression et température réalistes pour les magmas. Cette approche expérimentale est présentée dans ce travail. Les résultats obtenus permettent de mieux contraindre le comportement rhéologique et l'évolution structurale des magmas évoluant dans ce domaine critique de cristallinités intermédiaires, nous permettant ainsi de mieux appréhender leurs mécanismes de transport et de mise en place.

Problématique

PROBLEMATIQUE

I. <u>Rhéologie des magmas</u>

La Rhéologie (du grec *reo*, couler et *logos*, étude), terme introduit en 1920 par Eugène Bingham, correspond à l'étude de la déformation et de l'écoulement de la matière sous l'effet d'une contrainte appliquée. Dans le cadre du volcanisme, la rhéologie des magmas est un paramètre fondamental, qui contrôle leurs propriétés de transfert et de mise en place et qui gouverne, entre autres choses, la dynamique des éruptions volcaniques. Depuis plus de 100 ans, les Hommes ont essayé de comprendre et modéliser le comportement rhéologique des magmas, notamment à l'aide d'observations de roches magmatiques naturelles mais aussi grâce à des formulations mathématiques et des expériences analogiques. Si, à l'heure actuelle, la connaissance des propriétés rhéologiques des magmas est très fournie, il reste néanmoins encore quelques zones d'ombre dues à la complexité du problème. En effet, le comportement rhéologique des magmas est largement dépendant des proportions des différentes phases qui le constitue (liquide silicaté, bulles et fraction solide) mais aussi des conditions externes et internes qui s'exercent sur lui (température, pression, composition chimique, teneur en volatils dissous...).

1. Viscosité des liquides silicatés

a. Influence de la température

L'un des paramètres influençant la viscosité des liquides silicatés est la température. Une hausse de la température d'environ 100°C va diminuer la viscosité d'environ un ordre de grandeur (figure I.1) (*Levesque*, 1999).



Figure I.1 : Viscosité des liquides silicatés en fonction de la température (Levesque, 1999).

La variation de la viscosité d'un liquide silicaté en fonction de la température peut théoriquement être prédite par une relation linéaire de type arrhenien:

$$\log \eta = A + \frac{B}{T}$$
 Eq. I.1

où T est la température et A et B sont des constantes.

Toutefois, cette relation linéaire n'est valable que pour des faibles intervalles de température. En effet, sur de plus grands intervalles, la viscosité du liquide silicaté à tendance à ne plus évoluer de manière linéaire avec la température, impliquant un comportement non-arrhenien (*Urbain et al., 1982; Hess et al., 1996 ; Dingwell et al., 1996 ; Hess et Dingwell, 1996 ; Levesque, 1999 ; Hess et al., 2001*) (figure I.2).

Pour mieux rendre compte de l'évolution de la viscosité du liquide silicaté en fonction de la température, la loi dite de Vogel-Fulcher-Tammann (VFT) est alors préférable :

$$\log \eta = A + \frac{B}{T_0 - T}$$
 Eq. I.2

où T_0 est une constante.



<u>Figure I.2</u> : Log de la viscosité en fonction de la température des liquides aluminosilicatés. Les lignes représentent l'approximation par l'équation de VFT (*Hess et al., 1996*).

b. Influence de la pression

La pression a peu d'influence sur la viscosité des liquides silicatés. En effet, une hausse d'un kbar ne fait varier la viscosité que de quelques dixièmes d'unité log (figure I.3). Cette variation est dépendante du degré de polymérisation du liquide (*Bottinga et Richet, 1995*). Ainsi pour un liquide fortement polymérisé (le nombre d'oxygène non pontant par rapport aux tétraèdres de silice NBO/T est proche de zéro), la viscosité va diminuer avec la pression alors que pour un liquide très faiblement polymérisé (NBO/T proche de 4), la viscosité va augmenter avec la pression (*Brearley et al. 1986 ; Scarfe et al., 1987*).



Figure I.3 : Influence de la pression sur des liquides de compositions Ab-Di (Brearley et al., 1986).

c. Influence de la composition chimique

L'un des paramètres influençant le plus la viscosité des liquides silicatés est sa composition chimique (*Bottinga et Weill, 1972; Shaw, 1972; Urbain et al., 1982; Richet, 1984; Neuville et Richet, 1990, 1991; Neuville et al., 1993; Hess et al., 1996; Richet et al., 1996; Levesque, 1999; Hess et al., 2001; Dingwell, 2006*). On peut, par exemple, constater une différence d'environ 5 ordres de grandeur entre la viscosité d'un basalte et d'une rhyolite pour les mêmes conditions de pression et température, en milieu anhydre (figure I.4). Cette influence est, là encore, dépendante du degré de polymérisation du liquide. Ainsi, pour des liquides fortement polymérisés à faible NBO/T (ex : rhyolites), la déformation s'effectuera par rupture des liaisons dures Si-O-Si, alors que pour des liquides faiblement polymérisés à fort NBO/T (ex : basaltes), la déformation se fera en partie par rupture des liaisons –MO, où M représente un modificateur de réseau.



<u>Figure I.4</u>: Influence de la composition chimique sur la viscosité des liquides silicatés. A gauche d'après *Levesque (1999)* et à droite d'après *Dingwell (2006)*.

d. Influence de la teneur en eau

Les liquides silicatés contiennent de nombreux volatils dissous tels que H₂O, CO₂, SO₂, CO, H₂S ... Le volatil ayant l'influence la plus forte sur la viscosité des liquides silicatés est l'eau (figure I-5) (*Shaw, 1963; Dingwell et Mysen, 1985; Holtz et al., 1992b; Richet et al., 1996; Hess et Dingwell, 1996; Dingwell et al. 1996, 1998 ; Whittington et al., 2000, 2001; Vetere et al., 2006*). Cet effet est très important pour des teneurs en eau assez faibles (inférieures à 1%

poids). L'eau est alors assimilée sous forme hydroxylée OH⁻ et va jouer un rôle de dépolymérisateur de réseau, abaissant fortement la viscosité du liquide silicaté. Pour des teneurs en eau supérieures à 1% poids, l'eau est assimilée sous forme moléculaire H₂O et va moins interagir avec le réseau. On peut ainsi constater que l'apport de 1% d'H₂O sur une composition andésitique fait baisser la viscosité du liquide de 5 ordres de grandeur à 727 °C (1000 °K) alors qu'elle ne baisse plus que de 3 ordres de grandeur entre 1% poids et 8% poids (*Richet et al., 1996*). De même, pour seulement 0,5% H₂O, la viscosité d'un liquide de type haplogranitique baisse d'environ 4 ordres de grandeur à 727 °C (1000 °K) et de 4 ordre de grandeurs entre 1% poids et 8% poids (*Hess et Dingwell, 1996*). Cet effet est d'autant plus important que le liquide est siliceux.



<u>Figure I.5</u> : Evolution de la viscosité d'un liquide silicaté de composition haplogranitique en fonction de la teneur en eau à différentes températures (*Hess et Dingwell, 1996*).

e. Modèles de viscosités empiriques

Ces dernières années, des modèles empiriques ont été proposés pour la viscosité de liquides silicatés non-arrheniens, sur la base de l'équation de Vogel-Fulcher-Tammann. Les effets de la composition des liquides mais aussi la température et la teneur en eau ont été paramétrés *(Russel et Giordano, 2005; Giordano et al., 2000, 2008; Giordano et Dingwell, 2003)*. Ces modèles ne prennent cependant pas en compte l'effet de certains volatils, tels que le CO₂, le soufre ou encore le chlore, sur la viscosité des liquides. De plus, les effets de pression, bien

que minimes, ne sont pas considérés dans ce modèle. La pression peut toutefois avoir une influence significative sur des processus de transfert de liquides entre le manteau et la croûte profonde. Enfin ces modèles prennent en compte la concentration en fer totale et n'intègrent pas les effets d'oxydo-reduction qui peuvent affecter le rapport Fe^{2+}/Fe^{3+} du magmas et influencer la viscosité des liquides (Fe^{2+} joue un rôle de modificateur de réseau et va abaisser la viscosité du liquide alors que de Fe^{3+} joue un rôle de formateur de réseau et va augmenter la viscosité).

2. Suspensions magmatiques : influence des bulles sur la viscosité

Les bulles éventuellement présentes vont avoir deux effets opposés sur la viscosité des suspensions. Ainsi, *Bagdassarov et Dingwell (1992)* suggèrent que la présence des bulles abaisse la viscosité d'un liquide rhyolitique. Au contraire, *Stein et Spera (1992)* trouvent que les bulles augmentent la viscosité, et que leur effet est supérieur à celui de la présence des cristaux en même proportion. En fait, le comportement des bulles dans un liquide silicaté est déterminé par le nombre capillaire C_a . C_a représente le rapport entre la contrainte cisaillante qui tend à déformer la bulle et la tension de surface qui tend à résister à la déformation (*Manga et al., 1998*). Ainsi pour des C_a faibles (inférieur à 0,5) les bulles restent sphériques et résistent à l'écoulement, ce qui va avoir pour effet de légèrement augmenter la viscosité. Pour des forts C_a (supérieurs à 0,5) les bulles s'alignent dans la direction de l'écoulement, résistent moins à ce dernier, abaissant ainsi la viscosité (figure I.6).



<u>Figure I.6</u> : Illustration de la forme des bulles et des lignes d'écoulement pour des faibles C_a (à gauche) et des forts C_a (à droite). Les bulles déformées résistent moins à la déformation (*Manga et al., 1998*).

Cependant, l'effet des bulles sur la viscosité du liquide est aussi fonction de la fraction de bulles présentes. *Lejeune et al. (1999)* ont étudié l'influence des bulles sur la viscosité des

magmas déformés en compression. Ils ont montré que pour des fractions des bulles allant jusqu'à 32% en volume, la viscosité du liquide silicaté n'est pas influencée par la phase bulle. Au-delà de cette fraction, la viscosité diminue avec la hausse de la fraction de bulles (figure I.7).



<u>Figure I.7</u>: Log de la viscosité en fonction de la température et de la fraction de la phase bulleuse. On constate que jusqu'à 32% de bulles, la viscosité du liquide silicaté n'est pas du tout influencée par la phase bulle (*Lejeune et al., 1999*).

Bagdassarov et Pinkerton (2004) ont toutefois montré que l'influence de 10% de bulles faisait diminuer la viscosité d'un facteur 1,4 mais que cet effet est minime comparé à l'effet de la cristallisation qui va augmenter la viscosité d'un facteur 6 pour 10% de cristaux.

3. Suspensions magmatiques : influence de la fraction cristalline sur la viscosité

a. Faibles cristallinités

C'est tout d'abord *Einstein (1906, 1911)* qui, de la description hydrodynamique de petites sphères rigides dans un fluide, prédit que la viscosité varie en fonction de la teneur en cristaux à l'aide cette équation :

$$\eta = \eta_0 (1 + 2.5\Phi)$$
 Eq. I.3

où η_0 est la viscosité du liquide et Φ la fraction cristalline de la suspension.

Roscoe (1952) prend en compte la distribution de taille des particules en ajoutant un facteur géométrique et obtient :

$$\eta = \eta_0 (1 - \Phi)^{-2.5}$$
 Eq. I.4

Roscoe prédit aussi qu'il doit exister une fraction cristalline critique Φ_m au-delà de laquelle, pour des cristaux incompressibles, aucun écoulement n'est possible. Cette fraction cristalline correspond à la compaction maximale des particules et peut varier de 0,74 pour des empilements hexagonaux à 0,52 pour des empilements cubiques. Pour un empilement aléatoire, cette valeur est d'environ 0,62 (*Chong et al., 1971; Jefferey et Acrivos, 1976*). Roscoe obtient alors l'équation suivante :

$$\eta = \eta_0 \left(1 - \Phi/\Phi_m\right)^{-n} \qquad \qquad \text{Eq. I.5}$$

où n est un paramètre ajustable suivant la nature de la suspension mais souvent fixé à 2,5.

Cette équation est valable pour un faible nombre de particules, même si des extrapolations pour des charges cristallines plus importantes semblent possibles dans certains cas *(Shaw, 1965; Jefferey et Acrivos, 1976)*. *Lejeune et Richet (1995)* ont montré que cette relation entre viscosité et fraction cristalline pouvait être étendue jusqu'à 40% de cristaux. Les travaux de *Scaillet et al. (1997)* montrent que pour certains magmas hydratés la formulation (cf. Eq. I.5) peut être valable pour des suspensions de plus de 90% de cristaux.

Cependant, des problèmes existent toujours avec les extrapolations de l'équation d'Einstein-Roscoe (cf. Eq. I.5) pour des concentrations de cristaux supérieures à 50%, notamment à cause de facteurs tels que la taille, la forme et la distribution de forme et/ou spatiale des particules (*Saar et al., 2001*).

b. Comportement rhéologique des suspensions magmatiques

A très faibles cristallinités, le comportement des suspensions magmatiques peut être considéré comme étant de type Newtonien. Cependant, lorsque la cristallinité augmente, le comportement rhéologique de la suspension devient non-newtonien *(Fernandez et Gasquet, 1994)* et ne peut donc plus être simulé par l'équation d'Einstein-Roscoe (cf. Eq. I.5).

La figure I.8 indique les 3 comportements rhéologiques communément définis comme étant des bonnes approximations pour le comportement des magmas (modifié d'après *Fernandez et Gasquet, 1994*). On peut y observer le comportement de type Newtonien, le comportement de type Bingham et le comportement de type pseudoplastique qui regroupe les comportements de type rhéofluidifiant et rhéoépaississant (cf. annexe D p.299 pour les relations mathématiques de ces comportements).



<u>Figure I.8</u>: Comportements rhéologiques parfaits définis pour les suspensions magmatiques (modifié d'après *Fernandez et Gasquet, 1994*). Les comportements de type Newtonien, Bingham et rhéofluidifiant sont représentés.

Avec l'augmentation de la fraction cristalline ($\phi_s > 0,30$ environ) apparaît un seuil de contrainte et une tendance à la rhéofluidification. Ceci peut s'expliquer par la présence d'une charpente cristalline continue qui doit être déstructurée pour permettre l'écoulement (figure I.09).



Figure I.9 : Déstructuration de la charpente cristalline permettant l'écoulement.

Les premiers travaux sur la rotation de particules présentes au sein d'une suspension visqueuse ont été décrits par *Jeffery (1922)*. Son modèle prédit la rotation d'une particule

ellipsoïdale baignant dans un liquide visqueux et soumis à un cisaillement simple homogène (figure I.10).



$$\tan \phi = \varsigma \tan \left[\frac{\varsigma \gamma}{(\varsigma^2 + 1)} + \arctan \left(\frac{\tan \phi}{\varsigma} \right) \right] \quad \text{(Eq. I.6)}$$

$$\tan^2 \theta' = \tan^2 \theta \left[\frac{\varsigma^2 \cos^2 \phi + \sin^2 \phi}{\varsigma^2 \cos^2 \phi' + \sin^2 \phi'} \right]$$
(Eq. I.7)

où $\zeta=a/c$ est le rapport de forme de la particule, avec a l'axe long et c l'axe court, γ représente le taux de déformation et les angles (ϕ, ϕ') et (θ, θ') représentent les azimuts et plongements de l'axe long par rapport au plan d'écoulement avant et après le taux de déformation.

<u>Figure I.10</u> : Représentation du modèle de *Jeffery (1922)*. A droite, équations du modèle décrivant le comportement d'une particule ellipsoïdale soumise à un cisaillement simple homogène dans un fluide visqueux. A gauche, représentation schématique des paramètres géométriques décrivant la position de la particule (azimuts, plongement, référentiel, sens de cisaillement) (d'après *Arbaret et al., 2000*).

Dans ce modèle, il est supposé que la déformation s'effectue à volume constant.

Pour un rapport de forme de l'ellipse supérieur à 1 (axe long très supérieur à l'axe court), Le modèle de *Jeffery (1922)* montre que les particules tournent de manière continue en suivant une orbite dont la période dépend du rapport de forme. Pour des particules avec un rapport de forme égal à 1, ce modèle prédit une rotation continue des particules à vitesse constante et égale à la moitié de la vitesse de déformation.

Les expériences analogiques de déformation sur des particules cylindriques et parallépipédiques (*Willis, 1977*) et sur des particules rectangulaires (*Fernandez et al., 1983; Arbaret et al., 1996*) confirment ce modèle de rotation. Par conséquent, les modèles numériques développés à l'aide du modèle de *Jeffery (1922)* permettent de simuler le comportement de particules solides dans une déformation en cisaillement simple (figure I.11).



<u>Figure I.11</u>: Orientation de l'axe long d'une particule soumise à un cisaillement simple. L'orbite effectuée est cyclique et confirme le modèle de *Jeffery (1922) (Fernandez et al., 1983)*.

Cependant les expériences analogiques menées ont aussi montré que le mouvement cyclique des particules est perdu pour des fractions cristallines très faibles (dès 5% de cristaux : Fernandez et al., 1983; Arbaret et al., 1996) et que le maximum de densité de l'Orientation Préférentielle de Forme (OPF) des particules tend à se paralléliser par rapport à la direction de cisaillement. Ceci est dû au fait que le modèle précurseur de Jeffery (1922) ne tient pas compte des interactions entre particules dues à leurs mouvements relatifs dans le fluide visqueux. Cette interaction peut provoquer du tuilage et des trains de particules dès les très faibles cristallinités (5% de cristaux : Fernandez et al., 1983; Arbaret et al., 1996) mais aussi des agrégats dès 16% de cristaux (Ildefonse et al., 1992a,b) qui vont empêcher la rotation cyclique des particules et stabiliser l'OPF de la fabrique pour des fortes déformations (Arbaret et al., 1997, Fernandez et Catuxo, 1997). Arbaret et al. (1996) ont montré que deux paramètres vont principalement influencer la stabilisation de cette OPF. Tout d'abord le rapport de forme des particules. Une augmentation du rapport de forme des particules tend à stabiliser une OPF parallèle à la direction de cisaillement pour des taux de déformation plus faibles. Ensuite, la distribution de taille des particules. Une distribution bi-modale des rapports de forme des particules augmente les contacts entre particules et par conséquent stabilise l'OPF parallèle à la direction de cisaillement plus rapidement que si la population est uni-modale.

Marques (2005) modélise le comportement rotationnel d'inclusions rigides déformées en cisaillement. Il montre que la rotation est influencée par le rapport entre l'épaisseur du plan d'écoulement et l'axe long de l'inclusion mais aussi par la forme et le rapport de forme de la particule.

c. Notion de seuils ou transitions rhéologiques

La forte hausse de la viscosité observée sur une faible gamme de fraction cristalline grâce à l'équation d'Einstein-Roscoe a inspiré le travail d'*Arzi (1978)* qui a défini le concept de *Rheological Critical Melt Pourcentage* (RCMP). La viscosité d'une suspension diluée de particules rigides dans un fluide visqueux va augmenter avec le nombre de particules jusqu'à un seuil au-delà duquel les particules forment des agrégats qui vont bloquer le système. Le système passe alors d'une suspension dont la rhéologie est contrôlée par le liquide silicaté à une suspension dont la rhéologie est contrôlée par la partie solide. Ce seuil, qui correspond à la RCMP, a été estimé par Arzi à $20\pm10\%$ de liquide. Ce concept a été repris par les travaux de *Van der Molen et Paterson (1979)* qui, à l'aide d'expériences de déformation sur des Aplites partiellement fondues, ont estimé une RCMP à 30-35% de liquide.

Fernandez et Gasquet (1994) définissent deux transitions rhéologiques vers 35% de cristaux et vers 65-70% de cristaux pour des magmas basaltiques et granitiques (figure I.12). Ces deux transitions séparent alors trois comportements rhéologiques majeurs dans le comportement des magmas qui cristallisent. Tout d'abord, un domaine entre 0% et 20% de cristaux où le comportement de la suspension est newtonien. Un second domaine entre 35% et 65% de cristaux où le comportement est de type Bingham et enfin un domaine supérieur à 70% de cristaux où le comportement est celui d'un solide.



<u>Figure I.12</u>: Diagramme rhéologique pour des magmas granitiques G et basaltiques B. Les champs grisés représentent les viscosités apparentes observées pour les granites et les basaltes. Les domaines Th1 et Th2 correspondent aux seuils rhéologiques et les champs I, II, III aux domaines Newtonien, Bingham et solide respectivement (*Fernandez et Gasquet, 1994*).

Des expériences de déformation faites par *Rutter et Neumann (1995)* sur des granites partiellement fondus, dont la teneur en liquide est contrainte par la température du système,

n'ont pas montré la présence de RCMP. Cette absence a été interprétée par un équilibre entre l'adoucissement dû à la hausse de la fraction de liquide et un durcissement dû à de la dilatation pré-fracture qui réduit la pression des pores et augmente la résistance de la roche. Cet effet de durcissement est plus ou moins important suivant les types de roches. En effet, *Renner et al. (2000)* ont montré que, lorsque que le volume d'une roche soumise à déformation changeait, la résistance de la roche et l'écoulement du fluide sont liés par différents paramètres tels que la capacité de stockage, la perméabilité, la vitesse de déformation et la viscosité du liquide. Ainsi, pour des liquides visqueux, le temps nécessaire pour rééquilibrer la pression des pores par le liquide est longue (*Rutter et Neumann, 1995*). Dans les cas où la viscosité du liquide est faible (par exemple 10^4 Pa.s dans les cas de *Arzi, 1978* et *Van der Molen et Paterson, 1979*), le temps de rééquilibrage est rapide et minimise donc le durcissement dû à la dilatation.

Rosenberg (2001) met en doute l'absence de RCMP dans les expériences de *Rutter et Neumann* (1995) en argumentant que la contrainte différentielle de l'échantillon dont la fraction de liquide est la plus importante (vers 47% de liquide) est trop faible pour être mesurée. Par conséquent, si la valeur de la contrainte pour cet échantillon est plus faible alors il pourrait exister un point d'inflexion témoignant de l'existence de la RCMP.

En 1995, *Lejeune et Richet* ont étudié expérimentalement l'effet de la taille des particules sur le comportement rhéologique de suspensions liquides - cristaux. Ils ont pour cela mesuré la viscosité de suspensions contenant différentes fractions de sphérules d'enstatite alumineuse ($Mg_3Al_2Si_3O_{12}$) et d'inclusions ellipsoïdales de $Li_2Si_2O_5$ de rapport de forme R=2 soumises à une déformation uni-axiale. Ces travaux ont montré une forte hausse de la viscosité des suspensions entre 40% et 60% de particules, indépendamment de la taille de celles-ci, et qui délimite un domaine où la rhéologie est de type newtonien à un domaine où la rhéologie est de type non newtonien (figure I.13).

Cette hausse est associée à la forte interaction des particules entre elles, avec formation d'agrégats, pouvant même conduire à la fracturation de l'échantillon par développement de bandes de cisaillement. Ce changement structural est cohérent avec la définition de la RCMP faite par *Arzi* (1978) mais intervient à des fractions de liquide supérieures à celle observées précédemment par *Arzi* (1978) et *Van der Molen et Paterson* (1979).



Figure I.13 : Log de la viscosité des suspensions magmatiques en fonction de la fraction cristalline. Un seuil rhéologique correspondant passage Newtonien au non Newtonien et associé à une interconnectivité des cristaux à été établi entre 40% et 60% de cristaux. Ce seuil est accompagné d'une hausse de la viscosité d'environ 5 ordres de grandeurs. Les schémas ci-dessous représentent l'évolution structurale suspension de la (Lejeune et Richet, 1995).

Cependant, les travaux de Vigneresse (*Vigneresse et al., 1996, Vigneresse et Tikoff, 1999*) introduisent le fait que le passage solide – liquide (fusion) et le passage liquide – solide (cristallisation) sont deux processus bien distincts qui ne sont pas symétriques entre eux (figure I.14). Ils invalident la RCMP définie par *Arzi (1978)* et proposent alors deux nouveaux seuils pour chaque transition.

Pour le passage solide – liquide, ils définissent un *Liquid Percolation Threshold* (LPT) vers 8% de liquide au-delà duquel les paquets de liquides se connectent entre eux et permettent au magma de se déplacer sur de faibles distances (distances métriques). Puis ils définissent un *Melt Escape Threshold* (MET) vers 20-25% de liquide qui permet la ségrégation et le transport du liquide et d'une partie de la phase solide sur de large distance.

Pour le passage liquide – solide, ils définissent une *Rigid Percolation Threshold* (RPT) vers 55% de cristaux comme étant le moment où suffisamment de cristaux sont formés pour interagir entre eux et construire une charpente rigide qui peut accumuler une contrainte. La fraction liquide peut toujours s'écouler et le seul moyen de réarranger les cristaux est de créer des bandes de cisaillement locales. Enfin, vers 72-75% de cristaux, ils définissent un *Particule Locking Threshold* (PLT) comme étant le moment où le système est totalement bloqué.



<u>Figure I.14</u>: Seuils rhéologiques définis pour la cristallisation des magmas et la fusion des roches en fonction de la fraction de liquide. Le domaine de la RCMP défini par Arzi (1978) a été aussi représenté (*Vigneresse et al., 1996*).

Dans son article résumant les résultats obtenus sur la déformation de roches partiellement fondues (figure I.15), *Rosenberg et Handy (2005)* pointent la grande variabilité des domaines définis pour la RCMP, qui s'étendent sur une gamme de cristallinité allant de 40% de cristaux (partie basse définie par *Lejeune et Richet, 1995*) à 90% de cristaux (partie haute définie par *Arzi, 1978*). Cette variabilité est accompagnée d'une augmentation de la viscosité d'environ 4 ordres de grandeur. Ces résultats sont résumés par la figure I.15 (*Rosenberg et Handy, 2005*).


Figure I.15 : Log de la contrainte ou de la viscosité relative en fonction de la fraction liquide. (a) Viscosité relative (viscosité de l'échantillon / viscosité du liquide) en fonction de la fraction de liquide. Le domaine de RCMP défini par Arzi (1978)est représenté gris clair. en (b) Contrainte fonction de en la fraction de liquide. Le domaine de fraction liquide correspondant à la RCMP définie par Van der Molen et Paterson (1979) et Lejeune et Richet (1995) sont respectivement en gris clair et en hachuré. La Critical Melt Fraction (CMF) de Van der Molen et Paterson (1979) est en gris foncé. La relation de Roscoe (1952) est représentée par les courbes de droite en utilisant les paramètres d'Arzi (1978) et de Lejeune et Richet (1995). Dans les deux cas, une viscosité du liquide de 10⁴ Pa.s est utilisée (*Rosenberg*) et Handy, 2005).

Rosenberg et Handy (2005) définissent aussi l'existence d'une transition vers 7% de liquide, qu'ils nomment la *Melt Connectivity Transition* (MCT) et qui correspond à une baisse importante de la contrainte causée par l'interconnection du liquide. Ils proposent que cette MCT est une transition rhéologique et non pas un seuil de ségrégation comme pour le LPT défini par *Vigneresse et al. (1996)*. En effet, ils considèrent que la chute importante de la contrainte pour des fractions liquides inférieures à 7% est due à un comportement fragile alors que l'adoucissement de la contrainte pour des fractions liquides supérieures à 7% est typique d'un comportement ductile (figure I.16). Ils interprètent donc cette fraction de liquide comme étant une transition majeure dans les mécanismes de déformation. Cependant, ils affirment qu'un changement de structure apparait vers 35% de liquide lorsque la charpente solide n'est plus solidaire et correspond à la transition solide – liquide qu'ils définissent comme la *Solid to Liquid Transition* (SLT). Ce changement de structure est associé à une faible baisse de la contrainte qu'ils définissent comme étant de 3 ordres de grandeurs inférieure comparée à celle observable pour de faibles fractions de liquide (MCT).



Figure I.16 : Résistance de l'agrégat en fonction de la fraction de liquide pour des granites partiellement fondus. La Melt Connectivity Transition (MCT) et la Solid to Liquid Transition (SLT) sont représentées en gris. L'échelle verticale est exagérée pour mettre en évidence la LST. Les courbes contrainte-déformation basées sur les données mécaniques de Van der Molen et Paterson (1979) et correspondant à chaque transition sont représentées en haut de l'image. Les schémas des microstructures sur l'image illustrent la déformation à différentes fractions de liquide. A Φ =0,03, la déformation est localisée le long des plans contenant du liquide. A Φ =0,07, la déformation est distribuée à l'ensemble de l'échantillon, mais est localisée, à l'échelle du grain, le long du réseau de liquide interconnecté. A 0,4= Φ =0,6, la charpente solide casse mais l'interaction entre les grains est toujours présente. A Φ =0,6, les particules solides baignent dans le liquide et n'interagissent pas les unes avec les autres (Rosenberg et Handy, 2005).

Des modèles numériques ont aussi vu le jour afin de caractériser le comportement mécanique des suspensions solides. En fonction des données présentes dans la littérature, *Costa (2005)* propose une équation générale empirique décrivant la viscosité relative d'une suspension en fonction de la fraction solide.

d. Synthèse

Le comportement rhéologique de suspensions solides a donc été bien étudié notamment pour des faibles fractions cristallines où la rhéologie de la suspension peut être bien modélisée par l'équation d'*Einstein-Roscoe (1952)* (Eq. I.5). Cette équation a été validée par de nombreuses

expériences analogiques pour un faible nombre de particules et jusqu'à 40% de cristaux (*Shaw, 1965; Jefferey et Acrivos, 1976; Lejeune et Richet, 1995*). De même, le comportement rhéologique de roches partiellement fondues de compositions granitiques a été extensivement étudié (*Arzi, 1978, Van der Molen et Paterson, 1979, Dell'Angelo et Tullis, 1988; Paquet et François, 1980; Rutter et Neumann, 1995; Bagdassarov et Dorfmann, 1998; Renner et al., 2000; Rosenberg et al. 2001, 2005; Mecklenburgh et Rutter, 2003; Petford, 2003)*. Toutes ces études ont étudié les phénomènes de ségrégation et transport des liquides silicatés notamment lors de l'ascension et de l'emplacement des magmas granitiques et ont ainsi essayé de proposer un modèle rhéologique général.

Au vu des résultats obtenus ces 20 dernières années sur le comportement rhéologique des roches magmatiques, il est attendu une transition au cours de laquelle la suspension passerait d'un comportement contrôlé par la phase liquide et dont la rhéologie est newtonienne (*Fernandez et Gasquet, 1994*) à un comportement contrôlé par la phase solide, capable de transmettre des contraintes (*Petford, 2003*) et donc la rhéologie est de type non-Newtonienne (*Fernandez et Gasquet, 1994*). Les limites de cette transition sont encore largement débattues puisqu'elle apparaît entre 40% et 90% de liquide suivant les auteurs (*Arzi, 1978, Van der Molen et Paterson, 1979, Rutter et Neumann, 1995, Lejeune et Richet, 1995; Saar et al., 2001 ; Rosenberg et Handy, 2005*). De plus, la difficulté pour précisément placer cette transition est accrue puisque cette limite solide – liquide / liquide – solide ne serait pas symétrique (*Vigneresse et al., 1996, Vigneresse et Tikoff, 1999*).

En parallèle, des expériences analogiques et numériques ont étudié l'évolution des fabriques cristallines soumises à déformation. De nombreuses observations ont été effectuées à faibles cristallinités, c'est-à-dire entre 0% et 20% de cristaux, où le comportement d'une particule elliptique soumise à déformation peut être modélisé par le modèle de *Jeffery (1922)*. Ce modèle, confirmé par des expériences analogiques (*Willis et al., 1977; Fernandez et al., 1983*), n'inclut cependant pas tous les paramètres qui peuvent intervenir et notamment les contacts entre les cristaux et les phénomènes de tuilage. Des expériences analogiques ont montré que les structures cristallines se forment par rotation rigide des cristaux et développent une OPF parallèle à la direction de cisaillement (*Fernandez et al., 1983 ; Ildefonse et al., 1992; Arbaret et al., 1996, 1997; Fernandez et Catuxo, 1997*).

En cristallisant, c'est-à-dire entre 20% et 50% de cristaux, des structures pénétratives homogènes se développent ainsi que des structures dites discrètes telles que des bandes de localisation (*Lejeune et Richet, 1995 ; Vigneresse et al., 1996*).

Enfin, à plus forte cristallinité (supérieures à 50% de cristaux) des structures de type cassant surviennent lorsque la charpente cristalline peut transmettre les contraintes, c'est-à-dire lorsque la RCMP est franchie (*Lejeune et Richet, 1995; Petford, 2003; Rosenberg et Handy, 2005*).

II. Structures naturelles magmatiques et rhéologie

Bien qu'il ait été montré que les structures ont une influence sur le comportement rhéologique de la suspension et que, inversement, la rhéologie du matériel influence l'OPF des cristaux (*Nicolas, 1992*), peu d'études ont étudié l'interrelation rhéologie – structures des suspensions.

1. Approche naturelle

Les OPF d'une suspension magmatique partiellement cristallisée sont généralement acquises lors de la mise en place de celle-ci. Ceci est particulièrement bien illustré au sein des dômes et des coulées de lave. Ces fabriques se développent par rotation des cristaux au cours de l'écoulement de la suspension (*Merle, 1998; Castro et al., 2002; Iezzi et Ventura, 2002; Buisson et Merle, 2004*). Ce mécanisme est aussi valable pour les OPF parfois observées au sein des systèmes plutoniques. Ces fabriques sont généralement interprétées comme la conséquence des contraintes tectoniques régionales subies par le pluton lors de sa mise en place et de sa cristallisation (*Gleizes et al., 1997; Benn et al., 2001*). La figure I.17 illustre quelques exemples de structures magmatiques.





<u>Figure I.17</u> : Illustration de structures magmatiques. A gauche, organisation structurale de feldspath dans une coulée trachytique (*Smith., 2002*). A droite, bande de cisaillement marquée par l'orientation des phénocristaux de feldspath potassique au sein d'un granite (*Sen et Mamtani., 2006*).

Quelques études ont essayé d'interpréter les fabriques magmatiques dans des systèmes plutoniques en relation avec la rhéologie du système (*Paterson et al., 1998; Vernon, 2000; Petford, 2003*). Ils ont montré que ces fabriques enregistrent mal la déformation totale car elles peuvent être facilement annulées et recréées, notamment par les différents épisodes rhéologiques successifs enregistrés par la suspension lors de sa cristallisation. Les fabriques n'enregistreraient en fait que les derniers instants de la déformation correspondant à la mise en place des magmas et ne préserveraient donc que peu, ou pas, l'évolution magmatique précoce. Par conséquent, il ne serait pas toujours évident d'interpréter les structures observables sur le terrain en terme d'indicateur rhéologique puisque les fabriques ne préservent, dans ce schéma, que le dernier stade de la déformation lors de la cristallisation alors que la rhéologie change suivant la cristallinité de la suspension. Ainsi, on pourra se demander si les alignements de cristaux traduisent plutôt une rhéologie de type Newtonienne, de Bingham ou viscoplastique (*Petford, 2003*)?

Des travaux ont aussi été réalisés sur la relation entre les structures observées sur des roches naturelles volcaniques, telles que des trachytes, et leur comportement rhéologique. La compilation de données faite par *Smith (1997)* a notamment suggéré que lors de la déformation, les suspensions comportant une forte proportion de cristaux subissaient une dilatance due au mouvement des particules les unes par rapport aux autres. Ce mouvement

relatif et les interactions entre les cristaux vont induire une résistance de la suspension vis à vis de la déformation. Cette dilatance est alors associée à un comportement rhéologique de type rhéoépaississant (*shear thickening*), défini par une augmentation de la viscosité avec une hausse de la vitesse de déformation due à la résistance de la suspension vis à vis de la déformation. Il en découle donc que, lors de la cristallisation, le comportement rhéologique de type rhéofluidifiant (*shear thinning*), défini par une baisse de la viscosité avec une hausse de la vitesse de déformation, observé pour les magmas à faible cristallinité, va progressivement être substitué en un comportement de type rhéoépaississant avec l'augmentation de la cristallinité et des interactions entre particules et va provoquer une résistance du magma à l'écoulement (*Smith, 2000*).

2. Approche expérimentale

Bien que l'importance ou l'influence des cristaux sur les propriétés rhéologiques des magmas ait été mise très précocement en évidence (*Einstein, 1906; Roscoe, 1952*), peu d'études expérimentales ont été menées par le passé sur le comportement de suspensions magmatiques partiellement cristallisées (*Shaw, 1965; Marsh, 1981; McBirney et Murase, 1984; Ryerson et al, 1988; Spera et al, 1988; Lejeune et Richet, 1995*).

Cependant, ces 10 dernières années, plusieurs expériences ont porté sur la relation entre rhéologie et microstructures, notamment grâce au développement d'une presse permettant d'effectuer des déformations coaxiales et/ou en torsion, à haute pression et haute température (Presse Paterson) (*Paterson et Olgaard*, 2000). Ainsi, des expériences de déformation en compression sur des agrégats de plagioclases partiellement fondus (*Dimanov et al., 1998, 1999, 2000*) et poly-cristallins (*Dimanov et al., 2003*) ont été réalisées pour mieux comprendre les mécanismes de déformation de la croûte continentale. Des expériences de déformation en torsion sur des agrégats monominéraux de calcite (*Casey et al., 1998; Pieri et al., 2001*), de dolomite (*Piane et al., 2007*) et sur des agrégats poly-cristallins d'aragonite, (*Rybacky et al., 2003*) et de calcite – anhydrite (*Barnhoorm et al., 2005*) ont été réalisées afin d'étudier le comportement de roches carbonatées soumis à déformation telles que les mylonites. Des expériences sur des agrégats de quartz en présence d'eau (*Bauer et al., 2003*) ou baignant dans un liquide de composition granitique (*Mecklenburgh and Rutter, 2003*) ont été réalisées afin de mieux comprendre le transfert des fluides dans des roches ultra déformées et leur importance sur les mécanismes de

déformation. Des expériences de déformation sur des agrégats d'olivine (*Bystricky et al., 2000*), d'olivine synthétiques en présence de liquide basaltique (*Hirth et Kohlstedt, 1995a,b*), de magnésiowüstite (*Heidelbach et al., 2003*), de clinopyroxène (*Bystricky et Mackwell, 2001*), de lherzolites partiellement fondues (*Zimmerman et Kohlstedt, 2004*), d'olivine – magnésiowüstite (*Bystricky et al., 2006*) et d'olivine – spinelle (*Mecklenburgh et al., 2006*) ont été réalisées afin de mieux comprendre les mécanismes de déformation engendrés dans le manteau supérieur. *Hirose et al., (2006)* ont effectué des expériences de déformation portant sur la déshydratation de serpentinite en olivine + talc + eau afin de mieux comprendre l'influence de cette réaction lors de la subduction de la lithosphère océanique.

Ce n'est que très récemment que des expériences de déformation en torsion en presse Paterson ont été effectuées sur des matériaux synthétiques magmatiques. Champallier et al. (2008) se sont intéressés au comportement rhéologique de suspensions de grains d'alumine dans un liquide silicaté de composition haplogranitique déformées en torsion entre 475°C et 1000°C et pour un cristallinité allant jusqu'à 76% de cristaux. Ils ont proposé une équation permettant de calculer la viscosité en fonction de différents paramètres tels que la température, la fraction cristalline et la contrainte appliquée. Dans le même temps, Arbaret et al. (2007) se sont focalisés sur le comportement structural de ces dites suspensions sur toute la gamme de cristallinité. Ils ont constaté une déviation du comportement newtonien de la suspension pour 16% de cristaux et une légère hausse de la viscosité apparente jusqu'à 54% de cristaux. Cette hausse est associée à une direction uni-modale parallèle à la direction de cisaillement des cristaux ce qui confirme les conclusions obtenues par Arbaret et al. (1996) et Fernandez et Catuxo (1997). Entre 54% et 65% de cristaux, ils observent une hausse de la viscosité de 1,5 ordre de grandeur. Cette valeur est plus faible que celle obtenues par Rosenberg et Handy (2005) qui proposait une hausse de 4 ordres de grandeur. Cette hausse est associée à une inter-connectivité de la phase solide et correspondrait à la définition de la RCMP.

Caricchi et al. (2007) ont étudié le comportement rhéologique d'une suspension contenant entre 50% et 80% de cristaux de quartz et déformée en torsion entre (500°C et 900°C) pour différentes vitesses de déformation. En s'appuyant sur les données existantes entre 0% et 30% de cristaux, ils ont ainsi proposé un modèle semi-empirique qui décrit la viscosité d'une suspension de 0% et 80% de cristaux.

Toutes ces expériences sont effectuées avec des cristaux très faiblement anisotropes. Or l'influence du rapport de forme des cristaux sur le comportement mécanique et le

26

développement des structures est primordiale. Ainsi *Saar et al. (2001)* montre que suivant les tailles et formes des objets, la fraction cristalline critique pour laquelle se forme un réseau cristallin est très variable. Pour des objets cubiques, cette fraction cristalline est d'environ 22% alors que pour des cristaux de plagioclases très anisotropes (rapport de forme de 1 : 4 : 16) elle est d'environ 8%.

III. Conclusions et démarche expérimentale de ce travail

L'ensemble de ces données montre que le comportement des liquides silicatés ainsi que celui des suspensions à faibles cristallinités et des roches partiellement fondues a été extensivement étudié. Tous ces résultats ont mis en évidence la présence d'une transition rhéologique et structurale entre 40% et 80% de cristaux, dont les limites sont encore débattues et qui souffre de l'absence de données expérimentales systématiques. Une raison qui expliquerait la difficulté pour bien contraindre cette transition est qu'elle dépend de nombreux paramètres tels que la viscosité du liquide mais aussi de la taille et de la distribution des cristaux et enfin de l'orientation de la fabrique cristalline. De plus, les expériences effectuées en déformation ne se sont, pour la plupart, intéressées qu'au comportement mécanique et structural de roches carbonatées, quartziques ou encore mantelliques. Ce n'est que très récemment que des expériences ont étudié le comportement rhéologique et structural de suspensions magmatiques. Cependant, ces études ne tiennent pas compte de la taille et de la forme des cristaux, qui sont des paramètres importants dans la déformation des suspensions.

Il apparaît au travers de ces résultats que la modélisation du comportement rhéologique des suspensions solides sur toute la gamme de cristallinité est un sujet complexe. De nombreuses données restent encore à acquérir, notamment entre 40% et 80% de cristaux, qui représente une gamme de cristallinité pertinente pour la majorité des éruptions explosives (*Rosi et al., 1993; Rutherford et al., 1993; Bachmann et al., 2002*) mais qui reste peu explorée. L'étude expérimentale constitue l'approche la plus rigoureuse pour tester ce domaine de cristallinité de manière contrôlée en terme de déformation *in-situ* et de conditions magmatiques (pression, température, composition chimique des suspensions) permettant ainsi la détermination de la rhéologie des suspensions cristallines et aussi l'observation des microstructures générées lors de la déformation.

Cette étude se propose d'étudier expérimentalement les propriétés rhéologiques couplées à l'évolution structurale de magmas siliceux partiellement cristallisés et hydratés aux moyennes et fortes cristallinités correspondants au domaine des transitions rhéologiques et/ou structurales.

Ce manuscrit se compose de 6 chapitres. Après le présent chapitre présentant la problématique de ce sujet d'étude, l'appareillage utilisé est présenté dans le chapitre II. Celuici décrit les caractéristiques techniques des outils expérimentaux, et notamment les conditions de déformation liées à la presse Paterson. Les méthodes d'analyse et de caractérisation (texturale et chimique) des échantillons seront aussi présentées ainsi que les techniques analytiques utilisées pour la détermination des OPF des fabriques et des cristaux.

La première partie du chapitre III est consacrée à la détermination d'une composition chimique de départ répondant aux critères utiles à ces travaux de recherche. Le but de cette étude étant, en partie, d'étudier l'évolution structurale d'une suspension magmatique partiellement cristallisée, il semble nécessaire de cristalliser des particules anisotropes et magmatiques qui permettront aux OPF de se développer. La seconde partie est dédiée à la caractérisation chimique et texturale des différentes suspensions cristallisées initiales non déformées, qui serviront de produit de départ pour les futures expériences de déformation.

Le chapitre IV présente les données mécaniques ainsi que les fabriques obtenues pour une suspension déformée en compression et contenant environ $\phi_s = 0,38$.

Le chapitre V, qui constitue la majeure partie de cette étude, présente les données mécaniques ainsi que les fabriques cristallines obtenues lors de la déformation en torsion de suspensions contenant $\phi_s = 0,50, 0,52, 0,58, 0,62$ et 0,75. Les résultats montrent le comportement rhéologique de ces suspensions en fonction de la vitesse de cisaillement et du taux de déformation et présentent l'évolution des microstructures associées se développant au sein des échantillons.

La discussion de tous les résultats obtenus en termes de comportement mécanique, d'évolution structurale et de lien entre ces deux grandeurs fait l'objet du chapitre VI. A la fin de ce chapitre, une discussion sur les implications de ces résultats au transport et à la mise en place des magmas en surface est présentée.

Méthodes expérimentales et techniques analytiques

METHODES EXPERIMENTALES ET TECHNIQUES ANALYTIQUES

I. Autoclave à chauffage interne

Tous les produits de départ pour les expériences de déformation ont été synthétisés dans un autoclave à chauffage interne. C'est une enceinte haute pression, comprimée à l'argon, constituée de deux cylindres emboîtés (figure II.1.a). Entre les deux cylindres serpente un circuit de refroidissement à eau (figure II.1.b). Le four constitué par un double enroulement de résistance en Kanthal est situé à l'intérieur de l'autoclave. Les conditions de pression et température pouvant être atteintes sont de l'ordre de 1 GPa et 1400°C. L'autoclave est fermé par deux obturateurs permettant d'assurer l'étanchéité. Un obturateur de pression est situé à l'arrière de l'autoclave et permet l'arrivée du gaz. L'obturateur situé à l'avant permet le passage des thermocouples, de l'alimentation du four et du système de trempe rapide.

Les thermocouples utilisés sont des thermocouples doubles (5 cm d'espacement entre les deux points de lecture) de type K (Nickel/Chrome – Nickel/Aluminium). Ils sont entourés de laine de silice qui va jouer un rôle d'isolant thermique permettant de réduire la convection thermique et de bien localiser la zone laboratoire du four (point chaud). C'est dans cette zone isotherme (environ $\pm 1^{\circ}$ C) obtenue entre les deux points de lecture que les capsules contenant les échantillons sont placées (figure II.2).



<u>Figure II.1</u>: Schémas d'un autoclave à chauffage interne. (a) Vue d'ensemble en coupe de l'autoclave. (En bleu, l'enceinte haute Pression, en rouge: le four, en vert: les obturateurs, en jaune: les bouchons). (b) Coupe longitudinale de l'enceinte Haute Pression. (En rouge: le cylindre externe, en bleu: le cylindre interne, en noir: le circuit de refroidissement) (d'après *Champallier*, 2005)



<u>Figure II.2</u> : Disposition schématique des thermocouples et de la capsule par rapport à la zone isotherme du four.

L'autoclave est ensuite mis sous pression jusqu'à environ 200 MPa d'argon puis le four est mis sous tension. La montée en température va nous permettre d'atteindre la pression voulue par simple expansion thermique de l'argon. A la fin de la synthèse, l'alimentation du four est coupée mais la pression est, elle, maintenue constante afin d'éviter toute formation de bulles lors du refroidissement (trempe isobare). Compte tenu de la taille des capsules, il n'est pas possible d'effectuer de trempe rapide dans l'autoclave (*Roux et Lefèvre, 1992; DiCarlo et al., 2006*). La vitesse de refroidissement est donc la vitesse de refroidissement du four (100°C/minute). Une fois la température inférieure à la température de transition vitreuse du verre de l'échantillon (typiquement 200°C), l'autoclave est alors décomprimé et l'échantillon ressorti.

II. La presse Paterson

1. L'outil expérimental

L'outil expérimental utilisé pour les expériences de déformation est une presse de type Paterson (figure II.3).



Figure II.3 : Photographies de la presse Paterson. A gauche, face avant et à droite, face arrière.

C'est un autoclave cylindrique monobloc comprimé sous argon pouvant atteindre une pression maximale de l'ordre de 7 kbar (700 MPa). Cet autoclave à chauffage interne comprend un four Molybdène à trois enroulements qui permet d'atteindre des températures allant jusque 1300°C. En dessous du four se situe une cellule de mesure interne qui permet de lire soit la force (N) appliquée à l'échantillon en déformation coaxiale, soit le moment (N.m) appliqué lors de déformations en torsion.

La température est lue à l'aide d'un thermocouple de type K qui passe au travers de la colonne-échantillon pour se retrouver au contact du spacer haut et donc tout proche de notre échantillon (figure II.4).

2. Montage de la colonne-échantillon

L'assemblage de la colonne-échantillon consiste en un empilement de cylindres de divers matériaux d'environ 14,9 mm de diamètre dans une jaquette de métal de 14,9 mm de diamètre interne et de 15,3 mm de diamètre externe. Les faces des cylindres doivent être parfaitement planes, parallèles entre elles et perpendiculaires par rapport à l'axe de la jaquette pour assurer un bon contact entre elles.

L'échantillon utilisé pour les expériences de déformation coaxiale ou en torsion est donc lui aussi de forme cylindrique. Il est ensuite inséré au milieu de la colonne de déformation. Des alumines d'environ 3 mm d'épaisseur (*spacer*) viennent de part et d'autre de l'échantillon puis des pistons d'alumine d'environ 50 mm de long et enfin des pistons de zircone partiellement stabilisée (PSZ) sont placées et vont jouer un rôle d'isolant thermique. Enfin, un piston d'entrainement est placé en haut de la colonne afin de faire le lien avec le moteur de déformation et un piston d'acier est placé en bas de la colonne et va s'engrainer dans la cellule de mesure (figure II.4).



<u>Figure II.4</u>: Illustrations de la colonne-échantillon. (a) Photographie d'une jaquette Fe-Cu et de l'assemblage de la colonne-échantillon. (b) Coupe de la colonne-échantillon montée dans la jaquette. Fe=fer, Cu=cuivre, Ag=argent, PSZ = Zircone partiellement stabilisée, Al = alumine, sp = spacer (d'après *Champallier (2005)*).

Aux températures expérimentales utilisées (entre 800°C et 900°C), l'échantillon est moins résistant que l'assemblage d'alumine environnant et « encaisse » la déformation. Pour une déformation co-axiale, aucune partie de la colonne-échantillon n'est mobile et la déformation s'effectuera par aplatissement de l'échantillon. Pour une déformation en torsion, la partie basse de la colonne est fixe et seule la partie haute est mobile. La déformation est alors « encaissée » par rotation de l'échantillon. Si la résistance de l'échantillon vient à se rapprocher de celle des alumines, il est possible d'engendrer une déformation au niveau des contacts entre les alumines se traduisant par un glissement des pistons entre eux et conduisant à une non déformation de l'échantillon (figure II.5).



<u>Figure II.5</u>: Glissement à l'interface entre le disque d'alumine et l'échantillon (modifié d'après *Arbaret et al.*, 2007).

3. Choix de la jaquette

Les expériences réalisées par différents auteurs sur des presses Paterson montrent que deux types de jaquettes sont couramment utilisés : les jaquettes en cuivre (*Arbaret et al, 2007; Champallier et al, 2007*) et les jaquettes en fer (*Paterson et Olgaard, 2000; Pieri et al., 2001; Arbaret et al., 2007*).

Les jaquettes de cuivre sont utilisées pour des expériences à « moyennes et basses températures ». Le cuivre ayant son point de fusion à 1084°C, à 1 atm, il intervient peu dans la réponse mécanique d'ensemble à ces températures. De plus, il offre l'avantage d'être très peu réactif vis-à-vis des liquides silicatés. Ainsi les échanges chimiques entre la jaquette et l'échantillon sont quasi absents sur les quelques heures de l'expérience. Cependant le cuivre est un bon conducteur de chaleur et ceci peut poser deux problèmes: tout d'abord la calibration du four (localisation du point chaud) est difficile à obtenir car la chaleur aura tendance à s'évacuer vers les extrémités de la jaquette. Ensuite, en raison de ces transferts thermiques, certaines pièces de la machine, telles que la cellule de mesure par exemple, encourent le risque d'être surchauffées avec la possibilité d'entraîner des dégâts matériels.

Le second type de jaquette utilisé est la jaquette en fer. Elle est utilisée pour des hautes températures, par exemple pour celles supérieures au point de fusion du cuivre (le point de fusion du fer est 1535°C à 1 atm). Le fer est un moins bon conducteur thermique que le cuivre et conduira donc moins la chaleur vers les parties hautes et basses de la colonne. Ceci facilitera la stabilisation du point chaud pour les expériences. Cependant, le fer est très réactif vis-à-vis des éléments constitutifs des liquides silicatés. Lors des expériences, il se produit

alors un échange chimique entre le fer et l'échantillon qui va amener à une dissolution de la jaquette par le liquide silicaté. Ceci peut s'avérer catastrophique car il conduit à une ouverture de la jaquette portant l'échantillon directement au contact du four (figure II.6.b). Pour résoudre ces problèmes, il est possible de placer une fine feuille de métal inerte (de l'or ou du platine par exemple) entre l'échantillon et la jaquette afin d'éviter tout contact entre eux (figure II-6.a)



<u>Figure II.6</u>: Agencement et effet d'une feuille de métal inerte autour de l'échantillon. (a) Arrangement respectif de l'échantillon, de la jaquette et de la feuille de métal (ici du platine) servant à protéger la jaquette de l'interaction avec l'échantillon. (b) Etat de l'échantillon après expérience de déformation sans feuille de platine (à gauche) et avec feuille de platine (à droite) (modifié d'après *Champallier* (2005)).

Un problème majeur avec l'utilisation d'une jaquette en fer pour la déformation de matériaux peu visqueux porte sur l'influence de la jaquette elle-même sur les réponses mécaniques. Il est possible que la jaquette soit mécaniquement plus résistante que l'échantillon. La déformation de l'échantillon résultera alors des effets combinés de la jaquette et des conditions appliquées (figure II.7). Ceci va conduire à une réponse rhéologique et des microstructures qui ne seront pas dues à l'échantillon uniquement. Il est donc très important d'adapter la jaquette en fonction de l'échantillon et des conditions expérimentales appliquées.



<u>Figure II.7</u>: Influence d'une jaquette en fer sur les déformations en torsion. En haut, déformation contrôlée par la jaquette. En bas, déformation contrôlée par l'échantillon. Les schémas montrent la déformation hétérogène liée à une déformation contrôlée par la jaquette (cisaillement simple + compression/extension) et une déformation homogène contrôlée par l'échantillon (cisaillement simple) (*Barhoorn et al., 2005*)

Nos expériences de déformation se situant entre 800°C et 900°C, il est préférable d'utiliser une jaquette de cuivre. Cependant, pour palier au problème lié à la perte de chaleur par le cuivre, nous avons décidé de réaliser les parties hautes et basses de la jaquette en fer (figure II.4). Ainsi, la chaleur reste concentrée sur la partie centrale de la jaquette et permet d'établir une zone chaude isotherme, tout en nous affranchissant des problèmes d'interaction chimique entre l'échantillon et le fer. De plus, la contribution mécanique du cuivre sur la déformation de l'échantillon est faible et on peut montrer que son influence sur la déformation de l'échantillon est négligeable.

Afin de réaliser l'assemblage de la jaquette, les deux parties cuivre et fer ont été assemblées entre elles par une brasure haute température à base d'argent dont la température de fusion est supérieure à celle de nos expériences (figure II.4).

4. Déroulement des expériences

Une fois la colonne-échantillon placée au sein de l'autoclave, celui-ci est mis sous pression à l'aide de deux compresseurs. Le premier fonctionne à air comprimé et permet d'atteindre des pressions de l'ordre de 100 MPa. Il est ensuite relayé par un second piston, fonctionnant par pression d'huile, et pouvant atteindre des pressions de 700 MPa. Dans notre cas, la pression a été égale à 300 MPa pour toutes les expériences. La température est ensuite progressivement augmentée (800°C/h) jusqu'à la température voulue. La pression supplémentaire engendrée par la montée en température est évacuée régulièrement par une vanne d'échappement de manière à toujours maintenir la pression constante. Les expériences ont toujours été menées dans les conditions de pression et température identiques à celles des synthèses des échantillons. Une fois ces conditions obtenues, un minimum de 15 minutes est laissé avant de débuter l'expérience pour permettre une bonne stabilisation du point chaud. L'expérience est ensuite démarrée. Le temps nécessaire à la déformation est fonction de la vitesse de déformation appliquée et du taux de déformation voulu. Dans notre cas, ce temps va d'environ 8 minutes à 14 heures. La réponse de l'échantillon vis-à-vis de la contrainte de déformation appliquée, le déplacement angulaire, la pression, la température sont enregistrés en temps réel sur un ordinateur.

En fin d'expérience, les contraintes appliquées sur l'échantillon sont relaxées. Afin d'éviter la formation de bulles par exsolution de l'eau lors du refroidissement et de la baisse de pression, le refroidissement est effectué en conditions isobares jusqu'à environ 200°C.

Une fois la pression et la température revenues aux conditions atmosphériques, la colonne est sortie de l'autoclave. Afin de préserver au mieux l'intégrité de l'échantillon, celui-ci n'est pas extrait de la jaquette de cuivre qui l'entoure. La méthode consiste à enlever les portions de jaquette qui entourent les pistons d'alumine et de PSZ au dessus et en dessous de l'échantillon afin de ne laisser que l'ensemble *spacer*-échantillon entouré du cuivre.

5. Types d'expériences

Les expériences de déformation réalisées peuvent être de deux types (figure II.8). Le premier type correspond à des déformations par palier de vitesse (en anglais *stepping step*). Plusieurs vitesses de déformation sont successivement appliquées à un même échantillon, celui-ci étant relaxé entre chaque vitesse de déformation. L'avantage de ces expériences est qu'elles permettent de déterminer le comportement rhéologique des suspensions (courbe rhéologique,

exposant de contrainte, viscosité apparente) avec un seul échantillon. L'inconvénient est que l'étude des microstructures est sommaire puisqu'il sera impossible de déterminer l'influence de la vitesse de déformation et du taux de déformation fini sur le développement de celles-ci. Le second type correspond à des déformations plus classiques où l'échantillon sera déformé à vitesse constante. Le taux de déformation peut alors être variable. Ces expériences permettent de quantifier l'influence de la vitesse de déformation et du taux de déformation fini sur le développement des microstructures. L'inconvénient est qu'il faudra répéter un grand nombre d'expériences pour obtenir une bonne caractérisation du comportement rhéologique de la suspension et des microstructures associées.



<u>Figure II.8</u>: Schéma représentant les deux types d'expériences réalisées dans ce travail. A gauche, les déformations par palier de vitesse et à droite les déformations "classiques".

Dans le cadre de cette étude, les expériences à faibles et fortes cristallinités ont été réalisées par palier de vitesse. Ces expériences ont pour principal but de déterminer le comportement rhéologique des suspensions. Les microstructures développées seront tout de même étudiées. Les expériences à moyennes cristallinités ont été réalisées de manière plus classique pour permettre une bonne quantification de l'influence de la vitesse de déformation sur le développement des microstructures.

III. Modes de déformation

1. Déformation coaxiale

Pour des déformations coaxiales, un moteur situé en dessous de l'autoclave applique la force nécessaire à la déformation de l'échantillon (figure II.9). La contrainte est alors transmise par le biais du piston de transmission et de la cellule de mesure interne jusqu'à la colonne-échantillon. Afin d'assurer l'étanchéité du passage du piston de transmission à l'intérieur de l'obturateur, de nombreux joints dynamiques ont été placés.

Une seconde cellule de mesure, dite externe, située sous l'autoclave va permettre de mesurer le déplacement du piston et par conséquent la déformation de l'échantillon ainsi que la force appliquée par le moteur. Il est à noter que la force mesurée par ces deux cellules de mesures n'est pas égale, la différence entre ces deux forces correspond aux frottements des joints dynamiques.

La taille maximale de l'échantillon est d'environ 20 mm de hauteur. Cependant cette taille est surtout contrainte par la taille de la zone isotherme au sein du four. La déformation maximale pouvant être subie par l'échantillon est égale à environ 30% de sa hauteur. La résolution de déplacement est de 1 μ m. La force pouvant être appliquée sur l'échantillon est comprise en 10^2 et 10^5 N et est lue par la cellule de mesure interne avec une résolution de 10 N. La vitesse de déformation applicable à notre échantillon par ce mode de déformation est comprise entre 10^{-2} s⁻¹ et 10^{-7} s⁻¹.

Ainsi, la gamme de viscosité mesurable est comprise entre 10^{9,1} et 10^{17,6} Pa.s

Ce mode de déformation permet d'étudier la rhéologie des magmas sous pression contrôlée et son évolution en fonction de la cristallisation de phases minérales et/ou de l'apparition et la déformation des bulles.



Figure II.9 : Schéma de l'intérieur d'une presse Paterson avec module de compression (d'après Champallier, 2005)

2. Déformation en torsion

La déformation en torsion repose sur un module de torsion guidé par un servo-moteur situé au dessus de l'autoclave (figure II.10). Le mouvement angulaire de l'échantillon est mesuré grâce à un convertisseur de déplacement rotatif placé au sommet du module de torsion. La déformation est transmise à la demi-colonne haute. La demi-colonne basse étant fixe, c'est l'échantillon qui va accommoder toute la déformation. La transmission de la contrainte se fait par le biais d'un système d'engrenage situé au niveau de la tête de torsion de la colonne-échantillon. Tout comme en déformation coaxiale, le passage de ce système d'engrenage à travers l'obturateur nécessite l'utilisation de joints dynamiques afin d'assurer l'étanchéité.

Le déplacement pouvant être subi par l'échantillon est théoriquement infini par ce mode de déformation. La résolution de déplacement est de 0,001 radian. Le moment enregistré par la cellule de mesure interne est compris entre 1 et 1000 N.m avec une résolution de 0,1 N.m. La vitesse de déformation applicable à notre échantillon par ce mode de déformation est comprise entre 10^{-3} s⁻¹ et 10^{-7} s⁻¹.

Ainsi, la gamme de viscosité mesurable est comprise entre $10^{9,1}$ et $10^{16,6}$ Pa.s.

Ce mode de déformation permet de simuler les grands écoulements magmatiques au cours desquels les structures magmatiques telles que les fabriques minérales et les déformations localisantes se développent.



Figure II.10: Schéma de l'intérieur d'une presse Paterson avec module de torsion (d'après *Champallier, 2005*)

3. Cellule de mesure dite « haute sensibilité »

Pour mesurer des forces et des moments beaucoup plus faibles, utiles notamment pour des matériels très peu visqueux, une autre cellule de mesure interne, dite de « haute sensibilité », est disponible. Elle permet d'enregistrer des forces comprises entre 10 N et 1000 N en compression et des moments compris entre 0,1 et 10 N.m avec une résolution inférieure à 0,1 N.m. La gamme de viscosité alors mesurable en compression est comprise entre $10^{7,1}$ et $10^{14,6}$ Pa.s et en torsion entre $10^{8,1}$ et $10^{14,6}$ Pa.s (figure II.11).



<u>Figure II.11</u>: Domaines des viscosités mesurables suivant les différentes cellules de mesures en fonction de la vitesse de déformation.

4. Relations mathématiques en déformation

Ce paragraphe regroupe les notions mathématiques permettant le calcul des différents paramètres utilisés pour l'exploitation des données (*Paterson et Olgaard, 2000*).

a. Vitesses et taux de déformation

Les échantillons utilisés lors des expériences de déformation sont de forme cylindrique. Le rayon est noté R, le diamètre d, la hauteur l et l'angle formé lors de la torsion θ (figure II.12).



<u>Figure II.12</u> : Schéma d'un échantillon subissant une rotation d'un angle θ (*Champallier*, 2005).

La presse Paterson nous donne en temps réel les valeurs de déplacement angulaire θ . Il est alors possible de calculer le taux de déformation maximal (γ) enregistré au cours d'une expérience par l'équation suivante :

$$\gamma = \frac{R\theta}{l}$$
 Eq. II.1

En dérivant le déplacement angulaire θ par rapport au temps, il est possible de recalculer la vitesse angulaire $\dot{\theta}$ appliquée à notre échantillon. Connaissant le rayon et la hauteur de notre échantillon, il nous est alors possible de recalculer la vitesse de déformation $\dot{\gamma}$ par l'équation :

$$\dot{\gamma} = \frac{R\dot{\theta}}{l}$$
 Eq. II.2

Au sein de l'échantillon, la vitesse de déformation ainsi que le taux de déformation ne sont pas constants : ils varient suivant le rayon du cylindre en allant d'une déformation nulle au centre de l'échantillon à une déformation maximale aux bordures. Si l'on considère la déformation homogène à travers l'échantillon, il suffit de remplacer R par r pour avoir la valeur de ces deux grandeurs en tout point du cylindre, où r correspond au rayon dudit point. Dans notre cas, c'est la valeur au maximum de la déformation qui nous intéresse. Ainsi R correspond au rayon maximum de notre échantillon.

Dans le cas de déformations en compression, le taux de déformation ε d'un cylindre de longueur *h* sous à une contrainte σ est calculé par la relation :

$$\varepsilon = \frac{dh}{h}$$
 Eq. II.3

La vitesse de déformation est alors obtenue en dérivant le taux de déformation ε par rapport du temps tel que :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\varepsilon}{dt}$$
 Eq. II.4

b. Contraintes et exposant de la loi d'écoulement

La contrainte τ subie par l'échantillon lors d'une déformation en torsion est, elle, calculée selon la formule :

$$\tau = \frac{M\left(3 + \frac{1}{n}\right)}{2\pi R^3}$$
 Eq. II.5

où M est le moment, R le rayon de notre échantillon et n l'exposant de contrainte.

Dans le cas d'une déformation coaxiale, la presse Paterson indique en temps réel la force F subie par l'échantillon. En connaissant la surface S de l'échantillon, la contrainte σ subie peut alors être calculée par la formule suivante :

$$\sigma = \frac{F}{S}$$
 Eq. II.6

La surface de l'échantillon variant durant les déformations coaxiales, il est important de la recalculée précisément.

L'exposant de contrainte n est dans notre cas une inconnue que nous cherchons à obtenir. Il se calcule par :

$$n = \frac{d \ln \dot{\theta}}{d \ln M}$$
 en torsion Eq. II.7

$$n = \frac{d \ln \dot{\varepsilon}}{d \ln \sigma}$$
 en compression Eq. II.8

En pratique, plusieurs expériences à température et pression constantes mais à vitesses de déformation variables sont réalisées sur une même gamme d'échantillon. *n* est alors la pente de la droite dans un diagramme log $\dot{\theta}$ vs log M (torsion) ou log $\dot{\varepsilon}$ vs log σ (compression).

c. Viscosités apparentes

Les viscosités apparentes des suspensions peuvent être calculées en torsion par la relation suivante :

$$\eta_{app} = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}$$
 Eq. II.9

où η_{app} est la viscosité apparente de la suspension (Pa.s), τ est la contrainte de cisaillement à un taux de déformation donnée (MPa) et $\dot{\gamma}$ la vitesse de déformation (s⁻¹).

Par analogie avec les expériences de torsion, la viscosité apparente des suspensions déformées en compression peut être calculée par l'équation suivante :

$$\eta_{comp} = \frac{\sigma}{\dot{\varepsilon}}$$
 Eq. II.10

où η_{comp} est la viscosité apparente de la suspension en compression (Pa.s), σ est la contrainte de compression à un taux de déformation donnée (MPa) et $\dot{\varepsilon}$ la vitesse de déformation linéaire (s⁻¹).

La relation mathématique qui lie ces deux grandeurs est :

$$\eta_{app} = 3\eta_{comp}$$
 Eq. II.11

d. Correction de l'effet mécanique de la jaquette

Dans le cadre de déformation en torsion, le moment à corriger lié à la déformation du cuivre (M_{corr}) est calculé par la formule suivante (*Paterson et Olgaard, 2000*) :

$$M_{corr} = \frac{\pi\tau}{4(3+\frac{1}{n})} \times \frac{d_{ext}^{(3+\frac{1}{n})} - d_{int}^{(3+\frac{1}{n})}}{d_{ext}^{(\frac{1}{n})}}$$
Eq. II.12

où d_{int} et d_{ext} sont respectivement les diamètres interne et externe de la jaquette.

Dans le cadre de déformation en compression, la force à corriger est calculée par :

$$F_{corr} = \pi \sigma \times \left(R_{ext}^2 - R_{int}^2 \right)$$
 Eq. II.13

où R_{int} et R_{ext} sont respectivement les rayons interne et externe de la jaquette.

Les paramètres τ et σ sont obtenus à l'aide des lois de puissance suivantes :

$$\dot{\gamma} = A \tau^n \exp(-Q/RT)$$
 Eq. II.14
 $\dot{\varepsilon} = A \sigma^n \exp(-Q/RT)$ Eq. II.15

où $\dot{\gamma}$ et $\dot{\varepsilon}$ sont respectivement les vitesses de déformation en torsion et en compression, *T* la température, *R* la constante des gaz parfaits, *Q* l'énergie d'activation.

Les paramètres *A* et *n* ont été dans les deux cas obtenus grâce aux lois rhéologiques existantes pour le métal utilisé (*Frost et Ashby*, 1982).

5. Préparation des échantillons pour l'observation des microstructures

a. Section d'étude

Avant de scier l'échantillon, il est judicieux de l'induire dans une résine epoxy, ceci afin d'éviter toute réduction en poussière de l'échantillon lors du découpage. Une fois cette précaution prise, l'échantillon peut être scié suivant la ou les faces que l'on veut observer. Trois sections d'étude sont couramment utilisées pour l'observation des microstructures : les plans [XZ], [YZ] et [XY] (figure II.13).



<u>Figure II.13</u> : Représentation schématique des différents plans d'étude. Dans notre cas, le plan [X,Z] sera utilisé (modifié d'après *Paterson et Olgaard, 2000*).

Dans notre cas, la section d'observation préférentielle pour les expériences en torsion sera la section [XZ] puisqu'elle représente au mieux le phénomène de cisaillement simple et aussi parce que c'est à cet endroit que la déformation est maximale (figure II.14).



<u>Figure II.14</u> : Représentation schématique du cisaillement simple en torsion. A gauche un échantillon déformé en torsion. Au milieu un schéma représentant l'échantillon avec en gris la section [XZ]. A droite, l'image MEB correspondante.

Pour la déformation en compression, la section d'étude sera le plan [YZ] afin de s'éloigner des parties bombées de l'échantillon (figure II.15).



<u>Figure II.15</u>: Représentation schématique d'une déformation coaxiale. A gauche un échantillon déformé en compression. Au milieu un schéma représentant l'échantillon avec en gris la section [YZ]. A droite, l'image MEB correspondante.

Une fois la coupe réalisée, l'échantillon est de nouveau inclus dans la résine afin de polir la face à observer.

b. Polissage des échantillons

Les échantillons sont polis en utilisant des tapis abrasifs de granulométrie décroissante (9 μ m, 6 μ m et 1 μ m). Une fois obtenu un polissage satisfaisant, l'échantillon est prêt à être caractérisé par différentes méthodes.

IV. Imagerie par Microscope Electronique à Balayage (MEB)

L'analyse structurale des échantillons a été réalisée à l'aide d'imagerie faite au microscope électronique à balayage (MEB). L'appareil utilisé au laboratoire est un JEOL JSM-6400. Deux modes d'imagerie sont possibles :

- soit par émission d'électrons secondaires (imagerie S.E.I), qui permettent de former une image dont les contrastes sont donnés grâce aux reliefs de l'échantillon
- soit par émission d'électrons rétrodiffusés (imagerie B.S.E), qui forme une image de composition chimique dont les contrastes sont donnés par les numéros atomiques moyens des phases.

Dans le cas de cette étude, seule l'imagerie par électrons rétrodiffusés a été utilisée. Ceci va permettre la reconnaissance des différentes phases cristallines présentes au sein des suspensions ainsi que les textures qui se sont développées lors des expériences. Les images acquises seront par la suite la base d'un travail d'analyse d'image à l'aide de logiciels informatiques tels que ImageJ et/ou Gimp pour des opérations basiques (seuillage, détermination des pourcentages de cristaux...) ou SPO2003 et Intercept2003 pour l'étude des fabriques cristallines. Ces logiciels sont détaillés par la suite. Ces images en microscopie à balayage sont aussi importantes pour préparer les analyses par microsonde électronique.

V. Analyse chimique ponctuelle par microsonde électronique

1. Principe de la méthode

La microsonde est un outil d'analyse non destructif qui permet de déterminer la composition d'une phase (minérale ou autre). La microsonde présente au laboratoire est une Cameca SX50
qui possède quatre spectromètres couplés au microscope, permettant de déterminer plus d'éléments en un laps de temps plus court. Dans le cadre de cette étude, 4 éléments ont été analysés (Si, Al, Na, Ca). Les phases analysées dans cette étude sont les plagioclases expérimentaux et les verres (matériaux de départ et verres expérimentaux). Pour les analyses sur les cristaux de plagioclases, le faisceau d'électron ponctuel est accéléré par une tension de 15 kV et une intensité de 6 nA. Le temps de comptage pour chaque élément est d'en moyenne 10 s sur le pic et 10 s sur le bruit de fond. Pour les analyses sur les verres résiduels interstitiels, le faisceau est défocalisé en 6 x 6 μ m. Nos verres étant hydratés, il est important de quantifier et de corriger l'influence de la migration des alcalins (Na dans notre cas) sur les résultats analytiques.

2. Correction du sodium

Des verres standards hydratés de composition $HAn_{20}Q_{15}$ (cf. Chapitre III) ont été préparées en autoclave à chauffage interne à 1200°C, 300 MPa et pour des teneurs en eau de 0%, 4%, 6% et 8%. Les teneurs en eau dans ces verres ont été vérifiées par Titration Karl Fisher (KFT). Les valeurs de 3,96% pds \pm 0,11%, 6,06% pds \pm 0,13% et 7,81% pds \pm 0,13% H₂O ont été obtenues. Ces verres ont ensuite été analysés à la microsonde électronique. En partant du principe que, théoriquement, les concentrations des différents oxydes ne varient pas lors de l'hydratation, il est possible de déterminer une courbe de calibration de la concentration du sodium en fonction de la teneur en eau. La pente de cette droite nous donne alors le facteur de correction lié à la migration du sodium lors de l'hydratation sous l'effet du faisceau de la microsonde électronique (figure II.16).



<u>Figure II.16</u> : Concentration en Na₂O des verres standards $HAn_{20}Q_{15}$ hydratés en fonction de la teneur en eau. La pente de la droite obtenue indique le facteur de correction pour la migration du sodium.

Cependant, comme la composition des verres standards $HAn_{20}Q_{15}$ hydratés n'est pas identique à celle des liquides résiduels dans nos expériences, des mesures analogues ont été effectuées sur des verres rhyolitiques de compositions voisines de celle des liquides interstitiels de nos expériences. Une droite de calibration du facteur de correction en fonction de la teneur en Na₂O a été déterminée (figure II.17). Elle permet d'estimer correctement le facteur de correction à appliquer à nos analyses de verres interstitiels.



Figure II.17 : Facteurs de correction obtenus pour différentes compositions de verres standards.

VI. Logiciels de traitement d'image Intercept2003 et SPO2003

Après acquisition des images MEB, les suspensions de plagioclases sont analysées à l'aide de logiciels informatiques. Le premier logiciel est SPO2003 (logiciel gratuit développé par P. Launeau, université de Nantes, France) qui va détecter les cristaux isolés et déterminer les classes de tailles à l'aide de la méthode des moments d'inertie (*Launeau*, 2004). On obtient alors pour chaque cristal des informations telles que les valeurs de son axe long a, son axe cours b, son rapport de forme R et son orientation α (figure II.18).



<u>Figure II.18</u> : Illustration de la méthode des moments d'inertie. A gauche, image MEB composée de plagioclases séparés manuellement puis coloriés à l'aide du logiciel SPO2003 suivant leur direction d'orientation. La rose des couleurs suivant les directions d'orientation est indiquée sur l'image. A droite, information recueillie pour un plagioclase avec a l'axe long, b l'axe court et α l'angle d'orientation par rapport à la verticale.

Si la population cristalline est trop importante alors des agrégats de cristaux vont se produire et empêcher l'analyse par moment d'inertie qui va alors mesurer l'organisation préférentielle de forme (OPF) de l'agrégat (figure II.19).



<u>Figure II.19</u> : Illustration d'une suspension fortement cristallisée et analysée par la méthode des moments d'inertie (figure II.18). Les cristaux de plagioclase ne sont pas individualisés. On constate que l'image est alors principalement constituée d'un seul agrégat de couleur bleu ciel.

Dans ce cas là nous utiliserons le logiciel Intercept2003 (logiciel gratuit développé par P. Launeau, université de Nantes, France) qui utilise la méthode des intercepts *(Launeau, 2004)*. Celle-ci permet alors de retrouver les OPF des cristaux, dans la limite où l'information portée par les contours des agrégats est suffisante pour décrire l'objet. Le principe des deux méthodes est résumé par la figure II.20.



<u>Figure II.20</u>: Schéma représentant les orientations obtenues pour un agrégat (en bleu) et des grains isolés (en vert) avec la méthode des Intercept (cadre bleu) et des moments d'inertie (cadre vert) (*Launeau*, 2004).

L'image peut au préalable être virtuellement séparée en imagettes dont le nombre est défini par l'utilisateur. On pourra aller d'une imagette (l'image entière) à 900 imagettes (30 x 30). Chaque imagette recouvre sa voisine de 50% en X et en Y. Cette division en imagette permet de mesurer les orientations des fabriques de forme locales de l'image.

La méthode des intercepts repose sur une grille tournante d'un angle α et constituée de j lignes parallèles entre elles. Pour chaque ligne, le logiciel va compter le nombre d'entrées/sorties sur un objet. Le nombre d'intercept est alors égal au nombre de changement de valeur (figure II.21). Cette opération est répétée pour chaque ligne et chaque direction α . On obtient alors une carte montrant tous les intercepts trouvés par le logiciel ce qui permet déterminer les contours des objets (figure II.22). Le pas angulaire $\Delta \alpha$ ainsi que l'espacement entre les lignes j peuvent être déterminées par l'utilisateur. Dans notre cas, un pas angulaire de 9° et un interligne de 4 ont principalement été utilisés.



<u>Figure II.21</u> : Illustration de la méthode des intercepts. Exemple d'un grille de comptage pour α =90° et α =145° sur un objet gris. Les points d'analyse en dehors de l'objet sont matérialisés par les cercles vides et à l'intérieur par des ronds pleins. Le nombre d'intercepts pour chaque pas angulaire est égal au nombre de fois que le curseur sort de l'objet multiplié par le nombre de lignes (d'après *Launeau et Robin, 1996*).



<u>Figure II.22</u> : Image MEB en électrons rétrodiffusés d'une suspension de plagioclase traitée par le logiciel *Intercept2003*. Les points verts représentent les comptages des intercepts.

Si les limites entre les objets sont petites, il est possible de régler l'interligne de manière à détecter des contours plus fins. En routine, l'interligne détecte des bords supérieurs à 4 pixels. Mais il est possible de descendre la limite de détection jusqu'à 2 pixels. De plus, cette méthode fonctionnant en niveaux de gris, il est important que le contraste entre les objets à détecter et la matrice environnante soit optimum. Pour chaque imagette prédéfinie, il est alors possible d'obtenir une ellipse des orientations moyennes de la fabrique, qui sera définie par, son axe long a, son axe court b, son excentricité r (r = a/b) et la direction de son axe long α (figure II.23). Les ellipses obtenues ainsi sont ensuite regroupées pour définir une ellipse tensorielle moyenne de la fabrique de forme définie par une excentricité moyenne tensorielle R, son axe long a, son axe court b et la direction de son axe long α (figure II.24). Les ellipses locales sont représentées en vert clair, leurs axes longs en orange et leurs axes courts en violet clair. L'ellipse tensorielle moyenne est représentée en vert foncé, son axe long en rouge et son axe court en violet foncé.



Figure II.23 : Ellipses tensorielles locales obtenues pour une image MEB en électrons rétrodiffusés d'une suspension de plagioclases, séparée en 15x15 imagettes et traitée avec le logiciel Intercept2003. L'ellipse est indiquée en bleue, l'axe long en orange et l'axe court en bleu foncé.



Figure II.24 : Ensemble des ellipses tensorielles locales de la figure II.23. Les ellipses locales sont représentées en vert clair, leurs axes longs en orange et leurs axes courts en violet clair. L'ellipse tensorielle moyenne est représentée en vert foncé, son axe long en rouge et son axe court en violet foncé. Les valeurs de son excentricité R, son axe long a, son axe court b et sa direction d'orientation par rapport à la verticale sont indiquées en haut de l'image.

Les orientations calculées par le logiciel sont données par rapport à la verticale. Pour cette étude, les orientations ont été recalculées par rapport à l'axe X pour les produits de départ non déformés, perpendiculairement par rapport à la direction de compression pour les expériences en déformation coaxiale et par rapport à la direction de cisaillement pour les échantillons déformés en torsion. De plus, les valeurs ont été définies comme étant comprises entre $-90^{\circ} < \alpha < +90^{\circ}$ (figure II.25).



<u>Figure II.25</u> : Définition des directions d'orientation utilisées dans cette étude. Les valeurs sont comprises entre $[-90^{\circ}; +90^{\circ}]$ avec 0° parallèle à la direction de cisaillement (torsion) ou perpendiculaire à la direction de compression (coaxiale) ou parallèle à l'axe X (produits non déformés).

VII. Mesures des orientations cristallographiques par EBSD

La diffraction d'électrons rétrodiffusés (en anglais *Electron BackScattered Diffraction* EBSD), aussi connue sous le nom de diffraction rétrodiffusée de Kukuchi (en anglais *Backscatter Kikuchi Difffraction* BKD), est une technique de diffraction qui permet d'obtenir des informations texturales sur les cristaux telles que la symétrie, la qualité et l'orientation du réseau cristallin. Ainsi on pourra utiliser cette technique pour déterminer l'orientation cristallographique d'une structure monocristalline, la désorientation entre les grains d'un polycristal ou bien encore le taux de déformation d'un cristal.

Cette technique nécessite l'utilisation d'un microscope électronique à balayage équipé d'un écran phosphorique placé en face de l'échantillon. L'échantillon poli est placé au sein de la chambre et est incliné d'un angle de 70° tourné vers l'écran. Un faisceau d'électrons vient

alors percuter la surface de l'échantillon. Suivant la loi de Bragg ($2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda$; avec d_{hkl} la distance entre les plans réticulaires d'indices hkl, θ l'angle de Bragg, λ la longueur d'onde des électrons et *n* un entier), certains électrons vont interagir avec les plans atomiques de l'échantillon et être rétrodiffusés. Ces électrons rétrodiffusés sont alors captés par l'écran de phosphore qui va fluorescer (figure II.26).

Le pattern de diffraction ainsi obtenu est appelé EBSP (Electron BackScattered Pattern) et est l'équivalent rétrodiffusé des patterns classiques de Kikuchi observés en transmission (figure II.27). Il consiste en une série de bandes qui correspondent chacune à un plan $\{hkl\}$ particulier. La largeur des bandes est inversement proportionnelle à la distance entre les plans réticulaires et peut donc être utilisée, avec l'angle entre les bandes, pour indexer les patterns de diffraction. On peut donc déterminer l'orientation cristalline pour des paramètres de réseau connus.





<u>Figure II.26</u> : Représentation schématique du principe de la méthode EBSD/EBSP.

<u>Figure II.27</u>: Exemple de pattern obtenu par EBSP. Les bandes représentent les bandes de Kikuchi.

A l'aide de trois bandes, on peut alors déterminer l'orientation d'un axe de zone par rapport à un repère lié à l'échantillon. En répétant cette opération à l'aide d'un logiciel informatique, on pourra indexer toute la figure et ainsi déterminer la symétrie du cristal et son orientation.

Les résultats obtenus pour chaque face cristalline hkl sont ensuite reportés dans des figures de pôle (figure II.28).

Pour cette étude, les mesures ont été effectuées au *Bayerisches Geoinstitut* (BGI) à Bayreuth (Allemagne). La machine utilisée est un JEOL JXA-8200. Dans notre cas, les mesures sont

effectuées sur des cristaux de plagioclase. Le but de ces mesures est de comparer les orientations préférentielles de forme en 2-D obtenues à l'aide des logiciels Intercept2003 et SPO2003 avec les orientations préférentielles cristallographiques en 3-D obtenues par mesures EBSD. Les plans {001}, {010} et {100} seront utilisés, avec le plan {010} correspond à la face d'allongement maximum des cristaux.



<u>Figure II.28</u> : Exemple de figures de pôle du plan $\{010\}$ obtenues sur une suspension de plagioclase. A gauche, les valeurs reportées dans un hémisphère inférieur. Au milieu, représentation de ces mêmes valeurs par traçage de contour d'iso-valeur. A droite, barre d'échelle indiquant les valeurs des couleurs utilisées. N représente le nombre de mesures, min = valeur d'intensité minimale, max = valeur d'intensité maximale.

VIII. <u>Détermination des teneurs en eau par microspectroscopie</u> <u>Raman</u>

1. Principe de la méthode

La spectrométrie Raman est une technique d'analyse moléculaire non destructive qui exploite une interaction lumière-matière. Lorsqu'on éclaire un échantillon par une source monochromatique, une petite partie de la lumière est diffusée de façon non élastique dans toutes les directions de l'espace, c'est-à-dire que la collision des photons énergétiques avec la matière s'accompagne d'un échange d'énergie formant des ondes diffusées de longueur d'onde différente de l'onde incidente : c'est l'effet Raman (figure II.29). Elle est préférentiellement enregistrée perpendiculairement à la direction de la source. Les diffusions élastiques de la lumière, sans échange d'énergie entre la matière et les photons incidents, sont, quant à elles, dites de Rayleigh.



Figure II.29 : Schéma de l'effet Raman

Le spectre de diffusion Raman comporte un certain nombre de raies dont les fréquences (le plus souvent exprimées en nombre d'onde, en cm⁻¹) sont reliées aux vibrations se produisant dans l'échantillon et dépendent des distances et des forces interatomiques, de la masse des atomes, des structures dans lesquelles ils sont engagés etc. L'ensemble conduit à un spectre, véritable empreinte structurale du composé étudié. Le but de cette utilisation est de déterminer les teneurs en eau dans les verres résiduels. L'élément étudié étant l'eau, le domaine d'étude se situera entre -3400 et -3800 cm⁻¹.

Les mesures ont été réalisées à l'Institut des Sciences de la Terre d'Orléans (ISTO) sur un spectromètre DILOR XY 800 avec une puissance laser de 100 mW, une fente d'entrée de 100 μ m et une fente de sortie de 120 μ m, un trou confocal de 200 μ m et enfin un temps de comptage pour chaque analyse de 600 s.

L'identification se fait généralement par comparaison avec des spectres de références. Dans notre cas, des verres hydratés ont été synthétisés pour servir de témoin.

2. Microscopie Raman sur les verres standards hydratés

Des spectres ont tout d'abord été obtenus sur les verres standards $HAn_{20}Q_{15}$ hydratés (cf. Chapitre III pour la détermination de la composition chimique du verre utilisé). Chaque échantillon a fait l'objet de 8 mesures dispersées sur l'ensemble de l'échantillon afin d'assurer une bonne homogénéité des mesures. A l'aide de ces 8 spectres, un spectre moyen a pu été établi pour chaque échantillon (figure II.30).



Les valeurs d'intensité moyennes sont d'environ 240 pour le standard à 4%, de 295 pour le standard à 6% et de 340 pour le standard à 8%. On peut alors établir une courbe de calibration des intensités mesurées en fonction des teneurs en eau déterminées par KFT (figure II.31).



<u>Figure II.31</u> : Teneurs en eau déterminées en fonction de l'intensité d'absorbance. On peut ainsi obtenir une droite de calibration.

3. Microscopie Raman sur les verres résiduels des échantillons déformés

Des mesures ont été réalisées sur des échantillons déformées présentant des plages de verre suffisamment grandes (c'est-à-dire environ 6μ m x 6μ m) pour éviter les interactions avec les plagioclases environnants. Ainsi seuls les échantillons PP069 (issu du produit de départ contenant $\phi_s = 0,38$) et PP038 (issu du produit de départ contenant $\phi_s = 0,52$) ont été analysés (figure II.32) (cf. Chapitre III pour la caractérisation des suspensions avant déformation et Chapitre IV et V pour les expériences déformées).



<u>Figure II.32</u> : Intensité en fonction de la longueur d'onde pour l'échantillon PP038 (à gauche) et l'échantillon PP069 (à droite).

Les intensités sont d'environ 340 pour l'échantillon PP038 et 590 pour l'échantillon PP069. Si l'on reporte ces valeurs sur la courbe de calibration précédemment obtenue (figure II.33), on constate que l'échantillon PP038 devrait contenir environ 7,5% poids d'eau et l'échantillon PP069 environ 17% poids d'eau. Or, si la concentration mesurée dans PP038 paraît raisonnable, celle dans PP069 est clairement aberrante, étant très nettement supérieure à la teneur en H2O à saturation dans nos verres pour nos pressions expérimentales (300 MPa). Les teneurs en H2O calculées en supposant les conditions de saturation atteintes dans nos expériences (cf tableau III.7 p.108) donnent, pour PP038 6,75% poids et, pour PP069, 7,1% poids (Figure II-33). Une possibilité à envisager pour expliquer la concentration aberrante obtenue par Raman pour PP069 serait la présence de bulles d'eau dans les plages de verre analysées, conséquence d'un processus de microvésiculation pendant la trempe.



<u>Figure II.33</u>: Teneurs en eau en fonction de l'intensité. Les ronds représentent l'échantillon PP069 et les carrés l'échantillon PP038. La couleur verte correspond aux teneurs en eau déterminées par calcul et la couleur orange aux valeurs des teneurs en eau obtenues par microscopie Raman.

IX. <u>Calcul des compositions des verres résiduels par bilan de</u> <u>masse</u>

Une autre méthode pour déterminer la composition des verres résiduels consiste à la calculer par bilan de masse à l'aide de la composition du verre initial, de la composition des plagioclases et de la fraction cristalline des cristaux obtenue par analyse d'image. Pour chaque élément présent (dans notre cas SiO₂, Al₂O₃, Na₂O et CaO), on applique la relation suivante :

$$C^{verre} = \frac{C_{bulk} - X \cdot C^{pl}}{(1 - X)}$$
 Eq. II.16

avec C^{verre} qui représente le poids de l'élément considéré dans le verre résiduel, C_{bulk} représente le poids de l'élément dans la composition initiale, C^{pl} le poids de l'élément dans le plagioclase et X représente la fraction cristalline.

Ce calcul permet en outre de comparer les valeurs obtenues par calcul et celles obtenues à l'aide de la correction.

X. <u>Détermination des structures en 3-D par microtomographie</u> <u>à rayon X</u>

1. Principe de la méthode

La microtomographie à rayon X est une technique non-destructive d'analyse 3-D permettant de caractériser la structure interne de l'objet. Cette technique est basée sur la mesure des coefficients d'atténuation μ d'un corps traversé par un faisceau de photons X. Le niveau d'atténuation dépend des caractéristiques du rayonnement (fréquence, longueur d'onde, énergie) mais aussi de l'épaisseur du matériau traversé, ainsi que de sa densité et sa composition chimique (*Gualda et Rivers, 2006*).

Le mode d'acquisition des images retenu dans cette étude est le mode absorption : le contraste entre deux matériaux est alors donné par la différence de coefficient d'atténuation μ_1 et μ_2 de ces deux matériaux, qui résulte essentiellement de la différence de densité ou de nombre atomique des atomes. Plus cette différence est élevée, meilleur est le contraste.

Les mesures de microtomographie ont été réalisées au synchrotron *Swiss Light Source (SLS)* de l'institut Paul Scherrer (Villigen, Suisse) dont la résolution est d'environ 0,7 µm. Les caractéristiques de la source d'électron et du détecteur de la ligne de microtomographie sont décrites par *Stampanoni et al. (2002)*.

Un échantillon cylindrique de 10 mm de haut et environ 700 µm de diamètre est fixé sur un porte échantillon. Il est éclairé par le faisceau X et un système caméra CCD placée derrière l'échantillon enregistre une radiographie (figure II.34). L'échantillon est légèrement tourné

autour de l'axe vertical et une nouvelle radiographie est acquise. En tout 1501 projections entre 0° et 180° sont ainsi enregistrées. A partir de ces données, un algorithme classique, la rétro-projection filtrée, permet d'obtenir une carte 3-D de l'absorption X de l'échantillon.



Figure II.34 : Représentation schématique du principe de microtomographie à rayon X.

2. Résultats obtenus

La figure II.35 montre une image obtenue sur une suspension déformée contenant $\phi_s = 0,52$. Comme on peut le constater, le contraste entre les deux phases présentes (cristaux et verre) est faible. De plus, de par leur petite taille (2-3 µm de large), les cristaux ne sont définis que par quelques voxels. Ces deux paramètres couplés ne permettent pas une bonne segmentation de l'image. Ainsi, aucune mesure d'orientation préférentielle de forme de la fabrique ni d'orientation cristalline individuelle n'a pu être réalisée.



<u>Figure II.35</u> : Représentation en 3-D, obtenue par microtomographie à rayon X, d'une suspension déformée (PP041). Une bande de cisaillement est pointée par la flèche noire. Les plagioclases sont en gris clair, le verre en gris foncé et les bulles en noir.

Matériaux de départ

MATERIAUX DE DEPART

I. Détermination de la composition de départ

1. Cahier des charges et démarche

Le but de cette étude est d'étudier le comportement rhéologique et structural de suspensions magmatiques comportant différentes fractions cristallines et déformées en compression et en torsion. Dans cette optique, il est nécessaire de disposer de suspensions de cristaux anisotropes, de tailles et formes homogènes, et régulièrement répartis dans un liquide silicaté. Afin de répondre à tous ces critères, nous avons opté pour des cristaux de plagioclases qui ont un fort rapport d'anisotropie. Trois compositions ont été considérées comme matériel de départ potentiel: une composition avec 20% d'anorthite (An_{20}), une composition avec 50% d'anorthite (An_{50}) et une composition haplotonalitique (HTN) (voir leurs représentations sur le diagramme Qz-Ab-An figure III.1 et leurs compositions chimiques tableau III.1).

Ces 3 compositions présentent l'avantage de n'être constituées que de 4 éléments chimiques (SiO₂, Al₂O₃, Na₂O et CaO) qui sont les éléments constitutifs des plagioclases. N'ayant ni l'élément fer ni l'élément magnésium, la cristallisation de phases ferrifères et magnésiennes telles que pyroxènes, amphiboles ou encore oxydes de fer est impossible. Les deux premières compositions sont situées sur le joint Ab-An et vont donc cristalliser seulement la phase plagioclase. Les travaux de thèse de *Champallier (2005)* ont montré que la composition HTN cristallise une suspension de plagioclase et de quartz dans des conditions magmatiques à 3 kbar et 775°C. Ces 3 compositions sont donc des candidats potentiels pour cette étude.



An 20 80 An Ab (+or)

	HTN	An ₂₀	An ₅₀
SiO ₂	76,69	63,38	55,59
Al_2O_3	14,61	23,05	28,30
Na ₂ O	6,04	9,34	5,73
CaO	2,66	4,23	10,38
Total	100	100	100
Qtz	36,12	0	0
Ab	50,77	80	50
An	12,91	20	50

Figure III.1 : Compositions de départ potentielles reportées dans un diagramme ternaire Oz-Ab-An La courbe cotectique (en noir) et les compositions des phases coexistantes sont indiquées pour $PH_2O = 2kbar$ (Johannes et Holtz, 1996). Les lignes pointillées relient les phases coexistantes (indiquées par les cercles) pour des températures de 790°, 830 et 900°C. Les points noirs représentent les points eutectiques pour le système binaire Qz-An et Qz-Ab. Les compositions de départ potentielles sont indiquées par un rond rouge.

III.1: Compositions Tableau chimiques en % poids des mélanges de départ potentiels déterminées analyse à la microsonde par électronique et normalisées à 100. Les pourcentages en quartz (Qtz), albite (Ab) et anorthite (An) normatifs sont indiqués.

2. Expériences tests

Des petites charges contenant de la poudre de verre de nos 3 compositions de départ potentielles et 3% d'eau ajoutées ont été préparées dans des capsules en or. Celles-ci ont ensuite été placées dans un autoclave à chauffage interne à une pression de 3 kbar et une température de 850°C pendant une période de 7 jours. Une fois la synthèse terminée, les capsules sont trempées afin d'éviter toute cristallisation lors du refroidissement. Les matériaux obtenus ont ensuite été préparés pour leur observation au MEB. Les résultats sont présentés figure III.2.



<u>Figure III.2</u> : Images MEB en électrons rétrodiffusés à différents grossissements des 3 suspensions de départ potentielles à 3 kbar et 850 °C. (a) HTN + 3% H₂O pds; (b) An_{20} + 3% H₂O pds (c); An_{50} + 3% H₂O pds. Les plagioclases sont en gris clair et le verre en gris foncé.

Les synthèses à partir des compositions An_{20} et d' An_{50} obtenues (figure III.2.b et c) ont bien cristallisé une phase plagioclasique mais les suspensions sont entièrement cristallisées et ne présentent donc pas grand intérêt pour cette étude. La composition HTN cristallise, quant à elle, des plagioclases de forme anisotrope baignant dans un liquide silicaté, et aussi des cristaux de quartz (figure III.2.a). Ces grains de quartz cristallisent sous forme d'agrégats. *Champallier (2005)* a montré que, lors de la déformation d'agrégats de quartz associés à des cristaux de plagioclases, ces derniers s'enroulent autour du quartz (figure III.3). Les mesures des orientations préférentielles de forme (OPF) des plagioclases vont donc être influencées par la présence des cristaux de quartz. Afin d'éviter ce problème d'interaction entre les cristaux, il est grandement préférable de disposer d'une suspension à une seule phase cristalline et donc d'éviter la cristallisation du quartz.



<u>Figure III.3</u> : Enroulement de plagioclases autour d'un agglomérat de grains de quartz. Etudes menées à 3 kbar, 775°C. L'image en bas à gauche encadrée de rouge représente l'équivalent non déformé. *(Champallier, 2005).*

Ces 3 synthèses présentent donc chacune des avantages (une seule phase plagioclase pour les compositions An_{20} et An_{50} ; des cristaux anisotropes dans un liquide silicaté pour la composition HTN) mais aucune ne remplit les conditions requises pour un matériel de départ adéquat (les compositions An_{20} et An_{50} sont entièrement cristallisées et la composition HTN cristallise du quartz).

b. Série 2

La première série de synthèses n'ayant pas été concluante, nous avons décidé d'abaisser la teneur en silice de la composition HTN afin de limiter, voire de supprimer, la cristallisation du quartz. Pour ce faire, la poudre de verre HTN a été mélangée avec de la poudre de verre d'An₂₀ d'une part et d'An₅₀ d'autre part. La teneur en quartz a été fixée à 15% poids (figure III.4). Deux mélanges ont été obtenus : $HAn_{20}Q_{15}$ et $HAn_{50}Q_{15}$ (Voir détails des compositions des mélanges dans le tableau III.2).



	$HAn_{20}Q_{15}$	$HAn_{50}Q_{15}$
Qtz	15	15
Ab	68	50
An	17	35

<u>Figure III.4</u> : Compositions des mélanges reportées dans un diagramme ternaire Qz-Ab-An. La courbe cotectique (en noir) et les compositions des phases coexistantes sont indiquées pour $PH_2O = 2kbar$ (*Johannes et Holtz, 1996*). Les lignes pointillées relient les phases coexistantes (indiquées par les cercles) pour des températures de 790°, 830 et 900°C. Les points noirs représentent les points eutectiques pour le système binaire Qz-An et Qz-Ab. Les compositions de départ sont représentées par un rond rouge et les mélanges obtenus à partir de ces compositions par un rond bleu.

<u>Tableau III.2 :</u> Compositions normatives quartz (Qtz), albite (Ab) et anorthite (An) des deux mélanges de départ.

Ces mélanges ont ensuite été synthétisés à 3 kbar, 850°C durant 7 jours dans un autoclave à chauffage interne puis trempés. Les résultats obtenus sont présentés en figure III.5.



<u>Figure III.5</u>: Images MEB en électrons rétrodiffusés à différents grossissements des deux mélanges hydratés synthétisés à 3 kbar et 850 °C. (a) $HAn_{20}Q_{15} + 3\% H_2O$ pds; (b) $HAn_{50}Q_{15} + 3\% H_2O$ pds. Les plagioclases sont en gris clair et le verre en gris foncé.

On constate que les deux synthèses présentent une minéralogie satisfaisante avec présence de plagioclase et de verre sans quartz. Cependant, on note un problème d'homogénéité texturale des suspensions avec le plagioclase qui cristallise sous forme d'amas.

Pour résoudre ce problème, des mélanges de même composition ont été préparés par double fusion. Cette méthode vise à distribuer de manière homogène avant synthèse les deux composants des mélanges de départ (verre HTN et d' An_{20} et d' An_{50}). Pour ce faire, les

poudres obtenues après mélange dans un mortier d'agate ont été fondus à haute température (1600°C). Le verre obtenu est ensuite broyé puis re-fondu à la même température et enfin rebroyé. La poudre ainsi obtenue est alors prête à être utilisée comme matériel de départ des expériences de synthèse.

Pour les synthèses, différentes teneurs en eau ont été testées sur chacun des deux mélanges de départ afin de comparer les suspensions obtenues en termes de taux de cristallinité et aussi de forme et de taille des cristaux. Ainsi le mélange $HAn_{20}Q_{15}$ a été hydraté à 3% et 4% poids et le mélange $HAn_{50}Q_{15}$ hydraté à 4% et 5% poids. Les expériences de synthèse ont été réalisées à 850°C et 3 kbar. Les résultats obtenus sont présentés sur la figure III.6.





<u>Figure III.6</u> : Images MEB en électrons rétrodiffusés à différents grossissements des deux mélanges contenant différentes teneurs en eau et synthétisés à 3 kbar et 850 °C. (a) $HAn_{20}Q_{15} + 3\% H_2O$ pds; (b) $HAn_{20}Q_{15} + 4\% H_2O$ pds (c); $HAn_{50}Q_{15} + 4\% H_2O$ pds; (d) $HAn_{50}Q_{15} + 5\% H_2O$ pds. Les plagioclases sont en gris clair et le verre en gris foncé.

On peut tout d'abord observer une répartition plus homogène des cristaux au sein de la charge expérimentale par rapport aux textures obtenues pour les expériences effectuées à partir de mélanges mécaniques uniquement (sans double fusion). On peut également constater que le mélange $HAn_{20}Q_{15}$ cristallise des plagioclases avec un meilleur rapport d'anisotropie que le mélange $HAn_{50}Q_{15}$. De même, la distribution des cristaux est plus homogène au sein du

mélange HAn₂₀Q₁₅ puisque que l'on n'observe aucun agrégat de cristaux comme c'est le cas pour le mélange HAn₅₀Q₁₅ (figure III.6.c).

Le mélange HAn₂₀Q₁₅ a donc été retenu pour les futures expériences. Une quantité de verre de cette composition de l'ordre du kilogramme a été réalisée (Schott A.G. - Allemagne) afin de pouvoir disposer tout au long de cette étude d'un matériau de départ unique et homogène. Ce verre de départ servira par la suite à toutes les synthèses des échantillons pour les expériences de déformation en presse Paterson. Des analyses à la microsonde électronique ont été réalisées sur différentes zones du cylindre de verre reçu afin de vérifier sa composition et son homogénéité. Les résultats sont présentés dans le tableau III.3.

	Verre de départ (HAn ₂₀ Q ₁₅)				
	(1)	(2	2)	(3	3)
	Composition nominale	Verre an (n=	1 hydre 46)	Verre an (n=	16)
SiO ₂	68,9	69,34	0,26	69,57	0,21
Al_2O_3	19,6	19,34	0,26	19,63	0,14
Na ₂ O	8,0	7,88	0,15	7,25	0,23
CaO	3,5	3,43	0,1	3,55	0,09
total	100	100		100	
Qtz	15	16,	30	21,	,04
Ab	68	66,68		61,	,35
An	17	17,02		17,	61

Tableau III.3 : Analyses du verre de départ à la microsonde électronique et compositions normatives (Qtz, Ab, An). (1) composition théorique; (2) analyses avec faisceau défocalisé à 20 x 20 µm; (3) analyses avec faisceau défocalisé à 6 x 6 µm. Les écarts type sont indiqués en italique dans le tableau. Qtz = quartz, Ab = albite, An = anorthite.

On constate que le verre de départ a une composition très voisine de la composition souhaitée. Cependant, on peut également observer que les conditions d'analyse (taille du faisceau) sont importantes dans les résultats des analyses à la microsonde électronique. En effet, les mesures réalisées à l'aide d'un faisceau défocalisé à 6 x 6 µm indiquent des valeurs de sodium plus faibles que la composition nominale.

3. Contrôle de la taille et de la morphologie des cristaux

La taille des cristaux de plagioclases obtenus lors de nos synthèses n'est pas très grande (10 µm de long et 2-3 µm de large). Afin de faciliter nos futures expériences, nous avons tenté d'agrandir leur taille par la méthode dite d'*undercooling*. Les travaux de *Lofgren (1974)* ont montré que la forme et la taille des cristaux, et notamment les cristaux de plagioclase, étaient sensibles à la différence de température par rapport à la température liquidus ΔT . Nous avons réalisé deux expériences : l'une de référence à 3 kbar, 850°C durant 7 jours et l'autre comprenant une phase de température initiale à 950°C durant 24 heures suivie d'une chute de température et enfin d'un palier à 850°C pendant 7 jours. Aucun changement systématique dans la taille et la morphologie des cristaux n'a été constaté entre les deux expériences (figure III.7). Cependant, les taux de cristallisation diffèrent d'environ 6% entre les deux charges, passant de 52% pour la synthèse avec undercooling à 58% pour la synthèse sans undercooling, provenant sans doute d'un retard à la nucléation.



<u>Figure III.7</u> : Images MEB en électrons rétrodiffusés des synthèses effectuées (a) sans undercooling ($\phi_s = 0,58$) et (b) avec undercooling ($\phi_s = 0,52$) à 3kbar et 850 °C. Les plagioclases sont en gris clair et le verre en gris foncé.

II. <u>Synthèse des échantillons pour les expériences de</u> <u>déformation</u>

1. Préparation des capsules

Pour la préparation des produits de départ pour les expériences de déformation, le verre $(HAn_{20}Q_{15})$ est introduit sous forme de poudre finement broyée (inférieure à 90µm) dans une

capsule en or de 4 cm de longueur, 22 mm de diamètre et 250 µm d'épaisseur. L'eau utilisée pour l'hydratation est préalablement mise au fond de la capsule avant l'ajout de la poudre. L'eau est déminéralisée pour éviter toute contamination chimique de notre verre de départ. Une fois la capsule remplie, celle-ci est fermée par soudure d'un chapeau en or sur le sommet (figure III.8).



<u>Figure III.8</u> : Capsule en or utilisée pour la synthèse des suspensions. A gauche, capsule et chapeau avant soudure (la pièce donne l'échelle). A droite, capsule après soudure du chapeau.

La soudure à l'arc cause une surchauffe qui se propage sur toute la capsule et qui peut conduire à l'évaporation de l'eau liquide qu'elle contient. Pour éviter cela, la capsule est baignée en permanence dans de l'azote liquide lors de la soudure. La capsule est pesée à chaque étape de la préparation, à savoir avant l'introduction de l'eau, après l'introduction de l'eau, après l'introduction de la poudre de verre et une fois soudée afin de contrôler toute perte en eau. Une fois la capsule soudée, elle est plongée dans un bain d'huile à environ 300°C afin de vérifier son étanchéité. La chaleur de l'huile va se propager à la capsule et à l'air présent à l'intérieur. Le volume de l'air va donc s'accroître. Si la capsule n'est pas étanche, l'air pourra alors s'échapper sous forme de petites bulles bien visibles au milieu de l'huile. Une fois la capsule vérifiée par la méthode du bain d'huile, celle-ci est nettoyée puis placée dans une étuve à 120°C. Ceci à un double effet : tout d'abord, il permet de vérifier par une méthode supplémentaire que notre capsule est bien étanche. En effet, la capsule sera pesée à fréquences rapprochées dans un premier temps puis plus espacées afin de vérifier que le poids reste le même et que l'eau introduite ne s'évapore pas. De plus, ceci permet de commencer à bien homogénéiser notre eau au sein des grains de verre de la capsule.

2. Synthèse des suspensions

Une fois toutes ces vérifications accomplies, la capsule est introduite au sein d'un autoclave à chauffage interne. La partie haute correspond à la partie soudée en dernier et a toujours été placée en haut de la zone chaude isotherme du four au sein de l'autoclave. La partie basse correspond, quant à elle, à la zone où était placée l'eau au fond de la capsule et à toujours été mis en bas de la zone chaude isotherme du four. La capsule est ainsi placée en pression et en température durant une période d'environ 7 jours. Les cinétiques de cristallisation sont lentes pour notre composition de départ et aucune cristallisation de cristaux de plagioclases n'intervient lors du refroidissement. Dans le but de s'en assurer et aussi de vérifier la bonne homogénéité de nos suspensions de départ, un examen minutieux au MEB des textures obtenues sur les parties hautes, centrales et basses des synthèses a été systématiquement effectuées.

3. Préparation des échantillons pour la déformation

Une fois la synthèse terminée, la capsule est une nouvelle fois pesée afin de vérifier que l'eau à l'intérieur ne s'est pas évaporée suite à une quelconque fuite dans l'autoclave.

La capsule en or est ensuite enlevée de l'échantillon avec minutie pour ne pas le briser puis il est collé sur une plaque de verre et foré au diamètre voulu pour les expériences futures (figure III.9).



<u>Figure III.9</u> : Préparation des échantillons. (a) Capsule en or après synthèse. (b) Echantillon sorti de la capsule en or. (c) Echantillon foré et découpé en cylindre de 15 mm de diamètre.

Généralement le diamètre des échantillons sera de 14,9 mm mais il est possible que, pour des raisons pratiques, des échantillons de plus petits diamètres soient préparés de façon à utiliser au maximum les produits de synthèse disponibles.

Une fois foré, l'échantillon est découpé en petits cylindres qui seront ensuite utilisés directement pour les expériences de déformation. Théoriquement, la taille des échantillons utilisés peut aller de 10 mm à 14,9 mm pour le diamètre et de 3 mm jusqu'à 50 mm pour la hauteur. Pour des raisons évidentes d'économie de matière et pouvoir ainsi disposer d'un plus grand nombre d'échantillons avec le même produit de départ, la hauteur de nos échantillons ne dépasse pas 10 mm. Il est ainsi possible de réaliser jusqu'à quatre échantillons de départ par capsule.

III. <u>Textures et compositions chimiques des produits de départ</u>

Toutes les suspensions utilisées au cours de cette étude étant synthétiques, les échantillons obtenus sont donc le résultat d'une cristallisation à température, pression et teneur en eau données. C'est en jouant sur ces paramètres que différentes fractions cristallines ont pu être obtenues. Des suspensions contenant différentes fractions cristallines, respectivement égales à $\phi_s = 0,38, 0,50, 0,52, 0,58, 0,62$ et 0,75, ont été synthétisées. Tous les pourcentages de cristaux de plagioclase et de bulles ont été calculés par analyse d'image, à l'aide du logiciel ImageJ, sur plusieurs images prises dans le plan [XZ] au niveau des parties haute, centrale et basse de l'éprouvette (cf. Annexe C pour les détails sur l'homogénéité des suspensions). Les conditions de synthèse des différentes suspensions sont présentées dans le tableau III.4.

Numéros des synthèses	H ₂ O _{initiale} (% pds)	P (kbar)	Т (°С)	Durée de synthèse	Fraction cristalline (ϕ_s)
#06	3	3	800	7 j	0,58
#07	3	3	$1000 \rightarrow 800$	1 (h) $\stackrel{_{48h}}{\rightarrow}$ 5 j	0,52
#11	3	3	$1000 \rightarrow 800$	1 (h) $\stackrel{_{48h}}{\rightarrow}$ 5 j	0,50
#13	5	3	900	7 ј	0,38
#15	2,5	3	800	7 ј	0,75
#16	2,5	3	800	7 ј	0,62

Tableau III.4 : Conditions de synthèse et caractéristiques des différentes suspensions.

Ces analyses statistiques permettent aussi de vérifier l'homogénéité des suspensions au niveau textural (taille et forme des cristaux, distribution spatiale). Les compositions chimiques des plagioclases et du verre résiduel ont également été mesurées à la microsonde électronique à différents endroits de l'éprouvette.

1. Présentation des différentes textures

a. Fabriques isotropes

La première fabrique observée concerne les suspensions de cristallinité $\phi_s = 0,38$ et 0,50 (figures III.10 et 11). C'est une fabrique dont l'excentricité de l'ellipse moyenne tensorielle est faible (R = 1,025 et 1,013 à respectivement $\phi_s = 0,38$ et 0,50) et dont l'axe long est orientée à 61,15° et 4,16° par rapport à l'axe X. Les roses des orientations des axes longs des ellipses locales ne montrent cependant pas de direction préférentielle, indiquant une fabrique isotrope.



<u>Figure III.10</u>: Détermination des textures pour une suspension non déformée contenant $\phi_s = 0,38$. (a) Image MEB en électrons rétrodiffusés. Les traits rouges représentent les axes longs des ellipses locales tensorielles de fabrique de forme. (b) Ellipses tensorielles locales de fabrique de forme. Les valeurs de l'excentricité de l'ellipse moyenne (R) ainsi que la direction d'orientation de l'axe long de cette ellipse (α) sont indiquées au dessus de l'ellipse (c) Roses des directions regroupant les axes longs des ellipses locales tensorielles.



<u>Figure III.11</u>: Détermination des textures pour une suspension non déformée contenant $\phi_s = 0,50$. (a) Image MEB en électrons rétrodiffusés. Les traits rouges représentent les axes longs des ellipses locales tensorielles de fabrique de forme. (b) Ellipses tensorielles locales de fabrique de forme. Les valeurs de l'excentricité de l'ellipse moyenne (R) ainsi que la direction d'orientation de l'axe long de cette ellipse (α) sont indiquées au dessus de l'ellipse. (c) Roses des directions regroupant les axes longs des ellipses locales tensorielles.

La rose des directions des axes longs des cristaux de plagioclases obtenue par analyse de ces deux fabriques avec la méthode des moments d'inertie (à l'aide du logiciel SPO2003) ne montre aucune direction préférentielle et confirme ainsi les résultats obtenus par la méthode des intercepts (figures III.12 et 13).



<u>Figure III.12</u>: Orientations individuelles des cristaux d'une suspension non déformée contenant $\phi_s = 0,38$ (figure III.10). (a) Cristaux coloriés suivant leurs orientations. (b) Rose de couleurs des orientations (c) Rose des directions des orientations individuelles des cristaux.



<u>Figure III.13</u>: Orientations individuelles des cristaux d'une suspension non déformée contenant $\phi_s = 0,50$ (figure III.11). (a) Cristaux coloriés suivant leurs orientations. (b) Rose des directions des orientations individuelles des cristaux.

b. Fabriques anisotropes

Une seconde fabrique est observable pour les suspensions contenant $\phi_s = 0,52$ et 0,58 (figures III.14 et 15).

L'analyse de l'orientation préférentielle de forme de cette fabrique montre une excentricité de l'ellipse tensorielle moyenne très faible (R = 1,034 à $\phi_s = 0,52$ et R = 1,008 à $\phi_s = 0,58$), indiquant une très faible anisotropie, et une direction d'orientation de l'axe long de l'ellipse moyenne vers -87° et -80° par rapport à l'axe X à respectivement $\phi_s = 0,52$ et 0,58 (figures III.14.b et 15.b). Les roses des axes longs des ellipses locales confirment ces observations avec une direction préférentielle vers -88° par rapport à l'axe X pour les deux suspensions (figures III.14.c et 15.c).



<u>Figure III.14</u>: Détermination des textures pour des suspensions non déformée contenant $\phi_s = 0,52$. (a) Image MEB en électrons rétrodiffusés. Les traits rouges représentent les axes longs des ellipses locales de fabrique de forme. (b) Ellipses tensorielles locales de fabrique de forme. Les valeurs des excentricités des ellipses moyennes (R) ainsi que leurs directions d'orientation (α) sont indiquées au dessus de l'ellipse. (c,) Rose des directions des axes longs des ellipses locales de fabrique de forme. La direction d'orientation maximale est indiquée en noir.


<u>Figure III.15</u>: Détermination des textures pour des suspensions non déformées contenant $\phi_s = 0,58$. (a) Image MEB en électrons rétrodiffusés. Les traits rouges représentent les axes longs des ellipses locales de fabrique de forme. (b) Ellipses tensorielles locales de fabrique de forme. Les valeurs des excentricités des ellipses moyennes (R) ainsi que leurs directions d'orientation (α) sont indiquées au dessus de l'ellipse. (c) Roses des directions des axes longs des ellipses locales de fabrique de forme. La direction d'orientation maximale est indiquée en noir.

L'étude de ces fabriques par la méthode des moments d'inertie révèle un maximum d'orientation des axes longs des cristaux vers 83° par rapport à l'axe X pour la suspension contenant $\phi_s = 0,52$ (figure III.16.c) et un maximum vers 88° par rapport à l'axe X pour la suspension contenant $\phi_s = 0,58$ (figure III.17.b). Ces valeurs confirment celles obtenues par la méthode des intercepts et indiquent une très faible anisotropie sub-verticale par rapport à l'axe X.



<u>Figure III.16</u>: Orientations individuelles des cristaux d'une suspension non déformée contenant $\phi_s = 0,52$ (figure III.14.a) (n=3235). (a) Cristaux coloriés suivant leurs orientations. (b) Rose de couleurs des orientations (c) Rose des directions des orientations individuelles des cristaux. L'orientation maximale est indiquée en noir



<u>Figure III.17</u>: Orientations individuelles des cristaux d'une suspension non déformée contenant $\phi_s = 0.58$ (figure III.14.d) (n=334). (a) Cristaux coloriés suivant leurs orientations. (b) Rose des directions des orientations individuelles des cristaux. L'orientation maximale est indiquée en noir

c. Fabriques aux hautes cristallinités

Deux dernières suspensions contenant $\phi_s = 0,62$ et 0,75 ont été synthétisées. Pour ces fractions cristallines, on constate que les cristaux sont de tailles visiblement plus réduites que pour les suspensions précédentes (figure III.18).



<u>Figure III.18</u> : Images MEB prises en électrons rétrodiffusés des suspensions initiales non déformées contenant $\phi_s = 0,62$ (a) et $\phi_s = 0,75$ (b).

De plus, les cristaux sont collés les uns aux autres et forment à certains endroits des agrégats. Ceci rend difficile le comptage des intercepts (points verts sur la figure III.19) qui ne prennent pas en compte les contours des cristaux mais plutôt les contours des agrégats. Ceci va conduire à déterminer les orientations préférentielles des agrégats et non des cristaux, ce qui peut conduire à une mauvaise interprétation des résultats. Pour affiner la méthode, il est possible de diminuer l'interligne ce qui permettra de détecter des limites entre cristaux plus fines (cf. Chapitre II VI. p.58). Les figures III.19.b et d représentent le comptage des intercepts avec l'interligne le plus fin possible. On peut constater qu'aucune amélioration claire n'est visible par rapport à un interligne plus classique (figures III.19.a et c).



<u>Figure III.19</u>: Images MEB prises en électrons rétrodiffusés pour une suspension non déformée contenant $\phi_s = 0,62$. En haut, avec un interligne de 4 (a) et un interligne de 2 (b). En bas, agrandissement d'une partie des images MEB avec un interligne de 4 (c) et un interligne de 2 (d). Les comptages des intercepts sont en vert.



Ces observations sont aussi valables pour la suspension contenant $\phi_s = 0,75$ (figure III.20).

<u>Figure III.20</u> : Images MEB en électrons rétrodiffusés pour une suspension non déformée contenant $\phi_s = 0,75$. En bas, grossissement de l'image présente dans le cadre noir . Les comptages des intercepts sont en vert.

2. Fabriques cristallographiques

Des données EBSD étant disponibles pour les suspensions contenant $\phi_s = 0,52$ (#07) et 0,58, (#06) il est possible de comparer les fabriques de forme 2-D obtenues à l'aide des logiciels SPO2003 et Intercept2003 avec les fabriques cristallines 3-D de ces suspensions (figure III.21).



<u>Figure III.21</u>: Pôles figures des orientations cristallographiques préférentielles obtenues par la méthode EBSD sur des cristaux des suspensions contenant $\phi_s = 0,52$ (a) et 0,58 (b). Les projections des contours d'iso-valeurs sont effectuées sur l'hémisphère inférieur. Les valeurs minimales min et maximales max des contours, ainsi que le nombre de mesures N sont indiquées sur les figures (c) Représentation schématique d'un cristal d'oligoclase avec ses faces indexées.

Les textures des produits de départ sont caractérisées par une concentration des pôles des plans {010} sous la forme d'une ceinture le long de l'axe E-W, indiquant une direction d'orientation du plan {010} perpendiculaire à l'axe E-W et donc une direction d'orientation des axes longs des cristaux perpendiculaire à l'axe X. Les pôles des plans {001} et {100} présentent eux une distribution très dispersée avec un maximum au niveau des pôles N et S de l'hémisphère. Ces résultats sont en bon accord avec les résultats 2-D précédemment cités qui indiquent une légère anisotropie sub-verticale par rapport à l'axe X de la fabrique.

3. Morphologie des cristaux

A partir d'images MEB représentatives des suspensions contenant $\phi_s = 0,38, 0,50, 0,52$ et 0,58 et sur lesquelles les plagioclases ont été individualisés manuellement, il a été possible de déterminer les valeurs des axes longs et courts des cristaux (figure III.22). Les axes longs sont compris entre 0 µm et 28 µm, pour toutes les suspensions. De plus, on peut constater que les maxima de toutes ces suspensions sont sensiblement égaux puisqu'ils sont compris entre 6 µm et 8 µm pour les suspensions contenant $\phi_s = 0,38$ et 0,52 et entre 4 µm et 6 µm à $\phi_s = 0,50$ et 0,58. Les valeurs moyennes obtenues sont de 5,61 µm ± 4,67 µm à $\phi_s = 0,38$, de 5,77 µm ± 3,27 µm à $\phi_s = 0,50$, de 6,198 µm ± 5,23 µm à $\phi_s = 0,52$ et de 5,79 µm ± 5,16 µm à $\phi_s = 0,58$.

Les axes courts sont quant à eux compris entre 0 μ m et 10 μ m pour toutes les suspensions avec des maxima compris entre 1 μ m et 2 μ m et des tailles moyennes égales à 1,96 μ m \pm 1,37 μ m, 1,71 μ m \pm 1,03 μ m, 1,82 μ m \pm 1,85 μ m et 1,39 μ m \pm 1,33 μ m à respectivement $\phi_s = 0,38, 0,50, 0,52$ et 0,58.



<u>Figure III.22</u>: Histogrammes des valeurs des axes longs et courts des plagioclases pour les suspensions contenant $\phi_s = 0.38, 0.50, 0.52$ et 0.58.

Les moyennes des valeurs des axes longs, courts et des rapports de forme sont représentées sur la figure III.23 et indiqués dans le tableau III.4.

φ _s	а	σ	b	σ	R	σ
	(µm)		(µm)			
0,38	5,61	4,67	1,96	1,37	3,567	1,839
0,50	5,77	3,18	1,71	1,03	3,871	1,766
0,52	6,19	5,23	1,82	1,85	4,054	1,961
0,58	5,79	5,16	1,39	1,33	5,014	2,632

<u>Tableau III.4</u> : Valeurs moyennes des axes longs, courts et des rapports de forme des cristaux à différentes fractions cristallines.



<u>Figure III.23</u> : Variation des axes longs, des axes courts et des rapports de forme moyens des cristaux pour chaque suspension avant déformation.

On peut constater une bonne régularité des valeurs des axes longs autour de $6 \mu m \pm 1 \mu m$, des axes courts autour de $2 \mu m \pm 0.5 \mu m$ et des rapports de forme des cristaux avec $R = 4 \pm 1$ sur l'ensemble des synthèses. On pourra aussi noter une très légère hausse du rapport de forme d'environ 1 entre les suspensions #07 ($\phi_s = 0.52$) et #06 ($\phi_s = 0.58$) (tableau III.3).

4. Compositions chimiques des plagioclases

Afin de déterminer si les suspensions de départ sont homogènes chimiquement, des analyses à la microsonde électronique ont été réalisées sur des cristaux situés en haut et en bas et au centre des différentes suspensions cristallines. Les données sont présentées dans les tableaux III.5.a et b.

	#13					#11						#07				
	Bas	σ	Haut	σ	Bas	σ	Milieu	σ	Haut	σ	Bas	σ	Milieu	σ	Haut	σ
	(n=5)		(n=11)		(n=3)		(n=2)		(n=6)		(n=5)		(n=8)		(n=9)	
SiO ₂	59,96	0,57	59,96	0,61	62,36	0,64	63,53	0,14	62,77	0,49	62,37	0,56	62,69	0,37	62,56	0,85
Al_2O_3	23,95	0,52	23,92	0,67	23,75	0,31	22,47	0,39	22,94	0,46	23,26	0,24	23,07	0,39	23,08	0,48
Na ₂ O	7,33	0,15	7,58	0,21	8,07	0,22	8,24	0,47	7,80	0,16	7,67	0,26	7,57	0,30	7,81	0,32
CaO	6,75	0,34	6,59	0,41	5,69	0,48	5,00	0,48	5,26	0,19	5,85	0,23	5,58	0,25	5,55	0,32
Total	97,99	0,53	98,04	0,67	99,87	0,34	99,24	0,34	98,77	0,31	99,16	0,65	98,91	0,82	98,99	1,10
Si	2,73	0,03	2,73	0,04	2,78	0,02	2,85	0,01	2,84	0,03	2,81	0,01	2,84	0,02	2,82	0,02
Al	1,29	0,02	1,28	0,03	1,25	0,02	1,19	0,02	1,22	0,02	1,24	0,01	1,23	0,01	1,23	0,01
Na	0,65	0,01	0,67	0,02	0,70	0,02	0,72	0,04	0,68	0,01	0,67	0,02	0,66	0,02	0,68	0,02
Ca	0,35	0,02	0,32	0,02	0,27	0,02	0,24	0,01	0,25	0,01	0,28	0,01	0,27	0,01	0,27	0,02
Total	5,00		5,00		5,00		5,00		5,00		5,00		5,00		5,00	
An	0,34	0,01	0,32	0,02	0,28	0,02	0,25	0,02	0,27	0,01	0,30	0,01	0,29	0,01	0,28	0,02

Tableau III.5.a : Compositions chimiques des plagioclases des différentes suspensions initiales (1)

Les compositions sont indiquées en poids d'oxyde et les formules structurales ont été calculées sur la base de 5 cations. Le nombre de mesures est indiqué par la valeur de *n*. Les écarts types sont indiqués en italique. An = pourcentage molaire du composant anorthite, calculé par le rapport Ca/(Ca+Na). Bas, Milieu, Haut = zones de la synthèse où les mesures ont été réalisées.

		#06					#1	6	#1	#15	
	Bas (n=12)	σ	Milieu (n=8)	σ	Haut (n=7)	σ	Milieu (n=10)	σ	Milieu (n=12)	σ	
SiO ₂	64,22	0,71	64,21	0,71	64,28	0,85	63,35	0,61	64,11	0,54	
Al_2O_3	21,53	0,47	21,56	0,40	21,90	0,49	21,53	0,48	21,85	0,40	
Na ₂ O	7,89	0,28	7,93	0,19	8,06	0,24	7,98	0,08	8,15	0,21	
CaO	4,66	0,19	4,83	0,17	4,57	0,22	4,41	0,07	4,43	0,15	
Total	98,29	0,89	98,53	0,35	98,81	0,79	97,28	0,98	98,55	0,64	
Si	2,92	0,04	2,91	0,03	2,91	0,04	2,91	0,01	2,90	0,03	
Al	1,15	0,02	1,15	0,02	1,17	0,02	1,16	0,02	1,17	0,02	
Na	0,70	0,02	0,70	0,01	0,71	0,02	0,71	0,01	0,72	0,01	
Ca	0,23	0,01	0,23	0,01	0,22	0,01	0,22	0,00	0,22	0,01	
Total	5,00		5,00		5,00		5,00		5,00		
An	0,25	0,01	0,25	0,01	0,24	0,01	0,23	0,00	0,23	0,01	

Tableau III.5.b : Compositions chimiques des plagioclases des différentes suspensions initiales (2)

Les compositions sont indiquées en poids d'oxyde et les formules structurales ont été calculées sur la base de 5 cations. Le nombre de mesures est indiqué par la valeur de *n*. Les écarts types sont indiqués en italique. An = pourcentage molaire du composant anorthite, calculé par le rapport Ca/(Ca+Na). Bas, Milieu, Haut = zones de la synthèse où les mesures ont été réalisées.

On peut constater que les compositions chimiques mesurées sur une même suspension sont similaires entre elles indiquant une bonne homogénéité chimique sur toute sa longueur. Ces résultats sont reproductibles pour toutes les suspensions synthétisées, montrant que toutes les suspensions utilisées pour les futures expériences de déformation sont homogènes en ce qui concerne la composition des cristaux. On pourra toutefois remarquer que la somme des alcalins est faible pour toutes les suspensions avec des valeurs d'environ 0,98 à $\phi_s = 0,38$ et de 0,93 pour toutes les autres suspensions. Ces faibles valeurs sont sans doute dues à la petite taille des cristaux, et notamment leurs axes courts, ce qui rend difficilement évitable une contamination par le verre lors des analyses. Le verre étant analysé en faisceau ponctuel, on peut s'attendre à ce que le sodium soit sous-estimé ce qui explique les faibles sommes des alcalins.

La figure III.24 montre l'évolution de la fraction d'anorthite en fonction de la fraction cristalline des différentes suspensions. On observe une baisse de cette fraction d'anorthite passant de $0,34 \pm 0,01$ pour $\phi_s = 0,38$ à $0,23 \pm 0,01$ pour les suspensions les plus cristallisées ($\phi_s = 0,62$ et 0,75). Les moyennes sont représentées dans la figure III.25.



<u>Figure III.24</u>: Histogrammes des fractions d'anorthite des plagioclases de chaque suspension cristalline. Les mesures au niveau des parties haute, centrale et basse sont respectivement en rouge, vert et violet.



<u>Figure III.25</u> : Fraction d'anorthite des plagioclases en fonction de la cristallinité pour les différentes suspensions.

On peut constater une baisse régulière de la fraction d'anorthite avec la cristallisation, allant de 0,33 pour la suspension non déformée comportant $\phi_s = 0,38$ à 0,25 pour $\phi_s = 0,62$. Au-delà de cette cristallinité, la fraction d'anorthite des plagioclases reste constante.

5. Compositions chimiques des verres interstitiels

Des analyses à la microsonde électronique ont été réalisées sur les verres interstitiels des suspensions contenant $\phi_s = 0,38$ et 0,52. Ces deux suspensions ont été choisies car, de par leur « faible » cristallinité, elles présentent des plages de verre de taille suffisante pour éviter une contamination par les cristaux de plagioclase. Les concentrations de Na₂O brutes mesurées sont respectivement d'environ 4,04% poids $\pm 0,24\%$ et 4,32% poids $\pm 0,68\%$ à 38% et 52% de cristaux. D'après la figure II.17 p.57, le facteur de correction à appliquer pour compenser la migration du sodium est d'environ 15%. Les analyses corrigées du déficit du sodium ainsi qu'un calcul comparatif par bilan de masse (cf. Chapitre II IX. p.69) sont présentées dans le tableau III.6.

φs	0,38 (Suspension #13)		0,50		0,52		0,58	0,62 (Suspension #16)	
			(Suspension #11)	(Susj	pension	#07)	(Suspension #06)		
	analysée (n=14)	σ	calculée	calculée	analysée (n=10)	σ	calculée	calculée	calculée
SiO ₂	76,16	0,30	74,34	76,24	76,77	0,76	76,00	75,09	76,23
Al_2O_3	16,56	0,17	16,21	14,90	15,48	0,51	15,04	15,68	14,78
Na ₂ O	5,80	0,27	8,14	7,70	6,31	0,36	7,88	7,62	7,36
CaO Total	1,48 100,00	0,10	1,31 100,00	1,16 100,00	1,43 100,00	0,31	1,08 100,00	1,61 100,00	1,63 100,00
Qtz	43,58		24,64	29,09	39,51		27,96	27,53	29,64
Ab	49,08		68,86	65,16	53,39		66,68	64,48	62,28
An	7,34		6,50	5,76	7,09		5,36	7,99	8,09
(Na+2Ca)/Al	0,74	0,04	0,98	0,99	0,84	0,04	0,99	0,99	1,02

Tableau III.6 : Compositions chimiques des verres interstitiels résiduels des différentes suspensions.

Les compositions analysées et calculées sont indiquées en poids d'oxyde et normalisées à 100. Le nombre d'analyses à la microsonde électronique est indiqué par la valeur de *n*. Les écarts types sont indiqués en italique. Ces analyses ont toutes été corrigées pour la migration du sodium (cf. Chapitre II. V.2 p.56). Les compositions calculées sont obtenues par bilan de masse (cf. Chapitre II. IX. p.69). Les pourcentages en quartz (Qtz), albite (Ab) et anorthite (An) normatifs sont indiqués. Le rapport (Na+2Ca)/Al très inférieur à 1 indique que la correction appliquée pour compenser la migration du sodium est insuffisante.

On constate qu'après correction, le rapport (Na+2Ca)/Al des verres résiduels est respectivement d'environ $0,74 \pm 0,04$ et $0,84 \pm 0,04$ à $\phi_s = 0,38$ et 0,52. Cette valeur très inférieure à 1 montre que la correction appliquée est insuffisante et que, par conséquent, une partie du sodium perdu n'est pas corrigée. Les compositions mesurées à la microsonde électronique restent néanmoins proches de celles obtenues par bilan de masse, sauf pour le sodium qui est en déficit dans les compositions mesurées et ce malgré la correction appliquée (tableau III.5). Ceci valide le protocole utilisé pour la détermination de la composition des verres résiduels. Ci-dessous, uniquement les compositions des verres recalculés seront utilisées. Ces dernières ont été reportées dans le diagramme ternaire Qz-Ab-An (figure III.26) avec les compositions des plagioclases.



<u>Figure III.26</u>: Compositions chimiques des verres résiduels et des plagioclases reportées dans un diagramme ternaire Qz-Ab-An. La courbe cotectique (en noir) et les compositions des phases coexistantes sont indiquées pour $PH_2O = 2$ kbar (*Johannes et Holtz, 1996*). Les lignes pointillées relient les phases coexistantes (indiquées par les cercles) pour des températures de 790°, 830 et 900°C. Les points noirs représentent les points eutectiques pour le système binaire Qz-An et Qz-Ab. La composition de départ $HAn_{20}Q_{15}$ est indiquée par un rond rouge. Les compositions des verres sont indiquées par des ronds noirs. Les compositions des plagioclases sont indiquées en bleu. Verres et plagioclases synthétiques obtenues pour chaque composition sont reliés par des lignes de conjugaison.

On constate que les valeurs des verres résiduels sont bien regroupées tandis que les valeurs des plagioclases sont un peu plus étalées. De plus, les compositions des verres résiduels s'alignent globalement bien avec celles des plagioclases en passant par la composition initiale $HAn_{20}Q_{15}$.

Pour la suspension contenant $\phi_s = 0,75$, la composition chimique du verre n'a pu été établie à cause de la petite taille des zones de verre. De plus, étant en présence d'une 3^{ème} phase (le quartz) dont la proportion dans la suspension est inconnue et la position de la courbe cotectique n'ayant pas été déterminée à 3 kbar (notre pression de synthèse), il n'a pas été possible de calculer la composition chimique du verre résiduel par bilan de masse.

6. Influence des bulles

Toutes les images MEB de nos suspensions ont montré la présence de bulles. Les fractions de bulle moyennes ont été mesurées par analyse d'image et sont respectivement d'environ 4,52% $\pm 0,21\%$ à $\phi_s = 0,38$, $0,97\% \pm 0,19\%$ à $\phi_s = 0,50$, $1,60\% \pm 0,26\%$ à $\phi_s = 0,52$, $2,55\% \pm 0,48\%$ à $\phi_s = 0,58$, $1,97\% \pm 0,13\%$ à $\phi_s = 0,62$ et de $4,08\% \pm 0,54\%$ à $\phi_s = 0,75$ (figure III.27).



<u>Figure III.27</u> : Pourcentage surfacique de bulles dans les suspensions en fonction de la fraction cristalline et de la teneur en eau initiale.

Les fractions de bulles s'alignent suivant des lignes d'isoconcentration correspondant aux teneurs en eau initiales introduites dans la capsule, indiquant qu'elles sont la conséquence d'une saturation du liquide en eau (figure III.27).

7. Calcul des viscosités des liquides interstitiels

a. Détermination des teneurs en eau dans les verres interstitiels résiduels

L'estimation des teneurs en eau par la microsonde électronique n'a pu être effectuée, notamment à cause du déficit de sodium. Ainsi la différence par rapport à 100% n'est pas totalement due à la présence de l'eau non mesurée par la microsonde.

Les teneurs en eau ont d'abord été calculées à l'aide du taux de cristallisation obtenu et de la teneur en eau initialement introduite. Cependant, la présence de bulles au sein de chaque suspension initiale indique le liquide interstitiel est saturé en eau. La teneur en eau des verres résiduels de chaque produit de départ a donc été calculée à partir des compositions chimiques recalculées et du modèle de solubilité de l'eau de *Papale et al. (2006)*. Les résultats sont présentés dans la figure III.28 et le tableau III.7.



Fraction cristalline (ϕ_s)



<u>Tableau III.7</u>: Teneurs en eau des verres résiduels pour chaque suspension initiale, obtenues en faisant l'hypothèse d'une saturation en eau.

On constate que pour toutes les suspensions, les teneurs en eau calculées sont proches des valeurs de solubilité de l'eau, indiquant que l'hypothèse de la saturation en eau du liquide silicaté est raisonnable. Les légères différences pouvant s'observer sont dues aux incertitudes liées au calcul des pourcentages de cristaux et aussi à celles liées au modèle utilisé pour le calcul des solubilités. Les valeurs de solubilités seront retenues comme teneurs en eau dans les liquides résiduels. Les teneurs en eau seront alors égales à environ 7,1% pour la suspension initiale contenant $\phi_s = 0,38$, et comprises entre 6,5% et 6,75% pour les autres suspensions (tableau III.7).

b. Détermination des viscosités des liquides résiduels

Avec les teneurs en eau obtenues ainsi que les compositions chimiques des verres résiduels, il est possible de calculer les viscosités des liquides silicatés à l'aide du modèle de *Giordano et al. (2008).* Les valeurs sont présentées dans le tableau III.8.

фs	0,38	0,50	0,52	0,58	0,62
SiO ₂	74,34	76,24	76,00	75,09	76,23
Al_2O_3	16,21	14,90	15,04	15,68	14,78
Na ₂ O	8,14	7,70	7,88	7,62	7,36
CaO	1,31	1,16	1,08	1,61	1,63
Total	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
T (°C)	900	800	800	800	800
H_2O	7,10	6,50	6,75	6,55	6,63
Viscosité (Pa.s)	3,08	4,14	4,01	4,09	4,15

<u>Tableau III.8</u>: Compositions en poids d'oxyde des liquides interstitiels pour chaque suspension initiale recalculées avec bilan de masse et normalisées à 100. Les viscosités recalculées à l'aide de *Giordano et al. (2008)* sont indiquées en bas de tableau.

8. Synthèse

Les données chimiques et texturales obtenues sur les suspensions avant déformation sont regroupées dans le tableau III.9.

Fraction	Numéros des	Р	Т	H ₂ O _{initiale}	H ₂ O _{verre}	$\eta_{liquide}$	Tailles e	t formes des	cristaux
cristalline (ϕ_s)	synthèses	(kbar)	(°C)	(% pds)	(% pds)	(Pa.s)	a (µm)	b (µm)	R
0,38	#13	3	900	5	7,1	3,08	5,61	1,96	3,567
0,50	#11	3	$1000 \rightarrow 800$	3	6,5	4,14	5,77	1,71	3,871
0,52	#07	3	$1000 \rightarrow 800$	3	6,75	4,01	6,19	1,82	4,054
0,58	#06	3	800	3	6,55	4,09	5,79	1,39	5,014
0,62	#16	3	800	2,5	6,63	4,15	/	/	/
0,75	#15	3	800	2,5	/	/	/	/	/

<u>Tableau III.9</u> : Récapitulatif des données chimiques et texturales obtenues pour les suspensions avant déformation.

Les données qui n'ont pu être obtenues pour certaines suspensions sont représentées par un trait dans le tableau.

Expériences de déformation en compression

DEFORMATION EN COMPRESSION

Deux expériences de déformation en compression ont été réalisées sur des suspensions contenant $\phi_s = 0,38$. Ces suspensions ont été déformées par palier à 3 kbar, 900°C et pour des vitesses de déformation allant de $\dot{\varepsilon} = 1.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ à $\dot{\varepsilon} = 1.10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Les données expérimentales ainsi qu'une photographie d'une expérience brute caractéristique sont indiquées dans le tableau IV.1.

I. Données mécaniques

1. Mesure de la contrainte différentielle

A cette fraction cristalline, la cellule de mesure de haute sensibilité a été utilisée pour mesurer les contraintes appliquées à l'échantillon.

L'expérience PP069 a été déformée successivement à $\dot{\varepsilon} = 1.10^{-5} \text{ s}^{-1}$, 5.10^{-4} s^{-1} , 1.10^{-4} s^{-1} , 5.10^{-4} s^{-1} s⁻¹ et 1.10⁻³ s⁻¹. Pour tester la reproductibilité des résultats, l'échantillon a de nouveau subi une déformation à $\dot{\epsilon} = 1.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ en fin d'expérience. Les courbes obtenues sont présentées dans l'encadré de la figure IV.1. On constate que toutes les courbes montrent une hausse de la contrainte différentielle dès les premiers instants de la déformation qui correspond à la déformation élastique de l'échantillon. Cette hausse est suivie par une stabilisation de la contrainte pour $\dot{\varepsilon} = 1.10^{-5} \text{ s}^{-1}$, 5.10^{-4} s^{-1} , 1.10^{-4} s^{-1} et 1.10^{-3} s^{-1} . Cependant, on observe que le plateau n'est pas réellement atteint pour les vitesses de déformation $\dot{\varepsilon} = 5.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et l'expérience de reproductibilité à $\dot{\varepsilon} = 1.10^{-3}$ s⁻¹. De plus, les contraintes différentielles mesurées à $\dot{\varepsilon} = 5.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ et $\dot{\varepsilon} = 1.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ sont sensiblement similaires, ce qui indique une erreur lors des mesures. Enfin, les deux courbes obtenues pour la même vitesse de déformation se superposent assez bien montrant une bonne reproductibilité des résultats. Cette expérience est la première réalisée en compression avec la cellule de mesure haute sensibilité et a servi d'expérience témoin pour voir si les contraintes appliquées à l'échantillon étaient mesurables. De plus, l'échantillon était court (environ 4,5 mm de hauteur) et n'a pas permis d'appliquer de grande déformation. Ainsi, pour certaines vitesses de déformation, le taux de déformation appliquée n'a pas été suffisant pour atteindre une valeur plateau de la contrainte et explique pourquoi certaines courbes ne montrent pas de stabilisation de la contrainte.

La seconde expérience réalisée est l'expérience PP070 qui a été déformée successivement à $\dot{\varepsilon} = 5.10^{-4} \text{ s}^{-1}$, 1.10^{-4} s^{-1} , 5.10^{-4} s^{-1} et 1.10^{-3} s^{-1} (figure IV.1). Comme précédemment, l'échantillon a subi une seconde déformation à $\dot{\varepsilon} = 1.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ en fin d'expérience afin de tester la reproductibilité des résultats.

On constate que toutes les courbes admettent le même profil. Une hausse de la contrainte dans les premiers temps de la déformation qui correspond à la déformation élastique de l'échantillon. Puis une stabilisation de la contrainte pour des déformations plus importantes. L'aspect des courbes enregistrées est d'ailleurs très similaire à celui obtenu pour l'expérience PP069. Les deux courbes obtenues pour la même vitesse de déformation se superposent bien et indiquent, là encore, une bonne reproductibilité des résultats. Enfin, on constate que toutes les courbes ont atteint un plateau de contrainte.



<u>Figure IV.1</u>: Courbes rhéologiques obtenues à 3 kbar, 900°C pour différentes vitesses de déformation. Chaque couleur représente une vitesse de déformation différente.

Au vu de ces résultats, l'expérience PP069 semble incomplète (plateaux non atteints, même contrainte mesurée pour des vitesses différentes) et les résultats rhéologiques obtenus pour cette expérience ne seront pas utilisés.

<u>Chapitre IV</u>

N° expérience	Susp. initiale	ϕ_{s}	Longueur	Diamètre	$H_2O_{liquide}$	Р	Т	B	3	Contribution jaquette				
			(mm)	(mm)	(% pds)	(kbar)	(°C)	(s ⁻¹)		(%)				
								1.10^{-5}	0,008	3,88				
										5.10-5	0,012	4,41		
DD060	#12	0.28 4.508 14.01 7.10 2 000	1.10^{-4}	0,022	5,07									
PP009	#15	0,58	4,308	14,91	7,10	3	900	900	900	900	900	5.10^{-4}	0,410	5,39
									1.10^{-3}	0,041	5,50			
								1.10 ⁻³	0,035	5,26				
								5.10 ⁻⁵	0,011	8,72				
								1.10^{-4}	0,011	9,14				
PP070	#13	0,38	9,083	14,95	7,10	3	900	5.10 ⁻⁴	0,020	10,21				
								1.10^{-3}	0,042	10,74				
								1.10 ⁻³	0,048	11,20				

<u>Tableau IV.1</u> : Tableau récapitulatif des différentes expériences déformées en compression en presse Paterson. Une photographie d'une expérience brute représentative est montrée en bas du tableau.



2. Calcul de la viscosité apparente

Les viscosités apparentes représentées sur la figure IV.2.a sont calculées en prenant la valeur maximale de la contrainte σ pour l'expérience PP070. Les valeurs mesurées sont décrites dans la figure IV.2.b.



b	PP070	
$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	log η (Pa.s)	σ (10 ⁵ Pa)
$5,0.10^{-5} \text{ s}^{-1}$	8,91	1,69
1,0.10 ⁻⁴ s ⁻¹	8,73	1,92
$5,0.10^{-4} \text{ s}^{-1}$	8,38	2,91
1,0.10 ⁻³ s ⁻¹	8,10	3,18
$1,0.10^{-3} \text{ s}^{-1}$	8,14	3,29

<u>Figure IV.2</u> : Caractéristiques rhéologiques de la suspension. (a) Log de la viscosité apparente en fonction de la vitesse de déformation. (b) Tableau des valeurs des viscosités apparentes η et contraintes compressives σ en fonction de la vitesse de déformation. (c) Log de la contrainte en fonction du log de la vitesse de déformation. La pente indique la valeur de l'exposant de contrainte *n*.

L'exposant de contrainte obtenu par la pente du graphique $\log \varepsilon$ vs $\log \sigma$ indique une valeur d'environ 3,6 (figure IV.2.c). Cette valeur est représentative d'une suspension exhibant un comportement non-Newtonien, de type rhéofluidifiant. Ce comportement est associé à une baisse de la viscosité apparente en fonction de la vitesse de déformation (figure IV.2.a). La viscosité baisse de moins d'un ordre de grandeur entre $\dot{\varepsilon} = 7.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ($\eta_{app} = 10^{8.91} \text{ Pa.s}$) et $\dot{\varepsilon} = 8.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ($\eta_{app} = 10^{8.14} \text{ Pa.s}$). Bien que l'échantillon PP069 ait été considéré comme « incomplet » au sens rhéologique, ceci n'a pas affecté les microstructures qui se sont développées lors de la déformation. Le chapitre suivant présente donc les données structurales et chimiques obtenues pour l'échantillon PP069.

II. <u>Présentation des fabriques de forme (PP069)</u>

La figure IV.3 présente les excentricités des ellipses tensorielles moyennes de la fabrique de forme R et les orientations de ces ellipses α en fonction de la hauteur de l'échantillon.



<u>Figure IV.3</u>: Excentricité de l'ellipse de la fabrique de forme (R) et orientation de l'axe long de l'ellipse moyen (α) sur toute la hauteur de la section [YZ]. Chaque symbole représente la valeur moyenne tensorielle prise sur une image MEB.

On constate au niveau de la partie haute de l'échantillon une excentricité R très faible (R<1,05) associée à une direction d'orientation vers 35° par rapport à la perpendiculaire à la direction de compression. On peut ensuite observer une hausse de l'excentricité de l'ellipse tensorielle moyenne vers R = 1,05 et qui va rester constante sur toute la section. Cette excentricité est associée à deux orientations distinctes. Une première orientation vers 20° par rapport à la perpendiculaire à la direction de compression et située en haut de l'échantillon, entre -0,5 mm et -1,6 mm. Cette orientation va progressivement s'orienter vers -30° par

rapport à la perpendiculaire à la direction de compression au niveau de la partie centrale de l'échantillon, entre -1,6 mm et -2,5 mm. Puis on retrouve progressivement la première orientation vers 20° par rapport à la direction de cisaillement entre -2,5 mm et -3,5 mm. Ces deux organisations sont quasi symétriques par rapport à l'échantillon avec un axe de symétrie vers -2 mm.

1. Fabrique pénétrative horaire

L'étude des microstructures présentes au sein d'une section [YZ] de cet échantillon a montré deux organisations cristallines prépondérantes. La première organisation structurale est représentée par la figure IV.4.a.



<u>Figure IV.4</u>: Orientation préférentielle de forme d'une fabrique horaire. (a) Image MEB prise au cœur de la section [YZ]. Les traits rouges représentent les axes longs des ellipses locales tensorielles de fabrique de forme. (b) Ellipses tensorielles locales de fabrique de forme. Les valeurs de l'excentricité de l'ellipse moyenne (R) ainsi que la direction d'orientation de l'axe long de cette ellipse (α) sont indiquées au dessus de l'ellipse. (c) Rose des directions regroupant les axes longs des ellipses locales tensorielles. La direction d'orientation maximum est indiquée en noir.

L'excentricité de l'ellipse moyenne de la fabrique de forme est de 1,044 et est associée à une direction d'orientation de -28,70° par rapport à la perpendiculaire à la direction de compression (figure IV.4.b). Les axes longs des ellipses tensorielles locales indiquent un maximum d'orientation vers -33° par rapport à la perpendiculaire à la direction de compression (figure IV.4.c).

Afin de confirmer ces valeurs, les cristaux présents dans le cadre noir de la figure IV.4.a ont été individualisés manuellement puis coloriés suivant leurs directions d'orientation par le logiciel SPO2003. Les résultats sont présentés sur la figure IV.5.a.



<u>Figure IV.5</u>: Orientations individuelles des cristaux d'une fabrique horaire (figure IV.4). (a) Cristaux coloriés suivant leurs orientations. (b) Rose de couleurs des orientations. (c) Rose des directions des orientations individuelles des cristaux. La valeur maximale est indiquée en noir.

La rose des orientations individuelles des cristaux indique un maximum d'orientation vers -33° par rapport à la perpendiculaire à la direction de compression (figure IV.5.c). Ces résultats confirment l'orientation préférentielle obtenue précédemment par la méthode des intercepts.

3. Fabrique pénétrative anti-horaire

La seconde organisation, située 1 mm plus bas dans l'échantillon que la précédente organisation, est illustrée par la figure IV.6.a.



<u>Figure IV.6</u>: Orientation préférentielle de forme d'une fabrique anti-horaire. (a) Image MEB prises au cœur de la section [YZ]. Les traits rouges représentent les axes longs des ellipses locales tensorielles de fabrique de forme. (b) Ellipses tensorielles locales de fabrique de forme. Les valeurs de l'excentricité de l'ellipse moyenne (R) ainsi que la direction d'orientation de l'axe long de cette ellipse (α) sont indiquées au dessus de l'ellipse (c) Rose des directions regroupant les axes longs des ellipses locales tensorielles. La direction d'orientation maximum est indiquée en noir.

L'excentricité de l'ellipse tensorielle moyenne de la fabrique de forme est de 1,080 et est associée à une direction d'orientation de 14,95° par rapport à la perpendiculaire à la direction de compression (figure IV.6.b). Les axes longs des ellipses tensorielles locales indiquent un maximum d'orientation vers 18° (figure IV.6.c). On peut aussi observer une orientation assez prononcée vers -33° par rapport à la perpendiculaire à la direction de compression.

Comme précédemment, les cristaux présents dans le cadre noir de la figure IV.6.a ont été individualisés manuellement puis coloriés suivant leurs directions d'orientations par le logiciel SPO2003. Les résultats sont présentés sur la figure IV.7.a.



<u>Figure IV.7</u>: Orientations individuelles des cristaux d'une fabrique anti-horaire (figure IV.6). (a) Cristaux coloriés suivant leurs orientations. (b) Rose de couleurs des orientations. (c) Rose des directions des orientations individuelles des cristaux. La valeur maximale est indiquée en noir.

La rose des orientations individuelles des cristaux indique un maximum d'orientation vers 28° par rapport à la perpendiculaire à la direction de compression (figure IV.7.c). De plus, on observe la présence d'une orientation secondaire vers -33° par rapport à la perpendiculaire à la direction de compression. Ces résultats confirment les orientations préférentielles obtenues par la méthode des intercepts.

III. Morphologie des cristaux

L'histogramme de répartition des axes courts et des axes longs des cristaux de la fabrique pénétrative horaire a pu être établi (figure IV.8.a et b) et montre que les axes longs sont compris entre 0 μ m et 28 μ m, avec un maximum entre 6 μ m et 8 μ m et une taille moyenne de 8,81 μ m \pm 4,88 μ m. Les axes courts sont quant à eux compris entre 0 μ m et 11 μ m, avec un maximum entre 1 μ m et 2 μ m et une taille moyenne égale à 2,63 μ m \pm 1,80 μ m.

Concernant la fabrique pénétrative anti-horaire (figure IV.8.c et d), les axes longs sont compris entre 0 μ m et 28 μ m, avec un maximum entre 6 μ m et 8 μ m et une taille moyenne de 8,41 μ m \pm 4,15 μ m. Les axes courts sont quant à eux compris entre 0 μ m et 11 μ m, avec un maximum entre 2 μ m et 3 μ m et une taille moyenne égale à 2,70 μ m \pm 1,35 μ m.

Les valeurs moyennes des rapports de forme des cristaux sont respectivement de R = $3,67 \pm 1,75$ et de R = 3,34 + 1,55 pour les fabriques horaires et anti-horaires.



<u>Figure IV.8</u> : Histogrammes de répartition des tailles de grains. Axes longs des cristaux des fabriques horaire (a) et anti-horaire (c). Axes courts des cristaux des fabriques horaire (b) et anti-horaire (d).

On peut donc constater qu'aucune réduction de taille n'est visible entre les cristaux composant les deux fabriques précédemment décrites.

123

IV. <u>Composition chimique des cristaux</u>

Pour vérifier l'homogénéité chimique de l'échantillon déformé, des analyses à la microsonde électronique ont été effectuées (figure IV.9).

<u>Figure IV.9</u>: Composition chimique des cristaux d'une suspension déformée contenant $\phi_s = 0,38$. (a) Tableau indiquant les compositions en poids d'oxyde et les formules structurales (calculées sur la base de 5 cations) pour des plagioclases situés au sein de l'échantillon PP069. Le nombre de mesures est indiqué par la valeur de *n*. Les écarts types sont indiqués en italique. An = pourcentage molaire du composant anorthite, calculé par le rapport Ca/(Ca+Na). (b) Histogramme de la fraction d'anorthite en fonction de la population cristalline. Les valeurs des cristaux de l'expérience PP069 sont représentées en rouge, ceux de la suspension #13 avant déformation en gris.

Les compositions chimiques obtenues montrent une bonne homogénéité des cristaux. On pourra toutefois remarquer que la somme des alcalins est un peu faible (Ca+Na = 0,96) sans doute due à l'analyse d'une petite quantité de verre résiduel lors des mesures des cristaux (figure IV.9.a). L'histogramme de répartition des fractions d'anorthite indique des valeurs comprises entre 0,32 et 0,35, avec un maximum entre 0,33 et 0,34. Ces valeurs sont similaires à celles de la suspension initiale non déformée, indiquant que les expériences de déformation ont été effectuées sans que l'équilibre chimique établi lors de la synthèse ait été perturbé (figure IV.9.b).



V. Composition chimique du verre résiduel

T

Comme il a été vu pour les échantillons de suspensions avant déformation, les analyses de verre à la microsonde électronique ne se sont pas avérées satisfaisantes, le sodium n'étant pas bien corrigé. Les analyses faites sur des verres interstitiels d'une suspension de $\phi_s = 0,38$ (PP069) sont comparées avec les compositions calculées par bilan de masse de ce même verre en supposant que la charge cristalline ne change pas suite à la déformation (tableau IV.1). Les résultats montrent une différence assez importante entre les deux compositions (presque 2% de sodium n'est pas corrigé). De plus, le rapport (Na+2Ca)/Al, est très inférieur à 1 dans le cas de la composition mesurée et apporte un autre argument en faveur d'un déficit de sodium lors des analyses. Il sera donc utilisé la composition chimique du verre résiduel calculée par bilan de masse (Tableau V.2).

Tableau IV.2 :	Compositions	chimiques	des	verres	résiduels	d'une	suspension	déformée	contenant
$\phi_{\rm s} = 0,38 \ ({\rm PP0})$	69).								

0 20

φ_{s}			
		(PP069))
	analysée (n=11)	σ	calculée
SiO ₂	75,84	0,45	73,93
Al_2O_3	16,26	0,19	16,50
Na ₂ O	6,45	0,46	8,18
CaO	1,45	0,09	1,40
Total	100,00		100,00
Qtz	38,23		23,87
Ab	54,58		69,21
An	7,19		6,92
(Na+2Ca)/Al	0,81		0,97

Les analyses à la microsonde électroniques sont corrigées en sodium selon le protocole détaille au Chapitre II V.2. p.56. Les compositions calculées sont obtenues pare bilan de masse en supposant que la charge cristalline reste constante ($\phi_s = 0,38$) lors de la déformation (cf. Chapitre II. IX. p.69). Les données sont indiquées en poids d'oxyde et normalisées à 100. Le nombre de mesures est indiqué par la valeur de *n*. Les écarts types sont indiqués en italique. Les pourcentages en quartz (Qtz), albite (Ab) et anorthite (An) normatifs sont indiqués. Le rapport (Na+2Ca)/Al est très inférieur à 1 dans le cas des analyses ce qui montre un déficit en Na non complètement compensé.

La composition chimique recalculée du verre résiduel a été reportée dans le diagramme ternaire Qz-Ab-An (figure IV.10). La composition des plagioclases après déformation ainsi que les plagioclases et le verre résiduel avant déformation (#13) ont aussi été reportées.



<u>Figure IV.10</u>: Compositions chimiques du verre résiduel et des plagioclases reportées dans un diagramme ternaire Qz-Ab-An. La courbe cotectique (en noir) et les compositions des phases coexistantes sont indiquées pour $PH_2O = 2$ kbar (*Johannes et Holtz, 1996*). Les lignes pointillées relient les phases coexistantes (indiquées par les cercles) pour des températures de 790°, 830 et 900°C. Les points noirs représentent les points eutectiques pour le système binaire Qz-An et Qz-Ab. La composition de départ $HAn_{20}Q_{15}$ est indiquée par un rond rouge. La composition chimique du verre résiduel de l'expérience après déformation PP069 est indiquée par un rond violet et avant déformation par un rond vide noir. La composition des plagioclases analysés dans l'échantillon PP069 est indiquée par un rond vide bleu. Verres et plagioclases synthétiques obtenus pour la suspension déformée sont reliés par une ligne de conjugaison.

On constate que les compositions du verre résiduel ainsi que des plagioclases s'alignent en passant par la composition initiale $HAn_{20}Q_{15}$, indiquant la bonne véracité des compositions calculées.

De plus, on constate que les compositions des plagioclases et du verre résiduel de la suspension déformée sont identiques à celles dans la suspension avant déformation.

VI. Influence des bulles

La fraction de bulle globale a été mesurée par analyse d'image sur la section [YZ] de l'expérience PP069. Les résultats montrent un pourcentage surfacique égal à environ 4,5%, qui est tout à fait similaire au pourcentage trouvé pour la suspension initiale correspondante $(4,52\% \pm 0,21\%)$ (cf. Chapitre III. III.6 p.107). Ce pourcentage étant assez faible, la fraction de bulle présente n'influe pas, ou peu, la rhéologie de la suspension (*Lejeune et al., 1999; Bagdassarov et Pinkerton, 2004*).

Expériences de déformation en torsion
DEFORMATION EN TORSION

Quinze expériences de déformation en torsion ont été réalisées sur des suspensions contenant entre $\phi_s = 0,50$ et 0,75. Ces suspensions ont été déformées à 3 kbar, 800°C, pour des vitesses de déformation allant de $\dot{\gamma} = 9,5.10^{-6} \text{ s}^{-1}$ à $\dot{\gamma} = 9,8.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et des taux de déformation finie compris entre $\gamma = 0,5$ et 3,2. Les données expérimentales sont indiquées dans le tableau V.1 et les aspects extérieurs des expériences représentatives brutes sont présentées dans la planche A (les photographies des autres expériences sont représentées en annexe A1 p.255).

I. Données mécaniques

1. Mesure de la contrainte différentielle

Les courbes rhéologiques obtenues pour chaque fraction cristalline, en fonction de la vitesse de déformation $\dot{\gamma}$ et du taux de déformation finie γ , sont représentées sur la figure V.1. Les courbes concernant les suspensions à hautes cristallinités ($\phi_s = 0,62$ et 0,75) ont été obtenues par des expériences de déformation en palier sur un seul échantillon. Les autres courbes ont été obtenues par des expériences en continu où une courbe correspond à un échantillon déformé. Toutes les données présentées sont corrigées de la contribution mécanique des jaquettes (valeurs des contributions présentées dans le tableau V.1).

Toutes les courbes rhéologiques obtenues montrent une hausse de la contrainte dès les premiers temps de la déformation. Cette hausse correspond à la déformation élastique de la suspension. Les valeurs maximales atteintes par le pic de la contrainte sont variables et croissantes avec la vitesse de déformation. A $\phi_s = 0,50$, quatre expériences ont été réalisées à des vitesses de déformation allant de $\dot{\gamma} = 5.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ à $\dot{\gamma} = 1.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ pour un taux de déformation fini de 0,5. Pour les faibles vitesses ($\dot{\gamma} = 5.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ et $\dot{\gamma} = 1.10^{-4} \text{ s}^{-1}$), le maximum de la contrainte est suivi par un plateau alors que pour les plus fortes vitesses ($\dot{\gamma} = 1.10^{-3} \text{ s}^{-1}$) il est suivi par un adoucissement assez net. La courbe de l'expérience PP061 montre une bonne reproductibilité des conditions expérimentales par rapport à l'expérience PP060.

A $\phi_s = 0.52$, quatre expériences ont été réalisées pour des vitesses de déformation différentes, allant de $\dot{\gamma} = 9.10^{-6} \text{ s}^{-1}$ à $\dot{\gamma} = 1.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et un taux de déformation finie compris entre $\gamma = 0.5$ et

 $\gamma = 4$. Comme précédemment, le maximum de contrainte est suivi par un très léger plateau puis par un adoucissement pour des déformations plus fortes (PP041 et PP043). Cet adoucissement semble s'estomper vers les larges déformations (PP041).

A $\phi_s = 0,58$ de cristaux, quatre expériences ont été réalisées. Trois avec des vitesses de déformation différentes allant de $\dot{\gamma} = 5.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ à $\dot{\gamma} = 1.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ pour un même taux de déformation finie $\gamma = 0.5$. Une quatrième expérience a été réalisée à $\dot{\gamma} = 1.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ pour un taux de déformation finie de $\gamma = 1.8$. Les courbes montrent une baisse importante de la contrainte jusque $\gamma \approx 0,5$ correspondant à un adoucissement de celle-ci. Enfin, pour les plus fortes déformations, cet adoucissement semble s'estomper. On peut aussi remarquer que les deux courbes déformées dans les mêmes conditions expérimentales se superposent assez bien, montrant une bonne reproductibilité des résultats.

Enfin, les expériences à hautes cristallinités ($\phi_s = 0,62$ et 0,75) ont été réalisées par palier de déformations successives, avec respectivement quatre vitesses de déformation ($\dot{\gamma} = 8.10^{-6} \text{s}^{-1}$ à $\dot{\gamma} = 1,7.10^{-4} \text{ s}^{-1}$) et trois vitesses de déformation ($\dot{\gamma} = 5.10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\gamma} = 1.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $\dot{\gamma} = 2.10^{-4} \text{ s}^{-1}$). Après la hausse de la contrainte, la courbe montre une évolution quasi-stable de celle-ci en fonction de la déformation. Une expérience indépendante (PP078) comportant $\phi_s = 0,62$ a été réalisée à environ $\dot{\gamma} = 4.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ et pour un taux de déformation d'environ 0,38 γ pour vérifier la reproductibilité des résultats. On peut observer une bonne superposition des courbes obtenues dans les mêmes conditions expérimentales indiquant là encore une bonne reproductibilité des résultats.

N° expérience	Susp. initiale	ϕ_{s}	Longueur	Diamètre	$H_2O_{liquide}$	Р	Т	Ϋ́	γ	Contribution jaquette
			(mm)	(mm)	(% pds)	(kbar)	(°C)	(s ⁻¹)		(%)
PP058			4,343	14,90				9,9.10 ⁵	0,55	14
PP059	#11	0.50	4,242	14,91	6,50	3	800	$5.1.10^{-5}$	0,55	34
PP060		0,50	3,905	14,91				9,8 .10 ⁻⁴	0,61	14
PP061			3,561	14,91				9,4.10 ⁻⁴	0,55	19
PP032			6,178	14,93				9.5.10 ⁻⁶	0,50	45
PP038	# 07	0,52	4,781	14,90	6,75	3	800	$4,0.10^{-5}$	0,50	13
PP041	# 07		5,273	14,92				$1.0.10^{-4}$	3,20	13
PP043			4,769	14,90				1,1.10 ⁻⁴	1,40	12
PP029			4,989	14,92	6,55	3	800	8 ,9.10 ⁻⁴	1,40	10
PP030	11.00	0,58	5,467	14,93				9,2.10 ⁻⁴	0,50	9
PP031	# 06		7,875	14,93				$1.0.10^{-4}$	0,50	8
PP053			3,969	14,91				4.5.10 ⁻⁵	0,50	7
PP078			4,950	14,97				4.0.10 ⁻⁵	0,38	14
PD00/	#16	0,62	4,140	14,97	6,63	3	800	$8,0.10^{-6}$	0,08	20
								$4,0.10^{-5}$	0,11	13
PP086								8,0.10 ⁻⁵	0,10	13
								$1.7.10^{-4}$	0,10	12
								5.10 ⁻⁵	0,16	23
PP081	#15	0,75	6,007	9,91	/	3	800	1.10^{-4}	0,19	13
								2.10^{-4}	0,18	18

<u>Tableau V.1</u> : Tableau récapitulatif des différentes expériences déformées en torsion en presse Paterson.



<u>Planche A</u> : Photographies des expériences représentatives brutes déformées en torsion. (a) PP058, (b) PP060, (c) PP038 (d) PP030 (e) PP086 (f) PP081. Les pourcentages de cristaux sont indiqués sur chaque image. Les taux de déformation recalculés géométriquement sont indiqués à coté du marqueur de la déformation (trait noir sur la figure).





<u>Figure V.1</u> : Courbes rhéologiques obtenues en torsion pour chaque fraction cristalline à différentes vitesses de déformation.

2. Calcul de l'exposant de contrainte de la loi d'écoulement et des viscosités apparentes

L'un des paramètres qui va caractériser le mode d'écoulement des suspensions magmatiques est l'exposant de contrainte n de la loi de fluage. En effet, cet exposant permet de déterminer le caractère newtonien ou non de la suspension et est directement relié à la vitesse de déformation de la suspension tel que :

$\dot{\gamma} = A \tau^n \exp(-Q/RT)$

où $\dot{\gamma}$ est la vitesse de déformation, τ la contrainte, *n* l'exposant de la loi de contrainte, Q l'énergie d'activation, R la constante des gaz parfait, T la température et A un facteur préexponentiel.

Les résultats obtenus pour chaque suspension magmatique sont présentés sur la figure V.2 et dans le tableau V.2. Au vu de la réponse rhéologique de l'expérience PP041 (maximum de la contrainte inférieur à l'expérience PP038 dont la vitesse est pourtant plus faible), ses valeurs n'ont pas été prises en compte dans le calcul de l'exposant de contrainte.



<u>Figure V.2</u>: Rhéogramme indiquant la valeur de l'exposant de contrainte *n* pour chaque fraction cristalline. L'exposant de contrainte est égal à la pente de la droite dans le graphe log de la vitesse angulaire ($\dot{\theta}$) vs log du moment interne maximal (M). Les valeurs de l'exposant de contrainte n en fonction de la fraction cristalline sont reportées dans l'encadré en bas du graphique.

Dans le cas de toutes nos suspensions, on constate que l'exposant de la loi de contrainte *n* est supérieur à 1 (figure V.2), impliquant un caractère non newtonien et rhéofluidifiant des suspensions. On peut aussi constater que la valeur de cet exposant est stable et égal à environ 3 sur l'ensemble de la gamme de cristallinité étudiée sauf pour la suspension contenant $\phi_s = 0,58$ où l'on observe une hausse de *n* qui atteint 4 (figure V.2).

Ces résultats sont en accord avec ceux de la littérature qui définissent les suspensions fortement chargées en cristaux comme non-newtoniennes (*Fernandez et Gasquet, 1994;*

Lejeune et Richet, 1995; Vigneresse et al, 1996; Rosenberg et Handy, 2005; Champallier et al, 2008).

A l'aide des courbes rhéologiques obtenues, il est possible de déterminer la viscosité apparente d'une suspension, pour un taux de déformation donné (cf. Eq.II.9 p.44). Les viscosités apparentes calculées à différents taux de déformation pour chaque suspension déformée sont présentées dans le tableau V.2.

φs	п	$\dot{\theta}$ (rad.s ⁻¹)	$\dot{\gamma}$ (s ⁻¹)	Moment M (N.m)	log η (Pa.s)			
					τmax	$\gamma = 0,5$	$\gamma = 1,4$	$\gamma = 3,2$
		2,9.10 ⁻⁵	5,1.10 ⁻⁵	1,05	10,47	10,43		
0.50	2.1	5,7.10-5	9,9.10 ⁻⁵	1,40	10,27	10,27		
0,30	5,1	5,1.10-4	9,8.10 ⁻⁴	2,47	9,50	9,35		
		4,5.10-4	9,4.10 ⁻⁴	2,59	9,55	9,40		
		7,9.10 ⁻⁶	9,6.10 ⁻⁶	1,25	11,20	11,16		
0.52	2.0	2,6.10-5	4,0.10 ⁻⁵	2,00	10,83	10,80		
0,52	2,8	6,6.10 ⁻⁵	1,1.10 ⁻⁴	2,63	10,49	10,46	10,24	
		7,1.10 ⁻⁵	1,0.10 ⁻⁴	1,68	10,33	10,28	10,04	9,95
		2,3.10 ⁻⁵	4,5.10 ⁻⁵	3,30	11,01	10,79		
0.58	4	9,3.10 ⁻⁵	1,0.10 ⁻⁴	4,47	10,78	10,56		
0,58	4	6,9.10 ⁻⁴	9,2.10 ⁻⁴	7,63	10,10	9,78		
		6,3.10 ⁻⁴	8,9.10 ⁻⁴	6,92	9,96	9,80	9,68	
		4,3.10 ⁻⁶	8,0.10 ⁻⁶	1,81	11,46			
		2,7.10 ⁻⁵	4,0.10-5	3,75	11,07			
0,62	2,8	2,3.10 ⁻⁵	4,0.10 ⁻⁵	3,83	11,07			
		4,4.10-5	8,0.10-5	4,47	10,85			
		9,2.10 ⁻⁵	$1,7.10^{-4}$	5,20	10,60			
		5,3.10-5	5,0.10 ⁻⁴	1,76	11,23			
0,75	2,7	$1,2.10^{-4}$	1,0.10 ⁻⁴	2,50	11,00			
		2,4.10-4	2,0.10-4	3,01	10,80			

<u>Tableau V.2</u>: Viscosités apparentes (η) calculées pour toutes les suspensions déformées en torsion, à différentes vitesses de déformation ($\dot{\gamma}$) et taux de déformation (γ). ϕ_s est la fraction cristalline, *n* l'exposant de la loi de contrainte, $\dot{\theta}$ la vitesse angulaire et M le moment interne maximal.

La figure V.3 montre l'évolution de la viscosité apparente des suspensions en fonction de la vitesse de déformation. Sur ce graphique, toutes les viscosités apparentes ont été calculées à partir de la valeur maximale de la contrainte atteinte pour chaque courbe rhéologique (τ_{max}).



<u>Figure V.3</u> : Log de la viscosité apparente en fonction de la vitesse de déformation pour toutes les fractions cristallines.

On peut observer que toutes les courbes montrent une forte baisse de la viscosité pour les faibles vitesses. Cette baisse s'atténue lorsque la vitesse de déformation augmente et est caractéristique d'un comportement de type rhéofluidifiant.

II. Présentation des différentes fabriques de forme

1. Bordures des échantillons : bulbe d'ombre de contrainte

Les structures présentes au niveau des parties hautes et basses de toutes les suspensions déformées sont identiques et sont représentées par la figure V.4 qui concerne l'échantillon PP038 (tableau V.I).



<u>Figure V.4</u>: Orientation préférentielle de forme aux bordures des échantillons. (a) Image MEB représentative des parties hautes et basses des différents échantillons déformées en torsion (ici PP038, $\dot{\gamma} = 4.10^{-5} \text{ s}^{-1}$). Les traits rouges représentent les axes longs des ellipses locales tensorielles de fabrique de forme. (b) Ellipses tensorielles locales de fabrique de forme. Les valeurs de l'excentricité de l'ellipse moyenne (R) ainsi que la direction d'orientation de l'axe long de cette ellipse (α) sont indiquées au dessus de l'ellipse. (c) Rose des directions regroupant les axes longs des ellipses locales tensorielles. La direction d'orientation maximum est indiquée en noir.

On observe une très faible excentricité moyenne de la fabrique de forme (R = 1,026), indiquant que la fabrique est faiblement anisotrope, et une orientation indiquée par l'axe long de l'ellipse moyenne tensorielle, d'environ 89,57° par rapport à la direction de cisaillement (figure V.4 b). Un maximum d'orientation des axes longs des ellipses ressort vers 83° par rapport à la direction de cisaillement et confirme l'orientation obtenue par l'ellipse moyenne tensorielle. Cette orientation, identique à celle observée pour les suspensions avant déformation, montre que les parties basales et sommitales des échantillons n'ont pas subi de déformation. Ces observations indiquent la présence d'un bulbe géométrique au niveau des zones hautes et basses des échantillons ne subissant pas les contraintes appliquées et, par conséquent, ne soumettant pas la suspension à une déformation (figure V.5).



Figure V.5 : Représentation schématique du bulbe d'ombre de contrainte.

2. Fabrique pénétrative

a. Evolution générale

L'évolution de l'excentricité de l'ellipse tensorielle moyenne R de la fabrique cristalline (ou intensité de la fabrique) ainsi que la direction d'orientation α de l'axe long de cette ellipse à travers la section [XZ] de l'ensemble des échantillons déformés en torsion contenant $\phi_s = 0,50$ et 0,52 sont représentés sur la figure V.6. On constate que toutes les expériences montrent les mêmes profils. Les directions d'orientation au niveau des parties hautes et basses des échantillons sont généralement proches de 90° par rapport à la direction de cisaillement et sont associées à une excentricité très faible. Ces zones correspondent au bulbe d'ombre de contrainte précédemment décrit. Suivant l'épaisseur de ce bulbe, il est possible qu'il ne transparaisse pas au niveau des orientations moyennes, comme pour l'expérience contenant PP043. Celui-ci est tout de même présent, comme le montre l'apparence extérieure de l'échantillon (cf. annexe A2 p.262).

Les parties centrales montrent toutes des directions d'orientation vers 45° par rapport à la direction de cisaillement, associées à une hausse de l'intensité de la fabrique avec la vitesse de déformation. On pourra toutefois remarquer une zone de moindre déformation pour les expériences contenant $\phi_s = 0,50$, associée à une baisse de l'intensité de la fabrique et même à une direction d'orientation proche de 120° à faible vitesse (PP059). Cette zone, localisée au

milieu de la section étudiée, provient sans doute d'un effet géométrique du système qui va imposer un léger gradient de déformation des parties extérieures de l'échantillon vers le centre, conduisant à une moindre déformation de ces zones à faible déformation. Cet effet n'est toutefois pas visible pour les autres expériences.

On peut aussi noter qu'à même vitesse de déformation, les directions d'orientation sont bien mieux réglées à $\phi_s = 0,52$ qu'à $\phi_s = 0,5$ et sont associées à des intensités de fabrique plus importantes comme le montre les valeurs de l'excentricité de l'ellipse tensorielle de forme. Ces intensités sont d'ailleurs croissantes avec le taux de déformation et passent de 1,10 (PP043) à 1,25 (PP041).

Seule l'expérience PP060 ne montre pas ces évolutions. Cet échantillon a développé une bande de localisation horizontale au niveau du contact avec l'alumine située à sa base, impliquant une très faible déformation du reste de l'échantillon (cf. annexes A1 p.257 et B1 p.272). Ainsi, on observe des directions d'orientation assez variables autour de 70° par rapport à la direction de cisaillement et des intensités de fabrique très faibles et constantes. Seule la partie basse montre une direction d'orientation tendant vers 20° par rapport à la direction de cisaillement, associée à une très légère hausse de l'intensité de la fabrique et correspondant à la zone de la localisation de la déformation.



<u>Figure V.6</u>: Excentricité de l'ellipse tensorielle moyenne de forme (R) et orientation de l'axe long de l'ellipse tensorielle moyenne (α) sur la toute la hauteur de la section [XZ] pour les échantillons déformés de $\phi_s = 0,50$ et 0,52. Chaque couleur correspond à une vitesse de déformation et à un échantillon différents (cf. tableau V.I pour le détail des conditions expérimentales). Chaque symbole représente la valeur moyenne calculée sur une image MEB.

b. Etude des microstructures

Les figures V.7.a et V.8.a montrent les structures obtenues respectivement pour PP058 et PP043. Les structures obtenues au sein des autres échantillons sont présentées dans les annexes B1 p.269 et B2 p.273. On peut observer la présence d'une fabrique de type pénétratif recoupée par une bande de cisaillement, orientée à environ -20°/-25° par rapport à la direction

de cisaillement. Ces bandes, d'environ 40 μ m d'épaisseur, sont bordées par deux gradients de déformation symétriques, d'environ 10 μ m à 15 μ m d'épaisseur, indiquant un cisaillement dextre.

Les directions d'orientation des ellipses tensorielles moyennes sont de $39,01^{\circ}$ et $35,15^{\circ}$ par rapport à la direction de cisaillement et sont associées à des excentricités plus faibles pour PP058 (R=1,050) que pour PP043 (R=1,127) (figure V.7.b et b'). Les orientations des axes longs des ellipses tensorielles locales montrent pour les deux suspensions des orientations pour les fabriques pénétratives de 48° et 43° par rapport à la direction de cisaillement et des orientations pour les bandes de cisaillement de 3° et 8° par rapport à la direction de cisaillement (figure V.7.c et c').



<u>Figure V.7</u>: Orientation préférentielle de forme d'une fabrique contenant $\phi_s = 0,50$. (a) Image MEB prises au cœur d'une section [XZ] de l'échantillon PP058 ($\dot{\gamma}$ =1.10⁻⁴ s⁻¹). Les traits rouges représentent les axes longs des ellipses locales tensorielles de fabrique de forme. La bande de cisaillement est délimitée par les traits pointillés jaunes. (b) Ellipses tensorielles locales de fabrique de forme. Les valeurs de l'excentricité de l'ellipse moyenne (R) ainsi que la direction d'orientation de l'axe long de cette ellipse (α) sont indiquées au dessus de l'ellipse. (c) Roses des directions regroupant les axes longs des ellipses locales tensorielles : en haut pour la fabrique pénétrative et en bas pour la bande de cisaillement. Les directions d'orientation maximales sont indiquées en noir.



<u>Figure V.8</u> : Orientation préférentielle de forme d'une fabrique contenant $\phi_s = 0,52$. (a) Image MEB prise au cœur d'une section [XZ] de l'échantillon PP043 ($\dot{\gamma} = 1.10^{-4} \text{ s}^{-1}$). Les traits rouges représentent les axes longs des ellipses locales tensorielles de fabrique de forme. Les bandes de cisaillement sont délimitées par les traits pointillés jaunes. (b) Ellipses tensorielles moyennes de la fabrique de forme. Les valeurs de l'excentricité de l'ellipse moyenne (R) ainsi que la direction d'orientation de l'axe long de cette ellipse (α) sont indiquées au dessus de l'ellipse. (c) Rose des directions regroupant les axes longs des ellipses locales tensorielles. Les directions d'orientation maximales sont indiquées en noir.

Afin de mieux caractériser les orientations individuelles des cristaux présents au sein de ces deux organisations cristallines, une petite partie de la figure V.8.a a fait l'objet d'une séparation manuelle des cristaux. Ces cristaux ont ensuite été coloriés suivant leur orientation par le logiciel SPO2003 (figure V.9). La figure V.9.b, qui regroupe les orientations individuelles des cristaux de la fabrique pénétrative, indique une distribution unimodale des cristaux avec une orientation préférentielle vers 43° par rapport à la direction de cisaillement. Cette orientation confirme les résultats obtenus à l'aide de la méthode des intercepts. La figure V.9.c regroupe les orientations des cristaux présents au sein de la bande de cisaillement. Elle indique une distribution des orientations individuelles des cristaux très bien

réglée avec un maximum d'orientation vers -3° par rapport à la direction de cisaillement. Ces résultats sont proches de ceux obtenus par la méthode des intercepts.



<u>Figure V.9</u>: Orientations individuelles des cristaux d'une fabrique de type pénétratif. (a) Image MEB prise au cœur d'une section [XZ] de l'échantillon PP043 (cf.figure V.8.a). Les traits rouges représentent les orientations locales de la fabrique. Les deux rectangles représentent deux zones où les cristaux de plagioclases ont été séparés manuellement : zone où la fabrique est pénétrative (en haut) et zone comprenant une bande de cisaillement (au milieu). Roses des directions des orientations individuelles des cristaux (b) pour la fabrique pénétrative et (c) pour les cristaux dans la bande de cisaillement. Les directions d'orientation maximales sont indiquées en noir.

3. Fabrique non pénétrative

a. Evolution générale

L'évolution de l'excentricité de l'ellipse tensorielle moyenne R ainsi que la direction d'orientation de l'axe long de cette ellipse α de la fabrique cristalline à travers la section [XZ] de l'ensemble des échantillons déformés en torsion et contenant $\phi_s = 0,58$ sont représentés sur la figure V.10. On constate pour tous les échantillons une direction d'orientation

perpendiculaire à la direction de cisaillement, associée à une intensité de fabrique très faible (toujours inférieure à 1,05). Ces caractéristiques rappellent celles du bulbe d'ombre de contrainte et les suspensions non déformées. On peut aussi remarquer à forte vitesse de déformation (PP030 - $\dot{\gamma} = 9,2.10^{-4} \text{ s}^{-1}$) des directions tendant vers une orientation parallèle à la direction de cisaillement. L'intensité de la fabrique est, elle, toujours très faible (inférieure à 1,05) quelle que soit la vitesse de déformation ou le taux de déformation appliqué.



<u>Figure V.10</u>: Evolution de l'excentricité de l'ellipse tensorielle moyenne R et de l'orientation de son axe long en fonction de la longueur de la section étudiée pour différents échantillons contenant $\phi_s = 0,58$. Chaque couleur correspond à une vitesse de déformation et à un échantillon différents (cf. tableau V.I pour le détail des conditions expérimentales). Chaque symbole représente la valeur moyenne calculée sur une image MEB.

b. Etude des microstructures

La figure V.11 montre les structures obtenues PP029. Les structures obtenues au sein des autres échantillons sont présentées dans l'annexe B3 p.277. On observe, tout d'abord, la présence d'une fabrique de type non pénétratif où les cristaux sont organisés de manière aléatoire et qui ne semble pas avoir subi de déformation. Cette fabrique est recoupée par une bande orientée à environ -10° par rapport à la direction de cisaillement, d'environ 40 µm à 50 µm d'épaisseur et à l'intérieures desquelles les cristaux sont de tailles visiblement plus

réduites que les cristaux environnants. Aucun gradient de déformation bordant les bandes de cisaillement n'est visible.

L'excentricité de l'ellipse tensorielle moyenne de la fabrique de forme est très faible (R=1,023) associée à une direction d'orientation vers -68,83° par rapport à la direction de cisaillement (figure V.11.b). Les orientations des axes longs des ellipses locales indiquent un maximum vers -88° par rapport à la direction de cisaillement, correspondant à la suspension environnante non déformée et une seconde orientation préférentielle vers 5° par rapport à la direction de cisaillement (figure V.11.c).



<u>Figure V.11</u> : Orientation préférentielle de forme d'une fabrique non pénétrative. (a) Image MEB prise au cœur d'une section [XZ] de l'échantillon PP029 ($\dot{\gamma}$ =8,9.10⁻⁴ s⁻¹). Les traits rouges représentent les axes longs des ellipses locales tensorielles de fabrique de forme. La bande de cisaillement est délimitée par les traits pointillés jaunes. (b) Ellipses tensorielles locales de fabrique de forme. Les valeurs de l'excentricité de l'ellipse moyenne (R) ainsi que la direction d'orientation de l'axe long de cette ellipse (α) sont indiquées au dessus de l'ellipse. (c) Rose des directions regroupant les axes longs des ellipses locales tensorielles. Les directions d'orientation maximales sont indiquées en noir.

Là encore, dans le but de mieux caractériser les orientations individuelles des cristaux présents au niveau de ces deux fabriques cristallines, une partie de la figure V.11.a a fait l'objet d'une séparation manuelle des cristaux (cadre noir sur la figure V.11.a). Cependant, compte tenu de la forte teneur en cristaux ainsi que de leur petite taille, notamment dans la bande de cisaillement, il a été impossible de les séparer individuellement sans perdre trop d'information. Les axes longs de cristaux ont donc été représentés par un trait qui sera ensuite analysé à l'aide du logiciel SPO2003 (figure V.12). Cette méthode permet de déterminer les orientations des cristaux mais ne permet pas de déterminer les valeurs des axes courts et donc les rapports de forme des cristaux.



<u>Figure V.12</u> : Orientations des axes longs des plagioclases de l'expérience PP029 (cf. figure V.10.a). (a) Deux zones ont été choisies : en dehors de la zone de cisaillement et dans la zone de cisaillement. Les couleurs représentent les orientations individuelles des cristaux. Roses des directions des orientations individuelles des cristaux présents (b) en dehors de la zone de cisaillement (n=324) et (c) dans la zone de cisaillement (n=307).

Les résultats obtenus montrent très clairement un maximum d'orientation vers -88° par rapport à la direction de cisaillement pour la fabrique environnante (figure V.12.b) et vers 3° par rapport à la direction de cisaillement au niveau de la bande de cisaillement (figure V.12.c). Les résultats obtenus à l'aide de cette méthode confirment les orientations obtenues grâce à la méthode des intercepts.

4. Fabriques indéterminées

Comme on a pu le montrer lors de l'analyse de suspensions non déformées (cf. Chapitre III p.94), l'utilisation de la méthode des intercepts pour déterminer les OPF des fabriques est inappropriée pour les hautes cristallinités (ϕ_s >0,62). La détermination des OPF des échantillons PP086 et PP081 n'a donc pu être réalisée. De plus, l'observation des images prises au MEB sur les sections [XZ] de ces deux expériences n'a révélé aucune microstructure visuelle bien définie (figures V.13 et V.14). Toutefois, pour l'expérience PP086, on peut observer localement l'orientation de certains cristaux parallèles à la direction de cisaillement et semblant définir une bande de localisation orientée elle aussi parallèlement à la direction de cisaillement (figure V.13). Cette bande de localisation est très fine, environ 10 μ m d'épaisseur, et est la seule observée sur toute la section étudiée.



<u>Figure V.13</u> : Image MEB prise au cœur de la section [XZ] de l'expérience PP086. On peut observer la présence d'une fine bande de localisation recoupant la fabrique globale de l'échantillon. Les plagioclases sont en gris clairs, le verre en gris moyen et les bulles en noires. La bande de cisaillement est encadrée par les pointillés jaunes.



<u>Figure V.14</u> : Image MEB prise au cœur de la section [XZ] de l'expérience PP081. Les plagioclases sont en gris clairs, le verre en gris moyen et les bulles en noir.

Un paramètre important caractérisant ces échantillons est la plus petite taille des cristaux par rapport à toutes les suspensions précédemment décrites. La figure V.15 montre deux images MEB prises au même grossissement de deux échantillons déformés contenant $\phi_s = 0,75$ (PP081) et $\phi_s = 0,58$ (PP053). On peut clairement observer la réduction de taille des cristaux entre les deux suspensions.



<u>Figure V.15</u> : Images MEB prises au cœur d'une suspension déformée contenant $\phi_s = 0,75$ (PP081) (a) et $\phi_s = 0,58$ (PP053) (b) à la même échelle d'observation. On peut noter la différence de taille des cristaux entre ces deux expériences.

Malheureusement, aucune séparation manuelle des cristaux n'est possible sans perdre trop d'information, notamment sur les valeurs des axes longs et des courts. Ainsi, le rapport de forme des cristaux de ces suspensions fortement cristallisées n'a pu être déterminé. Visuellement, il a cependant été possible de déterminer que ce rapport de forme se rapproche de 2, surtout pour l'expérience PP081.

III. Fabrique cristallographique

Afin de comparer les orientations préférentielles de forme des différentes structures obtenues en 2-D (méthode des intercepts et des moments d'inertie) avec les orientations préférentielles des réseaux cristallins en 3-D, des mesures de type EBSD ont été réalisées sur des cristaux présents dans les deux types de fabriques observées précédemment (pénétrative et non pénétrative).

1. Fabrique pénétrative

Pour confirmer tous les éléments structuraux indiquant la présence d'une bande de cisaillement (non fracture de grains, gradient de déformation, orientation différente de la fabrique environnante), des mesures ont été réalisées sur les cristaux présents au sein des bandes de cisaillement et dans la fabrique pénétrative (expérience PP043) afin de déterminer les orientations de leur réseau cristallin (figure V.16). A titre de comparaison, les mesures obtenues sur la suspension initiale non déformée (#07) ont aussi été reportées.



<u>Figure V.16</u> : Pôles figures des orientations cristallographiques préférentielles obtenues par méthode EBSD pour une fabrique de type pénétratif (PP043, $\dot{\gamma}$ =1.10⁻⁴ s⁻¹). (a) Cristaux présents dans la fabrique pénétrative (n=1642) et (b) dans la bande de cisaillement (n=456). Les projections des contours d'iso-valeurs sont effectuées sur l'hémisphère inférieur. L correspondant à la linéation minérale obtenue en 2-D (cf. figure V.9). Les pôles figures des orientations cristallographiques de la suspension non déformée correspondante (#07) ont été reportés en haut de la figure à titre de comparaison. (c) Représentation schématique d'un cristal d'oligoclase avec ses faces indexées.

La texture de la fabrique pénétrative est bien décrite par deux concentrations des plans {010} orientées perpendiculairement à la direction de linéation minérale observée en 2-D (43°, cf. figure V.9). Les figures des pôles des plans {100} et {001} montrent une dispersion des points parallèlement à la direction de linéation minérale (figure V.16.a).

La texture de la bande de cisaillement est représentée par une forte concentration des pôles du plan {010} perpendiculairement à la direction de linéation observée en 2-D (3°, cf. figure V.9) et une dispersion des pôles des plans parallèle à la direction de linéation (figure V.16.b).

Ces résultats montrent que les directions des orientations cristallographiques des plans principaux {010} des plagioclases sont similaires aux directions des orientations de la

fabrique de forme et des cristaux et confirment que les axes longs des cristaux sont compris dans le plan de la section [XZ] étudiée.

2. Fabrique non pénétrative

Comme pour la fabrique précédente, des mesures EBSD ont été réalisées sur des cristaux présents au sein de la fabrique non pénétrative et des bandes de cisaillement (expérience PP029). Les résultats sont reportés sur la figure V.17. A titre de comparaison, les mesures obtenues sur la suspension initiale non déformée (#06) ont aussi été reportées.



<u>Figure V.17</u> : Pôles figures des orientations cristallographiques préférentielles obtenues par méthode EBSD pour une fabrique de type non pénétratif (PP029, $\dot{\gamma} = 8,9.10^{-4} \text{ s}^{-1}$). (a) Cristaux présents dans la fabrique environnante (n=936) et (b) dans la bande de cisaillement (n=172). Les pôles figures des orientations cristallographiques de la suspension non déformée correspondante (#06) ont été reportés en haut de la figure à titre de comparaison. Les projections des contours d'iso-valeurs sont effectuées sur l'hémisphère inférieur. L correspondant à la linéation minérale obtenue en 2-D (cf. figure V.12) (c) Représentation schématique d'un cristal d'oligoclase avec ses faces indexées.

La texture de la fabrique environnante est bien décrite par une ceinture des plans {010} le long de l'axe X. Les figures des pôles des plans {100} et {001} montrent une distribution très dispersée avec un maximum de concentration des pôles parallèle à la très faible linéation minérale observée en 2-D (-88°, cf. figure V.12) (figure V.17.a).

La texture de la bande de cisaillement est représentée par une concentration des pôles du plan $\{010\}$ perpendiculairement à la direction de linéation observée en 2-D (3°, cf. figure V.12). Les pôles des plans $\{100\}$ et $\{001\}$ sont très dispersés et en trop faible nombre pour déduire une quelconque orientation (figure V.17.b). Le faible nombre de valeurs obtenues sur les cristaux présents dans la bande de cisaillement (n = 172) est du à leur très petite taille qui empêche une bonne indexation des cristaux et réduit donc fortement le nombre de mesure.

Ces résultats montrent donc une orientation cristallographique des plans {010} des cristaux de la fabrique environnante très faible et perpendiculaire à la direction de cisaillement. Cette orientation est similaire à celle obtenue pour l'orientation de la fabrique de forme de la suspension non déformée correspondante et confirment le fait que la fabrique environnante n'a pas subi de déformation. Les directions des orientations cristallographiques des plans {010} des cristaux de la bande de cisaillement sont parallèles à la direction de cisaillement et confirment les orientations de la fabrique de forme obtenue par la méthode des intercepts. On peut en déduire que les axes des cristaux visibles sur les images MEB sont les axes longs. Par conséquent, la réduction de taille des cristaux présents dans la bande de cisaillement est due à la fragmentation des grains lors de la déformation et non à l'observation d'un autre axe des cristaux.

IV. Morphologie des cristaux

Outre les valeurs d'orientation des cristaux, l'individualisation de ceux-ci permet d'obtenir les valeurs de leurs axes longs et courts.

1. Fabrique pénétrative

La figure V.17 représente la répartition des valeurs des axes courts et longs pour chaque population des cristaux présents au sein d'une organisation de type fabrique pénétrative –

bande de cisaillement. Les données ont été obtenues sur les cristaux présents au sein de l'expérience PP043 (cf. figure V.8). Les valeurs des axes longs des cristaux de la fabrique pénétrative sont principalement comprises entre 0 μ m et 22 μ m, avec un maximum obtenu entre 4 μ m et 6 μ m. La valeur moyenne est quant à elle égale à 6,40 μ m \pm 3,26 μ m (figure V.18.a). Les axes courts présentent, eux, des valeurs comprises entre 0 μ m et 7 μ m avec un maximum entre 1 μ m et 2 μ m. La valeur moyenne est égale à 1,84 μ m \pm 1,01 μ m (figure V.18.b). Si l'on compare ces valeurs avec celles des cristaux présents dans les bandes de cisaillement, on ne constate pas de variation des valeurs que ce soit au niveau des axes courts comme des axes longs. Ainsi, les axes longs des cristaux dans la bande de cisaillement sont compris entre 0 μ m et 16 μ m, avec un maximum entre 4 μ m et 6 μ m et une moyenne de 6,16 μ m \pm 3,34 μ m (figure V.18.a). Les axes courts sont quant à eux compris entre 0 μ m et 4 μ m, avec un maximum compris entre 0 μ m et 2 μ m et une taille moyenne égale à 1,54 μ m \pm 0,58 μ m (figure V.18.b). On peut donc déduire de ces résultats qu'il n'y a pas eu de réduction de la taille des grains présents dans la bande de cisaillement par rapport à ceux de la fabrique pénétrative.

Sur ce graphique, les valeurs des cristaux de la suspension non déformée correspondante (#07) ont aussi été reportées. On constate qu'il n'y a pas de variation de taille entre les cristaux des suspensions déformées et non déformées.



<u>Figure V.18</u> : Histogramme de répartition des tailles des axes longs (a) et des axes courts (b) des plagioclases d'une fabrique de type pénétratif (PP043). En rouge les cristaux présents dans la fabrique pénétrative, en bleu ceux présents au sein de la bande de cisaillement et en gris ceux de la suspension non déformée (#07).

Les valeurs moyennes des rapports de forme des cristaux ont aussi pu être calculées. On obtient ainsi respectivement $R = 3,899 \pm 5,897$ pour les cristaux présents dans la fabrique pénétrative et $R=4,089 \pm 1,755$ pour ceux de la bande de cisaillement, indiquant un rapport de forme des cristaux similaire dans les deux zones.

2. Fabrique non pénétrative

Un histogramme de la répartition de taille des axes longs des cristaux présents au sein de la fabrique non pénétrative et de la bande de cisaillement au sein de l'expérience PP029 a aussi pu être réalisé (figure V.19.a). Pour comparaison, les valeurs des axes longs des cristaux présents au sein de la suspension initiale non déformée (#06) ont aussi été représentées (figure V.19.b). Les histogrammes des tailles des grains des expériences PP053 et PP031 sont présentés en Annexe B3 p.282.



<u>Figure V.19</u> : Histogrammes de répartition des tailles des axes longs des cristaux présents dans la fabrique de type non pénétratif (en rouge), dans la bande de cisaillement (en bleu) de l'expérience PP029 et ceux de la suspension non déformée #06 (en gris).

Les tailles des cristaux de la fabrique non pénétrative sont comprises entre 2 μ m et 22 μ m, avec un maximum entre 6 μ m et 8 μ m. La valeur moyenne est centrée sur 8,46 μ m \pm 3,57 μ m. Les cristaux présents dans la bande de cisaillement ont des axes longs compris entre 1 μ m et 11 μ m, avec une valeur maximale entre 2 μ m et 3 μ m. La valeur moyenne est quant à elle centrée sur 4,23 μ m + 1,82 μ m.

On peut donc constater une forte baisse des valeurs des axes longs des cristaux entre la fabrique environnante et la bande de cisaillement indiquant une forte réduction de la taille des cristaux présents au sein de la bande de cisaillement par rapport à ceux de la fabrique environnante.

V. Compositions chimiques des cristaux

Les analyses chimiques des cristaux de plagioclase des différentes fabriques obtenues sont présentées dans le tableau V.1.

Une attention toute particulière s'est portée sur les cristaux présents au sein des fabriques pénétratives et non pénétratives et des bandes de cisaillement qui les recoupent. Les données obtenues sur des plagioclases présents au sein d'une fabrique pénétrative et des bandes de cisaillement indiquent des valeurs similaires (tableau V.1 – PP038). Aucun phénomène de différenciation chimique, tel que de la dissolution ou de la recristallisation, ne s'est donc produit entre ces deux organisations cristallines. De plus, les valeurs en alcalins sont un peu faibles, avec des totaux Ca + Na égaux à 0,96 pour les deux populations, et sont sans doute dues à l'analyse d'une fraction de verre avec les cristaux. Ces observations sont aussi valables pour les cristaux présents au sein des fabriques non pénétratives et des bandes de cisaillement (tableau V.1 – PP030). La somme des alcalins est là aussi faible et égale à 0,93, sans doute pour les mêmes raisons précédemment citées. La faible taille des cristaux constituant les bandes de cisaillement n'est donc pas due à de la recristallisation, mais bien à une fracture des grains lors de la déformation. Ces données confortent les résultats 2-D et 3-D obtenus sur les fabriques cristallines.

La figure V.20 regroupe toutes les compositions des cristaux de plagioclases pour chaque expérience avant et après déformation. De plus, les valeurs des cristaux présents au sein des différentes fabriques (pénétratives, non pénétratives, bandes de cisaillement) ont été détaillées. Aucune microstructure n'étant visible au sein des suspensions déformées de

 $\phi_s = 0,62$ à 0,75, les mesures ont été réalisées indifféremment sur toute la section d'étude (*bulk*, tableau V.3).

On peut constater une étroite similitude entre les valeurs des différentes microstructures ainsi qu'avec les valeurs des suspensions non déformées correspondantes. Tout ceci confirme que les expériences de déformation se sont bien déroulées en équilibre chimique au sein même d'une expérience mais aussi par rapport aux suspensions initiales.

	PP059 PP038		PP030				PP086		PP081						
	Bulk (<i>n=6</i>)	σ	BdC (<i>n=6</i>)	σ	F.P. (<i>n=8</i>)	σ	BdC (<i>n</i> =22)	σ	F.n.P (<i>n=4</i>)	σ	Bulk (n=8)	σ	Bulk (n=6)	σ	
SiO ₂	61,86	0,86	62,29	0,79	62,30	0,43	63,95	0,45	63,88	0,55	63,69	0,58	63,38	0,23	
Al_2O_3	23,63	0,61	22,63	0,70	23,16	0,81	21,14	0,45	21,16	0,18	21,43	0,40	20,68	0,16	
Na ₂ O	7,94	0,21	7,66	0,18	7,97	0,32	7,69	0,19	7,54	0,08	7,91	0,22	7,93	0,25	
CaO	5,61	0,37	5,68	0,38	5,38	0,32	4,44	0,22	4,40	0,08	4,45	0,16	4,08	0,11	
Total	99,04	0,32	98,26	0,65	98,81	1,05	97,21	0,70	96,97	0,43	97,49	0,53	96,06	0,43	
Si	2,78	0,04	2,83	0,05	2,81	0,05	2,95	0,03	2,95	0,01	2,92	0,03	2,95	0,02	
Al	1,25	0,03	1,21	0,03	1,23	0,03	1,15	0,02	1,15	0,01	1,16	0,02	1,13	0,01	
Na	0,69	0,03	0,68	0,01	0,70	0,03	0,69	0,01	0,68	0,01	0,70	0,02	0,72	0,02	
Ca	0,27	0,02	0,28	0,02	0,26	0,01	0,22	0,01	0,22	0,01	0,22	0,01	0,20	0,00	
Total	5,00		5,00		5,00		5,00		5,00		5,00		5,00		
An	0,28	0,01	0,29	0,01	0,27	0,01	0,24	0,01	0,24	0,01	0,24	0,01	0,22	0,00	

Tableau V.3 : Compositions chimiques des plagioclases des suspensions cristallines déformées en torsion.

Les compositions sont indiquées en poids d'oxyde et les formules structurales ont été calculées sur la base de 5 cations. Le nombre de mesures est indiqué par la valeur de *n*. Les écarts types sont indiqués en italique. An = pourcentage molaire du composant anorthite, calculé par le rapport Ca/(Ca+Na). Bulk = mesures faites indifféremment dans la section. BdC = Bande de Cisaillement. F.P. = Fabrique Pénétrative. F.n.P. = Fabrique non Pénétrative.



<u>Figure V.20</u>: Histogrammes des fractions d'anorthite pour chaque suspension déformée en torsion. Les fractions d'anorthite des suspensions non déformées ont été reportées en gris. Bulk = mesures faites indifféremment dans la section.

VI. <u>Compositions chimiques des verres résiduels</u>

Comme il a été vu pour les suspensions initiales non déformées ainsi que les expériences de déformation en compression, les analyses à la microsonde électronique des verres résiduels ne se sont pas avérées satisfaisantes, une partie du sodium n'étant pas corrigée. Ces observations sont confirmées en comparant les analyses faites sur des verres résiduels d'une suspension de $\phi_s = 0,52$ avec les compositions calculées par bilan de masse de ce même verre (tableau V.2 - PP038). On constate que la différence de sodium entre les deux compositions est assez importante (environ 2,5% poids de sodium n'est pas correctement corrigé). Le rapport (Na+2Ca)/Al de ce verre, très inférieur à 1 dans le cas de la composition mesurée, confirme le déficit de sodium. De ce fait, nous utiliserons les compositions chimiques des verres résiduels calculées par bilan de masse pour toutes les suspensions déformées en torsion (tableau V.4).

ϕ_{s}	0,50	0,52 (PP038)		0,58	0,62	
	(PP059))	(PP030)	(PP086)
	calculée	analysée (n=8)	σ	calculée	calculée	calculée
SiO ₂	76,22	78,74	1,55	75,64	74,26	76,20
Al_2O_3	14,82	14,45	0,93	15,21	16,02	14,80
Na ₂ O	7,76	5,75	0,65	8,03	7,86	7,52
CaO	1,21	1,06	0,43	1,13	1,86	1,48
Total	100,00	100,00		100,00	100,00	100,00
Qtz	28,36	46,09		26,48	24,29	29,02
Ab	65,66	48,65		67,92	66,48	63,63
An	5,98	5,26		5,60	9,23	7,34
(Na+2Ca)/Al	1,01	0,79		1,00	1,02	1,02

Tableau V.4 : Compositions chimiques des verres résiduels des expériences de torsion.

Les analyses à la microsonde électronique sont corrigées en sodium selon le protocole détaillé au chapitre II p.56. Les compositions calculées sont obtenues par bilan de masse en supposant que la charge cristalline reste constante lors de la déformation (cf. Chapitre II. IX. p.69). Les données sont indiquées en poids d'oxyde et normalisées à 100. Le nombre de mesures est indiqué par la valeur de n. Les écarts types sont indiqués en italique. Les pourcentages en quartz (Qtz), albite (Ab) et anorthite (An) normatifs sont indiqués. Le rapport (Na+2Ca)/Al est très inférieur à 1 dans le cas des analyses ce qui montre un déficit en Na non complètement compensé.

Les compositions chimiques des verres résiduels du tableau V.2 sont été reportées dans le diagramme ternaire Qz-Ab-An (figure V.21). Les compositions des plagioclases après déformation ont aussi été reportées.



<u>Figure V.21</u>: Compositions chimiques du verre résiduel et des plagioclases reportées dans un diagramme ternaire Qz-Ab-An. La courbe cotectique (en noir) et les compositions des phases coexistantes sont indiquées pour $PH_2O = 2$ kbar (*Johannes et Holtz, 1996*). Les lignes pointillées relient les phases coexistantes (indiquées par les cercles) pour des températures de 790, 830 et 900°C. Les points noirs représentent les points eutectiques pour le système binaire Qz-Ah et Qz-Ab. La composition de départ $HAn_{20}Q_{15}$ est indiquée par un rond rouge. Les compositions chimiques des verres résiduels sont indiquées par des ronds gris. Les compositions des plagioclases après déformation sont indiquées en orange.

On constate que les valeurs des verres résiduels sont bien regroupées tandis que les valeurs des plagioclases sont légèrement plus dispersées. Les compositions des verres résiduels s'alignent raisonnablement bien avec celles des plagioclases en passant par la composition initiale $HAn_{20}Q_{15}$. La composition des plagioclases ne montrant pas d'indication d'une recristallisation accompagnée d'un changement de composition lors de la déformation, on peut en conclure que la composition des liquides résiduels reste constante au cours de la déformation.

VII. Influence des bulles

Les fractions de bulles globales ont été mesurées par analyse d'image sur les sections [XZ] des différentes suspensions cristallines déformées (figure V.22). A titre de comparaison, les valeurs obtenues sur les suspensions non déformées ont aussi été reportées. Les résultats montrent que les fractions de bulles sont similaires entre suspensions déformées et non déformées et ce pour chaque fraction cristalline. De plus, ces fractions sont assez faibles (toujours inférieures à 5% surf.) et n'influent donc pas, ou très peu, le comportement rhéologique des suspensions (*Lejeune et al., 1999; Bagdassarov et Pinkerton, 2004*).



<u>Figure V.22</u> : Pourcentage de bulles surfacique en fonction de la fraction cristalline. Les données des suspensions initiales non déformées sont représentées par des ronds rouges, celles des suspensions déformées par des losanges bleus.

On peut cependant observer une concentration de bulles plus importantes dans les bandes de cisaillement des fabriques non pénétratives (figure V.23). Afin de quantifier le rapport de forme et la direction d'orientation des bulles présentes dans la bande de cisaillement par rapport à celles de la suspension non déformée environnante, les bulles ont été isolées puis analysées à l'aide du logiciel SPO2003. Les résultats sur leurs directions d'orientation et sur leurs intensités sont présentés respectivement sur les figures V.24 et V.25.


<u>Figure V.23</u> : Images MEB d'une bande de cisaillement riche en bulle présente au sein d'une fabrique de type non pénétrative (PP030, $\dot{\gamma} = 8,9.10^{-4} \text{ s}^{-1}$). (a) En électrons secondaires et (b) en électrons rétrodiffusés. Les plagioclases sont en gris clairs, le verre résiduel en gris foncé et les bulles en noir.

Les orientations et intensités des bulles de la figure V.23 sont représentées sur la figure V.25. Les valeurs d'orientation obtenues indiquent une direction préférentielle vers -3° par rapport à la direction de cisaillement pour les bulles au sein de la bande de cisaillement alors qu'aucune direction préférentielle n'est apparente pour les bulles de la suspension non déformée (figure V.24.b et d).

L'analyse des rapports de forme des bulles présentes dans la bande de cisaillement montre un maximum de valeur pour des rapports de forme compris entre 1,1 et 1,6 puis une décroissance rapide des valeurs jusqu'à R = 3,4. Les bulles de la fabrique non pénétrative montrent une distribution plus aplatie des valeurs d'intensité, avec un maximum compris entre 1,1 et 2,2 et une décroissance moins forte vers les valeurs plus importantes (figure V.24.a et c).

Ainsi, les bulles présentes au sein de la bande de cisaillement seront plutôt orientées parallèlement à la direction de cisaillement, avec des rapports de forme globalement compris entre 1 et 1,6 alors que les bulles au sein de la fabrique non déformée ne présentent pas d'orientation préférentielles, avec des rapports de forme globalement plus dispersés.



<u>Figure V.24</u> : Roses des orientations des bulles et histogrammes des rapports de forme des bulles dans la fabrique non pénétrative (n = 209) (a et b) et dans la bande de cisaillement (n= 178) (c et d).



<u>Figure V.25</u> : Représentation des bulles de la figure V.23 en fonction de leur orientation (α) (en haut) et en fonction de leur intensité (rapport de forme R) (en bas).

Discussion

DISCUSSION

I. Données mécaniques

1. Comportement rhéologique des suspensions et loi d'écoulement

Quatre grands types de comportement rhéologique ont pu être mis en évidence au cours de ce travail (figure VI.1). Tout d'abord les courbes obtenues en compression pour les échantillons contenant $\phi_s = 0,38$ se différencient des autres suspensions de par la nature du mode de déformation utilisé. Ces courbes montrent une hausse rapide de la contrainte différentielle suivie par une stabilisation de celle-ci avec le taux de déformation. Un second groupe peut être défini par les échantillons déformés en torsion et contenant $\phi_s = 0,50$ et 0,52. Ces suspensions montrent une hausse de la contrainte différentielle suivie par un léger plateau puis un adoucissement de celle-ci en fonction du taux de déformation. Cet adoucissement s'atténue pour des déformations plus importantes. Le troisième groupe concerne les échantillons contenant $\phi_s = 0,58$. Les courbes obtenues exhibent une hausse de la contrainte, suivie par un fort adoucissement. Cet adoucissement s'estompe aussi pour les déformations plus importantes. Enfin, le dernier groupe est caractérisé par les échantillons contenant $\phi_s = 0,62$ et 0,75. Les courbes obtenues montrent une hausse de la contrainte différentielle suivie par une stabilisation de celle-ci pour les plus fortes déformations.



<u>Figure VI.1</u> : Courbes rhéologiques obtenues pour chaque fraction cristalline ϕ_s à différentes vitesses de déformation.

Le comportement d'écoulement des différentes suspensions présentées ci-dessus (figure VI.1) peut être modélisé par une loi de fluage de type $\dot{\gamma} = A \tau^n \exp(-Q/RT)$ pour des expériences de torsion et de type $\dot{\varepsilon} = A \sigma^n \exp(-Q/RT)$ pour des expériences de compression. Si la relation entre $\dot{\gamma}$ (ou $\dot{\varepsilon}$) et τ (ou σ) est linéaire alors le comportement de la suspension est de type Newtonien. Au contraire, la suspension sera de type non-Newtonien si cette relation n'est pas linéaire. La figure VI.2 montre les valeurs de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation pour les différentes suspensions étudiées.



<u>Figure VI.2</u>: Comportement rhéologique obtenu pour les hautes fractions cristallines (a) et la fraction cristalline plus faible. Les courbes ont été modélisées par les équations VI.1 et 2 et les données du tableau VI.1.

Toutes les suspensions montrent clairement un comportement rhéologique de type non Newtonien et peuvent être considérées comme des matériaux pseudo-plastiques rhéofluidifants dont le comportement peut être décrit par une loi de puissance avec un exposant de contrainte supérieur à 1 (cf. figure V.2 p.135). Ces résultats sont cohérents avec ceux du graphique log viscosité apparente en fonction de la vitesse de déformation qui indiquent aussi un comportement de type rhéofluidifiant (cf. figure V.3 p.137). Cependant, toutes les expériences de déformation ont été réalisées à la même température pour une suspension donnée. Il n'a donc pas été possible de déterminer l'énergie d'activation Q. Cette énergie d'activation étant toutefois constante avec la fraction cristalline, les données expérimentales peuvent être modélisées par une équation du type :

$\dot{\gamma} = C \tau^n$ (torsion)	Eq. VI.1
$\dot{\varepsilon} = C\sigma^n$ (compression)	Eq. VI.2

avec $C = A \exp(-Q/RT)$

Les courbes sont représentées sur la figure VI.2. Les valeurs du paramètre empirique *C* obtenues pour chaque fraction cristalline sont indiquées dans le tableau VI.1.

Fraction cristalline	С	n
0,38	4,0.10 ⁻²	3,6
0,50	2,0.10 ⁻⁵	3,1
0,52	3,5.10 ⁻⁵	2,8
0,58	$1,2,10^{-7}$	4,1
0,62	$1,7.10^{-7}$	2,8
0,75	1,8.10 ⁻⁷	2,7

<u>Tableau VI.1</u> : Valeurs de la constante C en fonction de la fraction cristalline et de l'exposant de la loi de puissance n.

Cette équation ne prend cependant pas en compte la présence éventuelle d'un seuil de contrainte. En effet, de par la limitation des vitesses atteignables et applicables $(1.10^{-5} \text{ s}^{-1} < \dot{\gamma} < 1.10^{-3} \text{ s}^{-1})$ à nos expériences, le comportement des suspensions pour des plus faibles vitesses (et donc de plus faibles contraintes différentielles) n'a pu être étudié. En conséquence et bien que des études aient montré qu'un seuil de contrainte apparaissait en fonction de la fraction cristalline et pour des cristallinités assez fortes ($\phi_s > 0.4$) (*Ryerson et al., 1988; Pinkerton et Stevenson, 1992*), la détermination ce seuil n'a pu être effectuée.

2. Evolution de la viscosité apparente en fonction de la fraction cristalline

La figure VI.3 montre l'évolution des viscosités apparentes calculées pour toutes les suspensions en fonction de la fraction cristalline et de la vitesse de déformation.



<u>Figure VI.3</u> : Log de la viscosité apparente en fonction de la fraction cristalline et de la vitesse de déformation. Les courbes ont été modélisées par l'équation VI.3.

On constate une hausse de la viscosité d'environ 1,5 unité log entre $\phi_s = 0,38$ et 0,52. Cette hausse s'atténue entre $\phi_s = 0,52$ et 0,58 et enfin n'augmente plus que de 0,5 unité log entre $\phi_s = 0,58$ et 0,75. Cette évolution est identique pour chaque vitesse de déformation allant de $\dot{\gamma} = 1.10^{-3}$ s⁻¹ à $\dot{\gamma} = 1.10^{-5}$ s⁻¹ et montre un écart d'environ 2 unités log entre la vitesse la plus élevée et la plus lente. Cette étude se propose de modéliser l'évolution de ces viscosités apparentes en fonction de la fraction cristalline et de la vitesse de déformation sur notre gamme d'étude, par l'équation empirique suivante :

$$\eta_{app} = \frac{A}{1 + [B \exp(-C\phi_s)]}$$
Eq. VI.3

avec $A = -0,385368.\ln(\dot{\gamma}) + 7,52951$

B et *C* sont des paramètres empiriques tels que B = 8,333525 et C = 0,095006.

Les courbes ainsi obtenues sont représentées sur la figure VI.3.

II. <u>Comportement rhéologique des suspensions et</u> <u>développement des fabriques</u>

1. Fabriques pénétratives obtenues en compression

Suite à la déformation élastique de l'échantillon associée à une hausse initiale de la contrainte (cf. figure IV.1 p.114), l'étude en 2-D des OPF (mesures par la méthode des intercepts et des moments d'inertie) obtenues à $\phi_s = 0,38$ montre que la suspension tend à développer deux fabriques pénétratives avec des orientations préférentielles conjuguées : l'une vers $20/25^{\circ}$ par rapport à la perpendiculaire à la direction de compression et l'autre vers -30° (cf. figures IV.4 p.118 et IV.6 p.120). Les cristaux, soumis à la compression, vont tendre à s'orienter perpendiculairement à la direction de compression par rotation dans le liquide silicaté. Aucune structure discrète, de type bande de cisaillement n'est visible. Le développement de ces fabriques est associé à une stabilisation de la contrainte atteinte rapidement lors de la déformation (pour des taux de déformation d'environ 0,01) et suggère donc un lien entre le développement de fabriques pénétratives et le plateau de contrainte obtenu. Cette géométrie n'est pas sans rappeler celles des failles conjuguées obtenues par compression.

La figure VI.4 est une représentation schématique qui résume les différents stades de formation et du développement des fabriques pénétratives associés au comportement rhéologique de la suspension, avec :

(1) – déformation élastique associée à une hausse de la contrainte

(2) – rotation des cristaux développant deux fabriques pénétratives conjuguées et impliquant un plateau de contrainte.



Figure VI.4 : Comportement rhéologique associé au développement des fabriques pénétratives obtenues en compression.

2. Fabriques pénétratives obtenues en torsion

Pour les suspensions contenant $\phi_s = 0,50$ et 0,52, l'étude en 2-D et 3-D (mesures EBSD) des fabriques a permis de déterminer que la déformation s'effectue par rotation des cristaux dans le sens du cisaillement. Ainsi, après la déformation élastique correspondant à la hausse initiale de la contrainte (observé pour des taux de déformation inférieurs à 0,3 γ) (cf. figures V.1.p.133), les cristaux vont développer une fabrique pénétrative compressive orientée à environ 45° par rapport à la direction de cisaillement (cf. figures V.7 et V.8 p.142-143). Ce stade correspond au plateau de stabilité de la contrainte. Cependant, à cette fraction cristalline,

le réseau formé par les cristaux est interconnecté (*Saar et al., 2001*). La mobilité des cristaux est alors restreinte et les mouvements de rotation plus difficiles. Le mouvement relatif des particules les unes par rapport aux autres va engendrer de la dilatance (*dilatancy* en anglais) permettant le développement de bandes de cisaillement, orientées à environ -20° par rapport à la direction de cisaillement et bordées par deux gradients de déformation symétriques indiquant un cisaillement dextre. Ces bandes de cisaillement vont accommoder une partie de la déformation (*Vigneresse et Tikoff, 1999 ; Burg et Vigneresse, 2002*), réduisant ainsi la résistance de l'échantillon et expliquant l'adoucissement observé. Une fois ces structures mises en place, le système atteint un état quasi-stationnaire comme en témoigne la faible perte de la contrainte pour les fortes déformations. Les fabriques pénétratives voient alors leur intensité augmenter avec la déformer plus facilement en accord avec le comportement de type rhéofluidifiant observé. Ce comportement mécanique est assimilé à un comportement ductile par *Rosenberg et Handy* (2005).

La figure VI.5 est une représentation schématique qui résume les différents stades de formation et du développement des fabriques pénétratives associés au comportement rhéologique de la suspension, avec :

(1) – déformation élastique associée à une hausse de la contrainte

(2) - rotation des cristaux impliquant un plateau de contrainte

 (3) – développement des bandes de cisaillement dextres corrélé à un adoucissement léger de la réponse rhéologique globale

(4) – intensification de la fabrique et très faible baisse de la contrainte quand γ continue d'augmenter.

176



<u>Figure VI.5</u>: Comportement rhéologique associé au développement des fabriques pénétratives obtenues en torsion. Les contraintes principale (σ_1) et minimale (σ_3) s'exerçant sur le système ont aussi été représentées.

3. Fabriques non pénétratives obtenues en torsion

En augmentant la fraction cristalline (ϕ_s = 0,58), on constate que la hausse initiale de la contrainte, correspondant à la déformation élastique, est plus importante que pour les fractions cristallines précédentes (cf. figure V.1 p.133), notamment à cause de la charge cristalline plus importante. Les mesures 2-D et 3-D ont montré que ces suspensions ne développaient plus de fabrique pénétrative. La contrainte va augmenter jusqu'à atteindre une valeur critique qui correspond à la valeur nécessaire pour briser les cristaux, et est associée au pic de la courbe. Une fois cette contrainte critique dépassée, les cristaux vont se rompre ce qui va avoir pour effet de diminuer fortement la résistance de l'échantillon. Ceci se traduit par un très fort adoucissement de la réponse rhéologique, généralement observé pour des taux de déformation inférieurs à 0,1 γ (cf. figure V.1 p.133). Les zones, où la fragmentation des cristaux à lieu, deviendront alors des zones de localisation de la déformation qui, par un effet « boule de neige », vont fragmenter d'autres cristaux. Ceci va conduire au développement de bandes de cisaillement réduites et orientés dans la direction du cisaillement. Ces bandes de cisaillement vont concentrer la quasi-totalité de la contrainte appliquée à l'échantillon. En

conséquence, la contrainte globale appliquée à l'échantillon devient trop faible pour déformer la suspension. Une fois ces bandes développées, le système atteint un état quasi-stationnaire avec une très faible baisse de la contrainte. Ce type de courbe est assimilé par *Rosenberg et Handy (2005)* à un comportement cassant. Cependant, la courbe obtenue ne correspond pas, *stricto sensu*, à un comportement cassant puisqu'aucune rupture brutale de l'échantillon, associée à une baisse immédiate de la contrainte, n'apparaît. Ces suspensions sont plutôt des matériaux à comportement rhéologique complexe, que l'on peut définir comme ductile puisqu'elles se déforment (comme en témoigne l'adoucissement observé) mais présentant une forte localisation de la déformation. Au niveau des bandes de cisaillement, le comportement peut être considéré comme cassant au vu de l'intense fragmentation des cristaux.

La figure VI.6 est une représentation schématique qui résume les différents stades de formation et du développement des fabriques non pénétratives associés au comportement rhéologique de la suspension, avec :

(1) - déformation élastique associée à une forte hausse de la contrainte

(2) – contrainte locale s'exerçant sur les cristaux qui augmente et atteint une contrainte critique qui se traduit par un pic dans la réponse rhéologique

(3) – rupture des cristaux corrélée à un fort adoucissement de la réponse rhéologique. La contrainte globale ne dépasse jamais la contrainte nécessaire pour déformer la suspension
(4) – développement des bandes de cisaillement au sein d'une suspension non déformée et très faible baisse de la contrainte.



<u>Figure VI.6</u> : Comportement rhéologique associé au développement des fabriques non pénétratives. Les contraintes principale (σ_1) et minimale (σ_3) s'exerçant sur le système ont aussi été représentées.

La différence de comportement mécanique ainsi que le développement des microstructures entre ces deux types de suspensions ($\phi_s = 0, 5 - 0, 52$ et $\phi_s = 0, 58$) est donc considérable. L'un des paramètres expliquant cette différence est la hausse de la fraction cristalline. Cette hausse n'est cependant pas très importante (environ 6% de cristaux) et n'explique sans doute pas à elle seule ce changement radical de comportement. L'autre paramètre intervenant est le rapport de forme des cristaux qui augmente de 4 à 5 entre $\phi_s = 0, 5 - 0, 52$ et $\phi_s = 0,58$ et qui est un paramètre important concernant le développement des microstructures (*Arbaret et al., 1996; Saar et al., 2001*). Le cumul de ces deux paramètres va générer une charpente cristalline plus robuste qui, de ce fait, ne pourra plus se déformer par rotation de cristaux et va développer des structures de type cassant.

4. Autres fabriques

Pour les suspensions de haute cristallinité (ϕ_s = 0,62 et 0,75), aucune mesure 2-D ni 3-D n'a pu être effectuée sur les fabriques. Cependant, la quasi-stabilisation de la contrainte avec le taux de déformation (atteinte pour des taux de déformation faible d'environ $0,05\gamma$) peut s'expliquer par le changement de taille des cristaux. En effet, on a pu constater que ceux-ci étaient de tailles visiblement plus réduites que pour les fractions cristallines précédentes, perdant ainsi une bonne partie de leur rapport d'anisotropie (cf. figure V.15 p.150). De plus, une seule bande de cisaillement a été observée au sein de la suspension déformée contenant $\phi_s = 0,62$ (cf. figure V.13. p.148). On peut donc supposer que les cristaux vont pouvoir accommoder la déformation par rotation et translation rigide des grains, avec très localement la présence de bandes de cisaillement. La contrainte qui en résulte, après la déformation élastique, est alors stable en fonction du taux de déformation finie. Ce résultat est cohérent avec ceux trouvés par *Arbaret et al. (2007)* et *Caricchi et al. (2007)* qui obtiennent le même type de comportement rhéologique pour la déformation d'objets dont le rapport de forme est très faiblement anisotrope.

5. Bilan

Tous ces résultats rhéologiques sont en désaccord avec ceux proposés par *Smith (1997, 2000)* qui suggère que des suspensions à fortes charges cristallines expriment un comportement de type rhéoépaississant. Aucune de nos suspensions ne montre ce type de comportement. Cette différence s'explique par la présence des structures localisantes développées au sein de nos suspensions (bandes de cisaillement de type S/C' et bandes de cisaillement de type cassant) qui vont amoindrir la résistance de l'échantillon vis-à-vis de la déformation et induire un comportement de type rhéofluidifant.

La figure VI.7 ci-dessous représente de manière schématique les courbes rhéologiques représentatives d'un type de suspension ainsi que les microstructures associées en fonction de la fraction cristalline. Ces schémas sont mis en relation avec les données expérimentales des viscosités apparentes obtenues pour chaque suspension en fonction de la vitesse de déformation. Les courbes représentées correspondent au modèle proposé par l'équation précédemment décrite (Eq.VI.3). Les rapports de forme des cristaux ont été intégrés par un jeu de couleur allant du jaune (pour les plus faibles valeurs) au rouge (pour les plus fortes). Enfin, le mode déformation (torsion ou compression) est indiqué en bas du graphique.



<u>Figure VI.7</u>: log de la viscosité apparente en fonction de la fraction cristalline et de la vitesse de déformation. Les courbes rhéologiques représentatives de chaque fraction cristalline et les microstructures associées sont aussi représentées.

III. <u>Influence de la vitesse et du taux de déformation sur les</u> <u>fabriques</u>

Seules les suspensions de fractions cristallines $\phi_s = 0,50, 0,52$ et 0,58 ont bénéficié d'une étude systématique de l'effet de la vitesse de déformation. Les autres suspensions ($\phi_s = 0,62$ et 0,75) ont été déformées par palier ce qui ne permet pas d'apprécier l'évolution des microstructures en fonction de la vitesse de déformation.

1. Fabriques pénétratives

La figure VI.8 représente les évolutions des orientations α des ellipses tensorielles moyennes en fonction de la position dans l'échantillon, pour différentes vitesses et taux de déformation de suspensions contenant $\phi_s = 0,52$. Comme on a pu le montrer précédemment (cf. figure V.6 p.141), les suspensions montrent des orientations proches de 90° par rapport à la direction de cisaillement au niveau des parties hautes et basses de l'échantillon, correspondant au bulbe d'ombre de contrainte, suivies par des orientations proches de 45° vers la partie centrale de l'échantillon, correspondant à l'orientation de la fabrique pénétrative. Les bandes de cisaillement présentes au sein de la suspension ont été représentées sur chaque courbe à l'aide d'une petite étoile.

A faible vitesse ($\dot{\gamma} = 1.10^{-5} \text{ s}^{-1}$), une seule bande de cisaillement s'est développée au sein de l'échantillon. Le reste de la suspension s'est déformée de manière pénétrative. A cette vitesse, la contrainte appliquée à l'échantillon est faible ($\tau_{max} = 2$ MPa) et permet aux cristaux de se réorganiser et d'accommoder la majeure partie de la déformation par rotation rigide et translation les uns par rapport aux autres. Le développement de zones de localisation de la déformation, notamment sous forme de bandes de cisaillement, est alors très réduit. En augmentant la vitesse de déformation ($\dot{\gamma} = 5.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ et 1.10^{-4} s^{-1}), la contrainte appliquée devient plus importante et ne permet plus aux cristaux d'accommoder la déformation seulement par rotation rigide. Des bandes de cisaillement se forment pour accommoder la contrainte que les cristaux ne peuvent accommoder par eux-mêmes. Le nombre de bandes générées est alors d'environ 4 à $\dot{\gamma} = 5.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ puis augmente jusqu'à 5 et 6 à $\dot{\gamma} = 1.10^{-4} \text{ s}^{-1}$. L'épaisseur de ces bandes de cisaillement, elle, ne varie pas avec la vitesse de déformation et reste constant entre 30 µm et 40 µm. L'espacement entre les bandes au sein d'un même

échantillon est aussi très régulier. Ce résultat est en accord avec *Smith (1997)* qui suppose que l'apparition de bandes de localisation n'est pas seulement due à la fraction cristalline mais aussi à l'interaction des particules et, par conséquent, serait dépendante de la vitesse de déformation. En effet, l'épaisseur des bandes de cisaillement générées pour les différentes vitesses de déformation étant constante, on peut supposer que la valeur de la contrainte nécessaire au développement d'une bande de cisaillement est fixe. Partant de ce principe, lorsque la vitesse de cisaillement augmente, la contrainte appliquée à l'échantillon augmente aussi. La seule façon d'accommoder cette hausse de la contrainte est de développer plus de bandes de cisaillement.

La figure VI.8 montre aussi que la hausse du taux de déformation finie, passant de 1,4 à 3,2 pour une même vitesse de déformation ($\dot{\gamma} = 1.10^{-4} \text{ s}^{-1}$), n'influence pas le développement de ces zones de localisation de la déformation puisque leur nombre reste constant (6 bandes de cisaillement à $\gamma = 1,4$ et 5 bandes à $\gamma = 3,2$).

On peut donc en conclure que le paramètre régissant l'apparition ainsi que le développement des bandes de cisaillement est la vitesse de déformation. Celle-ci doit être supérieure ou égale à 1.10^{-5} s⁻¹ pour que des bandes de cisaillement apparaissent. Le taux de déformation n'a lui d'effet que sur l'intensité de la fabrique (cf. figure V.6 p.141)



<u>Figure VI.8</u> : Nombre et position des bandes de cisaillement au sein des fabriques pénétratives en fonction de la vitesse de déformation. Exemple de la fraction cristalline contenant $\phi_s = 0.52$.

Ces résultats sont cohérents avec les résultats obtenus pour les suspensions déformées contentant $\phi_s = 0,50$ et qui présentent un nombre de bandes de cisaillement similaires aux suspensions contenant $\phi_s = 0,52$ à vitesses de déformation égales (3 bandes de cisaillement pour $\dot{\gamma} = 4.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ et 5 bandes pour $\dot{\gamma} = 1.10^{-4} \text{ s}^{-1}$) (figure VI.9).



<u>Figure VI.9</u> : Nombre et positions des bandes de cisaillement au sein des fabriques pénétratives en fonction de la vitesse de déformation. Exemple de la fraction cristalline contenant $\phi_s = 0,50$.

Cependant, l'expérience réalisée à vitesse de déformation élevée ($\dot{\gamma} = 1.10^{-3} \text{ s}^{-1}$) a mis en évidence une forte localisation de la déformation au niveau du contact entre le disque d'alumine (*spacer*) du bas de la colonne et l'échantillon, visible sur la jaquette (cf. annexe A1 p.257). Celle-ci se traduit par la présence d'une seule bande de cisaillement d'environ 40 µm d'épaisseur. Le reste de la suspension s'est très peu déformé, ne développant pas de fabrique pénétrative bien réglée, ni de bande de cisaillement (cf. annexes B1 p.272). Ce résultat, reproductible, montre qu'à vitesse de déformation élevée, la déformation se localise rapidement et concentre la majorité de la contrainte appliquée. Le nombre de bandes de cisaillement est alors fortement réduit par rapport aux vitesses inférieures.

La figure VI.10 ci-dessous représente de manière schématique les courbes rhéologiques ainsi que les microstructures et leurs orientations qui leur sont associées en fonction des viscosités apparentes calculées et des vitesses et taux de déformation appliqués. Les rapports de forme des cristaux ont été représentés par la couleur orange, en rapport avec la figure VI.7.



<u>Figure VI.10</u>: Evolution de la viscosité apparente en fonction de la vitesse de déformation pour les fabriques pénétratives. Des croquis des courbes rhéologiques, des fabriques ainsi que les roses des directions ont été reportés pour chaque vitesse de déformation.

2. Fabriques non pénétratives

La figure VI.11 représente les évolutions des orientations α des ellipses tensorielles moyennes en fonction de la position dans l'échantillon pour différentes vitesses et taux de déformation de suspensions contenant $\phi_s = 0,58$. Comme on a pu le montrer précédemment (cf. figure V.10 p.145), les suspensions montrent des orientations proches de 90° par rapport à la direction de cisaillement sur toute la hauteur de l'échantillon, indiquant une suspension globalement non déformée. Celles-ci présentent toutefois des bandes de cisaillement qui sont représentées sur chaque courbe à l'aide d'une petite étoile.

A faible vitesse ($\dot{\gamma} = 4,4.10^{-5} \text{ s}^{-1}$), on remarque le développement de 3 bandes de cisaillement orientées sub-parallèlement à la direction de cisaillement et d'environ 30 µm d'épaisseur. La contrainte appliquée ($\tau_{max} = 4,5$ MPa) est alors suffisante pour casser les cristaux de plagioclases et développer ces plans de localisation de la déformation.

Avec l'augmentation de la vitesse de déformation et donc de la contrainte appliquée, le nombre de bandes va augmenter (jusqu'à 6 bandes à $\dot{\gamma} = 1.10^{-4} \text{ s}^{-1}$). Pour des vitesses égales à $\dot{\gamma} = 1.10^{-3} \text{ s}^{-1}$, le nombre de bandes de cisaillement baisse légèrement (5 bandes) mais leur épaisseur augmente jusqu'à 120 µm (cf. annexe B3 p.279).

La hausse du nombre de bandes de cisaillement est proportionnelle à la hauteur de l'échantillon déformé. En effet, on dénombre 3 bandes de cisaillement pour un échantillon d'environ 3,9 mm de hauteur et 6 bandes pour un autre d'environ 7,8 mm. L'échantillon où l'on peut observer 5 bandes mesure environ 5,4 mm de hauteur, valeur intermédiaire entre les deux autres. Leur espacement au sein d'un même échantillon est régulier, comme le montre la figure VI.11.

De ce fait, il ne semblerait y avoir aucune corrélation entre la vitesse de cisaillement et le nombre de bandes de cisaillement générées. Cependant, l'épaisseur des bandes de cisaillement semble dépendante de la vitesse de déformation. Cette hausse laisse supposer qu'une fois les bandes de cisaillement développées de manière régulière à travers l'échantillon, il est plus facile pour le système de continuer à accommoder la déformation dans des bandes déjà formées, plutôt que d'en développer de nouvelles.

Avec la hausse du taux de déformation, la quantité de déformation accumulée dans ces bandes devient telle qu'elle conduit à la fracturation de l'échantillon (fracture d'environ 1,2 mm observée $\dot{\gamma} = 1.10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $\gamma = 1,4$).



<u>Figure VI.11</u> : Nombre et positions des bandes de cisaillement au sein des fabriques non pénétratives en fonction de la vitesse de déformation. Fraction cristalline contenant $\phi_s = 0,58$.

a. Calcul de la contrainte s'exerçant au sein des bandes de cisaillement

En partant de l'hypothèse que la suspension ne s'est pas déformée, sauf au niveau des bandes de cisaillement, il est possible de recalculer le taux de déformation local au sein des bandes de cisaillement. Le taux de déformation γ est calculé par la formule :

$$\gamma_{bulk} = \frac{R\theta}{l_{tot}}$$
 Eq. VI.5

avec γ_{bulk} le taux de déformation total appliqué à l'échantillon, R le rayon de l'échantillon, θ le déplacement angulaire et l_{tot} la hauteur de l'échantillon.

R et θ étant des valeurs fixes lors de la déformation, on peut définir le taux de déformation local au sein des bandes de cisaillement par :

$$\gamma_{loc} = \frac{R\theta}{l_{loc}}$$
 Eq. VI.6

avec γ_{loc} le taux de déformation dans les bandes de cisaillement et l_{loc} la somme des épaisseurs des bandes de cisaillement.

On peut conclure que :

$$\gamma_{loc}l_{loc} = \gamma_{bulk}l_{tot}$$
 Eq. VI.7

et donc

$$\gamma_{loc} = \frac{\gamma_{bulk} l_{tot}}{l_{loc}}$$
Eq. VI.8

Les taux de déformation locaux ainsi calculés sont d'environ $\gamma_{loc} = 26$ à $\dot{\gamma} = 4,5.10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\gamma_{loc} = 18$ à $\dot{\gamma} = 1.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $\gamma_{loc} = 15$ à $\dot{\gamma} = 9,2.10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

A l'aide de ces taux de déformation locaux, il est possible, en tenant compte de la durée de l'expérience, de déduire la vitesse de déformation locale au sein de ces bandes tel que :

$$\dot{\gamma}_{loc} = \frac{\gamma_{loc}}{t}$$
 Eq. VI.9

avec γ_{loc} la vitesse de déformation locale (en s⁻¹) et t le temps de l'expérience (en s)

On obtient dans ce cas environ $\dot{\gamma}_{loc} = 2,6.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (à $4,5.10^{-5} \text{ s}^{-1}$), $\dot{\gamma}_{loc} = 3,6.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (à 1.10^{-4} s^{-1}) et $\dot{\gamma}_{loc} = 3,0.10^{-2} \text{ s}^{-1}$ (à $9,2.10^{-4} \text{ s}^{-1}$).

Enfin, à l'aide des valeurs des contraintes τ mesurées, il est possible de recalculer la valeur de la viscosité s'exerçant au sein des bandes de cisaillement telles que :

$$\eta_{loc} = \frac{\tau}{\dot{\gamma}_{loc}}$$
 Eq. VI.10

On obtient alors des valeurs de viscosité locales η_{loc} égales à $10^{9,25}$ Pa.s (à 4,5.10⁻⁵ s⁻¹), $10^{9,18}$ Pa.s (à 1.10⁻⁴ s⁻¹) et $10^{8,49}$ Pa.s (à 9,2.10⁻⁴ s⁻¹).

Les viscosités locales, s'exerçant au sein des bandes de cisaillement, sont inférieures d'environ 1,5 ordres de grandeur par rapport aux viscosités apparentes calculées (tableau VI.2). Ceci s'explique par la forte réduction de taille ainsi que la mise en orientation des cristaux permettant un meilleur « écoulement » dans la bande de cisaillement et donc une baisse de la viscosité.

	PP053	PP031	PP030
$\dot{\gamma}_{bulk} (s^{-1})$	4,5.10 ⁻⁵	1.10 ⁻⁴	9,2.10 ⁻⁴
$\dot{\gamma}_{loc}(s^{-1})$	2,6.10-3	3,6.10-3	3,0.10-2
${\gamma}_{\scriptscriptstyle bulk}$	0,5	0,5	0,5
γ_{loc}	26	18	15
$\log \eta_{app}$ (Pa.s)	11,01	10,78	10,10
$\log \eta_{loc}$ (Pa.s)	9,25	9,18	8,49

<u>Tableau VI.2</u>: Comparatif des vitesses et taux de déformation locaux $(\dot{\gamma}_{loc}, \gamma_{loc})$ et globaux $(\dot{\gamma}_{bulk}, \gamma_{bulk})$ ainsi que des viscosités apparentes et locales (η_{app}, η_{loc}) s'exerçant sur la suspension et au sein des bandes de cisaillement.

b. Vésicularité dans les bandes de cisaillement

On a pu constater au sein des bandes de cisaillement une concentration de bulles plus importante que dans la fabrique non pénétrative (cf. figure V.23 p.164). Cette concentration est aussi plus importante avec les vitesses de déformation les plus élevées (cf. annexe B3 p.279-281). Ces bulles pourraient être dues à un phénomène de cavitation. La cavitation est

un phénomène connu dans les roches magmatiques (*Mancktelow et al., 1998; Smith, 2001*) et est interprétée comme la conséquence de la fracture d'un magma lors de son écoulement. *Smith (2001)* propose 3 possibilités générant ce phénomène (figure VI.12) : la première est la conséquence d'une force gravitaire résultant d'une pente (figure VI.12A), la seconde vient d'un contraste rhéologique entre plusieurs bandes de matériaux qui conduit à une déformation ductile continue pour certaines bandes au-delà du seuil de fracturation des bandes adjacentes (figure VI.12B), et la dernière provient du gradient de déformation entre une matrice se déformant et des particules rigides ne se déformant pas, et se localiserait proche des particules (figure VI.12C).



<u>Figure VI.12</u>: Conditions favorables pour de la cavitation dans les magmas : (A) force gravitaire due à une pente, (B) étirement de bandes possédant un contraste rhéologique, (C) étirement d'une suspension avec des particules rigides (*d'après Smith*, 2001).

Dans notre cas, aucun écoulement gravitaire n'est présent et les suspensions sont rhéologiquement homogènes. Nos résultats sont, cependant, cohérents avec un mécanisme d'étirement d'une suspension contenant des particules rigides. Un gradient de déformation entre les cristaux et la matrice serait à l'origine d'une cavitation développée à proximité des particules. Cette cavitation engendrerait une décompression amenant ainsi une exsolution de l'eau. Plus la vitesse de déformation est élevée et plus le différentiel de déformation entre les particules et la matrice sera fort, décomprimant l'eau dissoute de manière plus importante et engendrant la formation de bulles plus nombreuses (figure VI.13). Afin de vérifier cette hypothèse, des mesures ponctuelles des teneurs en eau dissoute seraient nécessaires. Malheureusement celles-ci n'ont pu être réalisées dans le cadre de ce travail.



<u>Figure VI.13</u>: Représentation schématique de la nucléation des bulles au sein des bandes de cisaillement en fonction de la vitesse de déformation.

Comme pour les suspensions précédentes, la figure VI.14 ci-dessous représente de manière schématique les courbes rhéologiques ainsi que les microstructures et les orientations qui leur sont associées en fonction des viscosités apparentes calculées et des vitesses et taux de déformation appliqués.



<u>Figure VI.14</u> : Evolution de la viscosité apparente en fonction de la vitesse de déformation pour les fabriques non pénétratives. Des croquis des courbes rhéologiques, des fabriques ainsi que les roses des directions ont été reportés pour chaque vitesse de déformation.

IV. Implications pour les transitions rhéologiques et structurales

A l'aide des résultats rhéologiques et structuraux présentés précédemment, il est possible, par extrapolation, d'établir des domaines sur toute la gamme de cristallisation où le comportement rhéologique ainsi que les microstructures associées évoluent (figure VI.15). Pour ce faire, aux viscosités apparentes calculées à l'aide des courbes rhéologiques obtenues expérimentalement, a été ajoutée la valeur de la viscosité de notre liquide silicaté de départ non cristallisé. Sa viscosité a été calculée à partir du modèle de *Giordano et al. (2008)* en prenant comme composition chimique la moyenne des compositions chimiques des verres résiduels calculées par bilan de masse dans cette étude (cf. tableau III.8 p.109). La composition obtenue est présentée dans le tableau VI.3.

	Liquide silicaté non cristallisé	_
SiO ₂	75,58	_
Al ₂ O ₃	15,32	_
Na ₂ O	7,74	-
CaO	1,36	$\frac{Ta}{nc}$
Total	100,00	dé

<u>Tableau VI.3</u>: Composition chimique en poids d'oxyde et normalisée à 100 du liquide silicaté non cristallisé utilisé pour déterminer les viscosités aux basses cristallinités ($\phi_s < 0,2$).

Les températures utilisées sont comprises entre 800°C et 900°C et les teneurs en H₂O entre 6% et 7% poids. Les viscosités du liquide silicaté alors obtenues sont comprises entre 4,29 Pa.s (800°C et 6% pds H₂O) et 3,21 Pa.s (900°C et 7% pds H₂O). Ces conditions étant similaires à celles de nos conditions expérimentales, il est alors possible de fixer ces paramètres (température et teneur en eau dissoute) au cours de la cristallisation. Ainsi, et même si ceci n'est pas très réaliste, seule la fraction cristalline varie sur la figure VI.15. Pour les faibles cristallinités ($\phi_s < 0,2$), les valeurs de la viscosité apparente ont été recalculées par le modèle d'*Einstein-Roscoe (1952)* en prenant n = 2,5, $\Phi_m = 0,62$. Bien que ce modèle s'applique au comportement de suspensions contenant des sphères et ne soit pas très performant aux moyennes cristallinités ($\phi_s > 0,2$), il reste cependant un outil d'estimation des viscosités apparentes aux très faibles cristallinités. La figure VI.15 représente l'évolution de la viscosité en fonction de la fraction cristalline. La courbe pleine est obtenue à l'aide du modèle proposé précédemment (Eq. VI.3). La courbe en pointillés représente une extrapolation de ce modèle vers les faibles et très fortes cristallinités.

On peut alors définir cinq domaines associés à des changements de comportement rhéologique de la suspension et dans son évolution structurale :

- à faible cristallinité ($\phi_s < 0,20$) la suspension magmatique se comporte comme un fluide Newtonien (domaine I). Dans ce domaine, la viscosité des suspensions peut être modélisée par l'équation d'Einstein-Roscoe (*Fernandez et Gasquet, 1994; Lejeune et Richet, 1995; Rosenberg et Handy, 2005*).

- en augmentant la cristallinité, l'interconnectivité entre les cristaux s'établit et va engendrer une charpente cristalline capable de transmettre les contraintes (*Petford, 2003*). Ceci se traduit par une forte hausse de la viscosité (domaine II). La fraction cristalline critique associée à cette augmentation est, dans ce cas, environ égale à $\phi_c = 0,2$ et correspondrait à la RPT (*Rigid Percolation Threshold*) définie par *Vigneresse et al. (1996*). La suspension est alors non-Newtonienne avec un comportement de type rhéofluidifiant. C'est aussi le domaine où les fabriques cristallines de type pénétratif se développent par rotation de cristaux (*Ildefonse et al., 1992a,b; Arbaret et al., 1996; Vigneresse et al., 1996*).

- entre $\phi_s = 0,38$ et 0,50, la suspension montre un comportement mécanique caractérisé par la présence d'adoucissement, associé au développement d'une fabrique pénétrative et de bandes de cisaillement bordées de gradient de déformation (domaine III). La suspension exhibe, là encore, un comportement de type rhéofluidifiant et une viscosité apparente qui augmente de manière moins brutale que dans le domaine II.

- le domaine IV ($\phi_s = 0,52 - 0,58$) est caractérisé par un comportement mécanique montrant un adoucissement plus prononcé que pour le domaine III, associé à l'apparition de structures discrètes de type cataclastique recoupant une suspension non déformée. L'augmentation de la viscosité apparente est faible et associée à un comportement de type rhéofluidifiant plus prononcé que pour les domaines précédemment cités.

- enfin, le domaine V ($\phi_s > 0,58$) est caractérisé par une courbe rhéologique stable et par une viscosité apparente qui augmente de manière très faible. Ce domaine est aussi marqué par un changement dans l'organisation structurale de la suspension. En effet, aucune structure (pénétrative et/ou discrète) ne se marque, sans doute à cause de la forte réduction de taille des cristaux. Ce domaine correspondrait à la PLT (*Particule Locking Threshold*) définie par *Vigneresse et al. (1996)*.

Les viscosités des suspensions de plagioclases entièrement cristallisées peuvent, suivant la vitesse de déformation et la température, aller jusqu'à environ 10^{15} Pa.s (pour $\gamma = 1.10^{-5}$ s⁻¹, 800°C) (*Hashin et Shtrikman, 1963*; *Burg et Vigneresse, 2002; Rybacki et Dresen, 2004*). On peut donc s'attendre à une hausse de la viscosité (environ 4 ordres de grandeur) entre $\phi_s = 0,75$ et 1. Ces résultats seraient en adéquation avec les observations de *Rosenberg et Handy (2005)* qui décrivent une forte hausse de la viscosité pour $\phi_s > 0,8$, due à une diminution significative de la quantité de liquide aux joints de grain. Ceci correspond à une déconnexion totale du liquide, qui n'est présent que par quelques poches indépendantes, et amène alors le système vers un état de solide poly-cristallin. Cette transition correspondrait à la MCT (*Melt Connectivity Transition*) définie par *Rosenberg et Handy (2005)*.



<u>Figure VI.15</u>: Représentation des différents domaines de comportement rhéologique d'un magma au cours de sa cristallisation, établis à partir des observations rhéologiques et structurales de cette étude. La courbe pleine représente les données expérimentales calculées pour des vitesses de déformation de 5.10^{-5} s⁻¹ à l'aide de l'équation empirique proposée dans cette étude (Eq. VI.3). Les courbes en pointillés représente une extrapolation vers les basses cristallinités (à gauche) suivant deux cas de compositions ($800^{\circ}C + 6\% H_2O$ et $900^{\circ}C + 7\% H_2O$) et vers un solide poly-cristallin (à droite).

V. <u>Comparaison des données expérimentales de cette étude avec</u> <u>les données de la littérature</u>

1. Evolution de la viscosité en fonction de la fraction de liquide pour des systèmes partiellement fondus

Les données expérimentales de cette étude ont été comparées aux données expérimentales obtenues pour des systèmes partiellement fondus (figure VI.16). Les domaines rhéologiques définis par la Rheological Critical Melt Pourcentage (RCMP) sont aussi représentés. Celles-ci ont été représentées dans un graphique log de la contrainte en fonction de la fraction de liquide. La RCMP, définie par Arzi (1978) comme étant le moment où l'interconnexion des cristaux va provoquer une forte hausse de la viscosité, est obtenue dans la littérature vers $\phi_m = 0,2$ (Arzi, 1978), $\phi_m = 0,3$ (Van der Molen et Paterson, 1979) ou encore $\phi_m = 0,5$ (Rutter et Neumann, 1995). Nos résultats indiquent, eux, une forte hausse de la viscosité plutôt vers $\phi_m = 0.8$. Nous avons donc placé la RCMP entre $\phi_m = 0.6$ et 0.8 qui correspond au domaine de formation de la charpente cristalline pour nos suspensions. De plus, les données expérimentales de cette étude, obtenues à forte fraction cristalline ($\phi_m = 0,25$) et qui traversent les domaines transitionnels définis par les différents auteurs, ne montrent pas de hausse de la contrainte mais plutôt une stabilisation de celle-ci. Les résultats de cette étude sont donc éloignés des résultats obtenus dans la littérature et confirment les observations de Vigneresse et al. (1996) qui suggèrent que les transitions obtenues lors du passage solide – liquide ne sont pas symétriques de celles obtenues lors du passage liquide – solide. Ces deux transitions dépendent de la nature même du système utilisé qui, dans le cas du passage solide-liquide, se traduit par la formation d'un film de liquide abaissant considérablement la résistance de l'échantillon alors que dans le cas du passage liquide-solide, la hausse de la contrainte est due à la formation de la charpente cristalline. Ces deux transitions ne sont donc mécaniquement et structuralement parlant pas comparables. La comparaison de nos résultats et des données expérimentales obtenues par Lejeune et Richet (1995) est discutée dans le paragraphe suivant.



<u>Figure VI.16</u>: Log de la contrainte en fonction de la fraction de liquide pour les suspensions magmatiques. Les légendes des points sont indiquées au dessus du graphique. Les données de cette étude (carrés pleins orange) ont été réalisées pour des vitesses de 5.10^{-5} s⁻¹. Les carrés et les ronds vides orange correspondent aux contraintes calculées (cette étude) en multipliant la viscosité apparente obtenue par l'équation d'Einstein-Roscoe (1952) par la vitesse (5.10^{-5} s⁻¹). Le domaine correspondant à la *Rheological Critical Melt Pourcentage* (RCMP) défini part Arzi (1978) est représenté par des losanges, celui part Van der Molen et Paterson (1979) en gris clair, celui part Lejeune et Richet (1995) en rayures et celui part cette étude en orange clair (modifié d'après *Rosenberg et Handy*, 2005).

Il est clair qu'au vu des nombreux paramètres qui gouvernent la *Rheological Critical Melt Pourcentage* (RCMP), il est très difficile de la placer précisément. Ce graphique en est la preuve puisque, suivant les auteurs, la transition s'étend de $\phi_m = 0,2$ à $\phi_m = 0,8$. Il est en fait fort probable que celle-ci s'effectue de manière progressive sur toute la gamme de cristallinité en fonction des différentes microstructures qui se développent au cours de la cristallisation et de la déformation des suspensions.

2. Evolution de la viscosité en fonction de la fraction cristalline pour des systèmes cristallisants

Les résultats de différentes études ont été comparés aux données expérimentales obtenues dans ce travail. La courbe orange correspond à la courbe présentée précédemment dans la figure VI.17. Les données de *Champallier et al. (2008)*, de *Lejeune et Richet (1995)* ainsi que les données calculées par l'équation d'*Einstein-Roscoe (1952)* ont été reportées.



<u>Figure VI.17</u>: Log de la viscosité en fonction de la fraction cristalline. Les données expérimentales de cette étude pour des vitesses de déformation de 5.10^{-5} s⁻¹ sont représentées par les carrés orange. Les données de cette étude calculées sont représentées par des triangles et des ronds pleins et vides (cf. figure VI.15). Les données calculées à l'aide de l'équation d'*Einstein-Roscoe (1952)* et des valeurs des viscosités des liquides de cette étude pour $\phi_s > 0,2$ sont représentées en marron. Les données obtenues par *Lejeune et Richet (1995)* sur des particules de Mg₃Al₂Si₃O₁₂ à 800°C sont représentées par les croix rouges. Les données de *Champallier et al. (2008)* sur des particules d'alumine à 3 kbar, 600°C et 6.10^{-4} s⁻¹ sont représentées par les croix bleues.
On peut tout d'abord constater que, dans la gamme de cristallinités où elles sont comparables, les valeurs obtenues par le modèle d'*Einstein-Roscoe (1952)* sont bien inférieures aux valeurs obtenues expérimentalement dans cette étude. Ceci confirme donc le fait que ce modèle n'est pas applicable pour les moyennes et fortes cristallinités car ne tient pas compte de l'influence des paramètres de forme, taille et distribution des particules.

Ensuite, on constate que les valeurs de nos données expérimentales sont toujours inférieures à celles obtenues par *Lejeune et Richet (1995)* et de *Champallier et al. (2008)*. Cette différence peut s'expliquer par les différents modes opératoires utilisés. Les expériences de *Lejeune et Richet (1995)* ont été réalisées en compression sur des particules sphériques, à pression atmosphérique. Dans de telles conditions, leur composition n'est pas hydratée, or l'eau joue un rôle important sur la viscosité des liquides silicatés (*Hess et Dingwell, 1996*). Les expériences de *Champallier et al. (2008)* ont, elles, déformé en torsion des particules d'alumine à des températures plus basses que celles utilisées lors de cette étude (600°C contre 800°C pour cette étude) et pour des teneurs en eau dissoute d'environ 2,5%. Toutes ces différences (teneur en eau, température) pourraient expliquer les différences de viscosité observées.

Un second paramètre qui varie beaucoup entre les données de la littérature et celles de ce travail est la forme des courbes obtenues. La hausse de la viscosité dans cette étude est bien plus importante et elle se produit pour des fractions cristallines plus faibles. Ainsi on pourra déterminer une fraction cristalline critique vers $\phi_s = 0,20$ environ dans notre cas alors qu'elle intervient à environ $\phi_s = 0.4$ dans les expériences de *Lejeune et Richet (1995)*, et qu'elle n'est pas très bien marquée dans les données de Champallier et al. (2008). L'influence de l'anisotropie des cristaux est ici clairement mise en évidence. Les cristaux utilisés pour cette étude présentent une anisotropie élevée (R = 4) alors qu'elle est faible pour Lejeune et Richet (1995) (R<2) et pour *Champallier et al.* (2008) (R~1). Le rapport d'anisotropie plus élevée va permettre à la charpente cristalline de se développer par contact des cristaux entre eux plus tôt dans la cristallisation (Saar et al., 2001). Cette charpente, capable de transmettre des contraintes (*Petford*, 2003), va provoquer une forte hausse de la viscosité bien plus importante dans cette étude (entre 7 et 8 unités log suivant la température et la teneur en eau) que pour celle de Lejeune et Richet (1995) (environ 4 unités log) et que celle de Champallier et al. (2008) (environ 1,5 unité log). Ceci s'explique par une meilleure solidité de la charpente due à la nature des cristaux qui la compose.

Ces résultats illustrent l'importance des formes des cristaux sur le comportement rhéologique des suspensions soumises à déformation.

3. Lois d'écoulement des suspensions

Récemment, les travaux de *Champallier et al. (2008)* ont essayé de simuler le comportement rhéologique de suspensions magmatiques soumises à déformation. Sur la base de l'équation de la loi de fluage $\gamma = A\tau^n \exp(-Q/RT)$, ils ont proposé une loi permettant de calculer la viscosité d'une suspension en fonction de la température, de la fraction solide et de la vitesse de déformation. Cette équation est de la forme :

$$\dot{\gamma} = A_0 (1 - \Phi / \Phi_m)^K \tau^{(1 + K_1 \Phi^{*2})} \exp(-Q / RT)$$

où $\dot{\gamma}$ est la vitesse de déformation, τ est la contrainte, Φ est la fraction cristalline, T est la température (K), Φ_m est la fraction solide de densité maximale, R est la constante des gaz parfaits, Q est l'énergie d'activation du système et A_0 , K, K_1 et K_2 sont des paramètres empiriques.

Les valeurs avancées pour les différents paramètres empiriques sont : Log $A_0 = 11,52 \pm 0,2$, $\Phi_m = 0,66 \pm 0,01$, $K = 4,0 \pm 0,7$, $K_1 = 9,95 \pm 2,63$ et $K_2 = 4,50 \pm 0,54$.

Dans le but de voir si les valeurs reportées dans cette étude peuvent être modélisées par cette équation, nous avons confronté nos données aux simulations du modèle. Pour ce faire, seule la valeur de la fraction solide de densité maximale Φ_m a été prise comme variable afin d'ajuster au mieux la courbe du modèle à nos données expérimentales (figure VI.18). Les valeurs de Φ_m respectivement utilisées pour chaque courbe sont de 0,435 ($\phi_s = 0,38$), 0,535 ($\phi_s = 0,50$), 0,545 ($\phi_s = 0,52$), 0,601 ($\phi_s = 0,58$), 0,623 ($\phi_s = 0,62$), 0,757 ($\phi_s = 0,75$).



<u>Figure VI.18</u> : Contrainte en fonction de la vitesse de déformation. Les données de cette étude sont représentées par les différents symboles. Les courbes correspondent aux meilleures approximations d'après l'équation de *Champallier et al. (2008)*.

On peut constater que les courbes obtenues à l'aide du modèle de *Champallier et al. (2008)* ne modélisent pas correctement les données expérimentales de cette étude. La différence entre cette équation et nos données expérimentales vient probablement du matériel de départ utilisé. Cette équation a été obtenue à l'aide de données expérimentales réalisées sur des suspensions de grains d'alumine faiblement anisotropes. Le comportement de ces suspensions ne montre pas d'adoucissement lors de la déformation et aucune microstructure telle que des fabriques pénétratives et/ou des bandes de localisation décrites dans ce travail n'est présente (*Champallier et al., 2008*). A contrario, nos données expérimentales obtenues sur des suspensions cristallines à fort rapport de forme (environ 4) ont montré la présence d'adoucissement lors de la déformation, relié à la présence de structures localisantes, telles que des bandes de cisaillement. Comme nous avons pu le voir précédemment, ces structures

localisantes jouent un rôle important sur le comportement rhéologique des suspensions en accommodant une partie plus ou moins importante de la déformation et en abaissant ainsi la contrainte subie par l'échantillon. Avec la hausse de la vitesse de déformation, les bandes de cisaillement sont de plus en plus nombreuses et baissent considérablement la contrainte subie par l'échantillon. Ceci explique que nos valeurs expérimentales soient systématiquement en dessous des résultats obtenus par cette équation qui, de par la nature du matériel de départ utilisé, ne prend pas en compte l'influence du rapport de forme des cristaux, et donc des microstructures développées, sur le comportement rhéologique des suspensions.

On peut alors déduire de ces résultats que, pour des suspensions de cristaux anisotropes et développant des structures localisantes, la résistance mécanique à la déformation sera beaucoup plus faible que pour des suspensions de cristaux faiblement anisotropes, ce qui aura donc tendance à faciliter l'écoulement.

4. Effet de la fraction solide sur le comportement des suspensions

Des équations empiriques ont aussi été développées pour essayer de décrire l'évolution de la viscosité des suspensions en fonction de leur fraction cristalline (*Costa et al., 2005; Caricchi et al., 2007*). Récemment, *Costa et al. (2009)* ont proposé une équation empirique décrivant la variation de la viscosité relative pour des fractions cristallines comprises entre ϕ_s = 0 et 0,8, et qui prend en compte le comportement non-Newtonien des magmas. Cette équation est du type :

$$\eta(\phi) = \frac{1 + \varphi^{\delta}}{\left[1 - F(\varphi, \xi, \gamma)\right]^{B_{\phi_*}}}$$

avec

$$F = (1 - \xi).erf\left[\frac{\sqrt{\pi}}{2.(1 - \xi)}\varphi.(1 + \varphi^{\gamma})\right] \text{ et } \varphi = \frac{\phi}{\phi_*}$$

où ϕ_* représente la fraction solide critique, ϕ la fraction solide, *B* est le coefficient d'Einstein-Roscoe (n=2,5), γ , ϕ et ξ des constantes empiriques (*Costa et al., 2009*).

Afin de voir si cette équation est en mesure de reproduire nos résultats, les données expérimentales de cette étude ont été confrontées à ce modèle empirique (figure VI.19).

Ce graphique représente la viscosité relative de nos suspensions, c'est-à-dire la viscosité apparente mesurée divisée par la viscosité du liquide, en fonction de la fraction cristalline. Ceci permet de mesurer l'effet des cristaux sur la rhéologie des suspensions. Les données expérimentales de cette étude sont représentées par les losanges bleus. Le modèle correspondant au mieux aux points expérimentaux est représenté par la courbe rouge. Pour obtenir ce modèle, les valeurs des paramètres empiriques γ , φ et ξ ont été ajustés tels que $\gamma = 4,7$, $\varphi = 0,379$ et $\xi = 2.10^{-6}$. Enfin pour que l'équation modélise au mieux nos données, trois points à $\phi_s = 0$, 0,05 et 0,1 ont été calculés d'après l'équation d'*Einstein-Roscoe (1952)*. Les viscosités des liquides ont été considérées constantes sur cette gamme de cristallinité. Ainsi les viscosités relatives aux basses cristallinités ont été calculées par $\eta_{rel} = 1 - (\Phi/\Phi_m)^{-n}$ avec n = 2,5, $\Phi_m = 0,62$ et $\Phi = 0, 0,05$ et 0,1.



<u>Figure VI.19</u>: Log de la viscosité relative en fonction de la fraction cristalline. Les données de cette étude sont représentées en bleues. Le modèle de *Costa et al. (2009)* est représentée par la courbe rouge.

La première chose que l'on constate est que la courbe obtenue par l'équation de *Costa et al.* (2009) ne reproduit pas bien à nos données expérimentales, et ce malgré l'ajustement des paramètres empiriques. La forte hausse de la viscosité de nos données expérimentales intervient pour des fractions cristallines inférieures à celles modélisées par l'équation. Cette différence est due au fait que l'équation de modélisation est basée sur l'équation d'Einstein-Roscoe qui n'est elle valable que pour des suspensions de sphères. Cette équation ne prend

donc pas en compte l'influence du rapport de forme sur le comportement rhéologique de la suspension et donc sur la viscosité mesurée. Or, le rapport de forme va avoir une influence directe sur les contacts entre cristaux lors de la déformation. Ceci a pour effet de bloquer le système pour des fractions solides moins importantes que pour un système composé de sphères ou de cristaux faiblement anisotropes, réduisant ainsi fortement la mobilité du magma. Ainsi, on peut constater un décalage d'environ 10-15% de cristaux vers les basses cristallinités de nos points expérimentaux par rapport au modèle empirique.

VI. <u>Implications pour le transport et la mise en place des</u> <u>magmas</u>

1. Contraintes liées aux limites expérimentales

Les expériences de cette étude ont été réalisées dans le but d'explorer les effets de la fraction solide sur l'évolution rhéologique et structurale de suspensions magmatiques à moyenne et haute cristallinités ($0,4 < \phi_s < 0,8$) déformées à haute pression et haute température. Dans cette optique, nous avons choisi un système synthétique simple composé d'une fraction solide de cristaux de plagioclase anisotropes baignant dans un liquide silicaté hydraté. Ces suspensions ont principalement été déformées en torsion, mode de déformation s'apparentant au cisaillement simple et permettant de simuler au mieux les conditions de déformation intervenant dans de nombreux niveaux depuis leur transport dans le conduit, les stockages intermédiaires jusqu'à leur mise en place sous forme de coulées de lave et des dômes (figure VI.20).



<u>Figure VI.20</u>: Représentation schématique d'un système volcanique de la source du magma en profondeur jusqu'à la mise en place de celui-ci en surface sous forme de dôme ou de coulée de lave. Le domaine d'étude réalisable en presse Paterson est indiqué à droite du schéma. Les différentes zones de cisaillement simple intervenant lors des mécanismes de transport du magma sont indiquées par les flèches noires (Arbaret, comm. pers.).

Les vitesses de déformation appliquées dans cette étude sont comprises entre 10^{-3} et 10^{-5} s⁻¹ et sont tout à fait en adéquation des conditions de transport et de mise en place de matériaux felsiques du conduit magmatique à la surface (10^{-2} à 10^{-6} s⁻¹) mais sont peu réalistes pour des plutons granitiques ($10^{-14\pm1}$ s⁻¹) (*Fernandez et Castro, 1999b; Petford, 2003; Rosenberg et Handy, 2005*).

Les taux de déformation appliqués à nos suspensions sont assez faibles $(0,5 < \gamma < 3,2)$ et permettent d'étudier la formation des microstructures au sein des suspensions ainsi que leur développement avec la déformation dans le cadre de suspensions magmatiques mais n'est pas réaliste des conditions de déformation de roches ultra-déformées telles que des mylonites.

Le système choisi est de composition chimique acide (environ 69% de SiO_2) associée à une teneur en Na₂O d'environ 8% et a été déformé pour des conditions de pression et de température d'environ 3 kbar et 800°C. Ces conditions expérimentales sont similaires à des roches magmatiques naturelles différenciées telles que des dacites, trachytes ou encore rhyolites. Les cristaux synthétisés sont de faibles tailles (environ 10-15 μ m de long pour 2-3 μ m de large) et sont de bons représentants des microlites de feldspath visibles dans des roches telles que les trois précédemment citées mais aussi telles que des andésites (même si leur composition chimique est plutôt intermédiaire) et des phonolites. Les suspensions de plagioclases étudiées sont donc de bons analogues des suspensions naturelles, le plagioclase étant la phase cristalline dominante dans une large gamme de magmas naturels.

2. Implication sur le comportement rhéologique lors de l'ascension

Lors de la remontée du magma dans le conduit, celui-ci va cristalliser sous l'effet de la baisse de pression mais surtout de la baisse de la température. Il est communément admis que lors des premiers stades de la cristallisation, la viscosité des magmas augmente de manière peu importante, principalement à cause d'un début de cristallisation. La suspension se comporte de manière Newtonienne. A ce stade, l'ascension du magma n'est limitée que par sa vitesse initiale. Lorsque la fraction cristalline augmente, un réseau solide va se former par interconnexion des cristaux entre eux, ce qui va augmenter de manière considérable la viscosité du magma. A ce stade, la suspension magmatique se comporte de manière non-Newtonienne. Cette étude a montré que, pour les suspensions étudiées, cette fraction solide critique est atteinte vers $\phi_s = 0,2$ et qu'elle est associée à une hausse de la viscosité apparente d'environ 6 à 8 ordres de grandeur suivant la vitesse de déformation. De plus, le comportement non-Newtonien est de type rhéofluidifiant, avec une baisse de la viscosité en fonction de la vitesse de déformation. Au-delà de $\phi_s = 0,58$, la viscosité des suspensions étudiées tend à se stabiliser. Celle-ci devient trop importante et empêche la remontée du magma qui va alors cristalliser en profondeur. Ceci est en accord avec les observations de terrain indiquant que la grande majorité des laves émises en surface contiennent moins de 55% de cristaux (Lejeune, 1994; Arbaret, 1995; Petford, 2003).

3. Implications sur les transferts au niveau des conduits magmatiques

Une des applications est la compréhension de phénomènes volcaniques mettant en œuvre des matériaux très visqueux, tels que le volcanisme en contexte d'arc (ex : Montagne Pelée) ou encore la mise en place des coulées trachytiques. Lors de l'ascension de ces magmas, la chute de pression et de température engendre la cristallisation de microlites (*Martel et al., 2006*) qui présentent des formes et tailles plus ou moins allongées suivant la vitesse d'ascension du

magma (Lofgren, 1974). La fraction de microlite créée ainsi que leur rapport de forme, associés aux phénocristaux déjà présents, génèrent une charpente solide cristalline. Des fabriques pénétratives, associées à des bandes de cisaillement discrètes, ont été observées dans des trachytes naturels (figure VI.21.b) (*Smith*, 2002). Les OPF de ces deux types de structures sont similaires à celles observées dans cette étude pour des suspensions contenant $\phi_s = 0.52$ (figure VI.21.a). On peut toutefois constater l'absence de gradient de déformation dans le cas naturel ainsi qu'une épaisseur des bandes de cisaillement plus faible, par rapport à la taille des cristaux. Malgré ces différences, les résultats de cette étude permettent, au vu des orientations des structures, de déterminer le sens de cisaillement subi par la roche. Ils permettent aussi de déterminer le stade de cristallisation pour lequel ces structures se développent, à savoir un stade de cristallisation intermédiaire, compris entre $\phi_s = 0.38$ et 0.58. De plus, l'adoucissement de la contrainte liée au développement de ces structures laisse supposer que l'ascension de la suspension magmatique sera facilitée et explique comment des roches visqueuses et riches en cristaux peuvent parvenir jusqu'à la surface. Les taux de déformation ainsi que les vitesses d'ascension peuvent être contraintes par les intensités des fabriques naturelles ainsi que les caractéristiques des bandes de cisaillement (nombres, espacement). On pourra ainsi estimer qu'une roche magmatique naturelle montrant la présence de bandes de cisaillement aura subi une vitesse de déformation supérieure à 1.10^{-5} s⁻¹



<u>Figure VI.21</u> : (a) Structure de type pénétrative avec bande de cisaillement obtenue dans cette étude. (b) Organisation structurale des feldspaths dans une coulée trachytique (*Smith, 2002*).

Au bord des conduits volcaniques le gradient de vitesse et donc de déformation sont plus importants qu'au milieu du conduit. Des structures de type cataclastique similaires à celles développées dans cette étude pour $\phi_s = 0.58$ ont été observées par *Miura et al. (1999)* et Polacci (2005) (figure VI.22). Notre étude a tout d'abord montré que ces bandes de cisaillement sont orientées dans le sens du cisaillement et permettent donc de déduire le sens de cisaillement subi par la roche. De plus, notre étude a montré que de telles structures peuvent se développer pour de faibles déformations ($\gamma = 0,5$) ainsi que pour des vitesses de cisaillement supérieures ou égales à 5.10⁻⁵ s⁻¹. Ces structures sont interprétées dans la littérature comme la conséquence d'une intense déformation. Ces observations sont confirmées par ce travail qui montre que la contrainte locale s'exerçant au sein de ces bandes de cisaillement peut, suivant la vitesse et le taux de déformation, aller jusqu'à 300 MPa. Enfin, le développement de telles structures est associé à un fort adoucissement de la réponse rhéologique de la suspension. Ainsi, ces structures vont permettre à la suspension magmatique de glisser le long des parois du conduit, facilitant l'ascension du magma. Cette étude a aussi montré que ce type de structure présente une concentration de fluide plus importante, indiquant une possible extraction des volatils présents dans le magma soit directement vers la surface, soit vers l'encaissant, pouvant ainsi dégazer fortement le magma.



<u>Figure VI.22</u>: Comparaison des structures obtenues dans cette étude et aux épontes d'une brèche pyroclastique. (a) Bande de cisaillement de type cataclastique (cette étude, $\phi_s = 0,58$, $\dot{\gamma} = 9,2.10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $\gamma = 0,5$). (b) Photographie du faciès marginal et de la déformation des épontes dans une brèche pyroclastique. La texture de la matrice enrichie (à droite) contraste avec le faciès massif (à gauche) (*Miura, 1999*).

4. Implications sur les dômes et aiguilles de lave

Une seconde application est l'étude des instabilités liées aux dômes volcaniques capables notamment d'écoulements pyroclastiques par effondrement gravitaire.

Des études ont montré que la déformation au sein d'un dôme volcanique était de nature coaxiale au niveau de la sortie du magma mais qu'elle devenait progressivement cisaillante au niveau des parties bombées et à la base du dôme (figure VI.23) (*Buisson et Merle, 2002*). Les dômes volcaniques étant des structures très visqueuses, il est tout à fait envisageable qu'au vu des contraintes appliquées notamment sur les parties basales du dôme, des bandes de cisaillement de type cassant, en accord avec celles obtenues dans cette étude pour des suspensions à environ $\phi_s = 0,58$, se développent et génèrent des zones de faiblesses responsables des instabilités gravitaires.

La détermination expérimentale des conditions de formation de ces plans de glissement, notamment au niveau des fractions cristallines, des tailles et formes des cristaux mais aussi des contraintes nécessaires pour leur développement, est donc indispensable pour une meilleure compréhension des évolutions des dômes naturels mais permet aussi d'en retracer toute l'histoire cinématique de mise en place.



<u>Figure VI.23</u> : Profil vertical d'un dôme et distribution des sens de cisaillement à l'intérieur de celuici (*Buisson et Merle*, 2002).

Dans le cas des aiguilles de lave, la lave très visqueuse ne peut s'écouler et se fige dans le conduit volcanique. Cependant, la pression interne au sein du conduit va pousser cette masse vers la surface et engendrer des contraintes cisaillantes au niveau des bords des conduits. Ces contraintes vont favoriser le développement de bandes de cisaillement de type cataclastique

jouant un rôle de plan de glissement et permettant ainsi à l'aiguille de pouvoir s'extruder vers la surface.

5. Implications pour les systèmes plutoniques

Les conditions expérimentales de cette étude ne permettent pas de bien simuler le comportement rhéologique de corps plutoniques. Les vitesses de déformation ainsi que les tailles de cristaux utilisés ne sont pas en totale adéquation avec les systèmes naturels. Cependant, il a été observé au sein de granite des structures de type pénétratif associées à des bandes de cisaillement similaires à celles obtenues dans ce travail *(Sen et Mamtani, 2006)* (figure VI.24). Ces structures permettent là encore de définir le sens de cisaillement subi et montrent qu'elles ont été acquises à un stade intermédiaire de cristallisation. Les intensités de fabriques préservées aideraient, quant à elles, à déterminer les taux de déformation appliqués aux suspensions. Dans l'exemple considéré, on constate une légère surconcentration en cristaux dans la bande de cisaillement (figure VI.24), ce qui n'est pas le cas pour les structures acquises au cours de ce travail. Est-ce une conséquence des différences avec les systèmes expérimentaux utilisés dans cette étude ? Cette surconcentration de cristaux est-elle la cause du développement de cette bande de cisaillement ou en est-elle la conséquence ?



<u>Figure VI.24</u> : Développement d'une bande de cisaillement marquée par l'orientation des phénocristaux de feldspath potassique au sein d'un granite (*Sen et Mamtani., 2006*).

6. Implications pour les coulées de lave

Bien que les conditions de pression utilisées lors de ces travaux de recherche ne soient pas réalistes des conditions s'appliquant aux coulées de lave, des structures de type cataclastique ont été observées à la base des coulées de lave rhyolitique et sont comparables à celles obtenues au cours de ce travail (figure VI.25) (*Smith, 1996, 2002*).



<u>Figure VI.24</u> : Détails d'une structure au sein d'une lave rhyolitique. Les alignements des microlites sont observables de haut en bas (*Smith*, 2002).

Elles sont interprétées comme une conséquence d'un cisaillement intense et localisé et sont particulièrement développées lorsque la concentration cristalline est forte. Les résultats obtenus au cours de cette étude sont donc cohérents avec ces interprétations et sont une bonne approche pour mieux comprendre le comportement des coulées de lave visqueuses en termes de taux et vitesse de déformation.

VII. <u>Perspectives</u>

Ces travaux de recherches ont été effectués sur des suspensions magmatiques de moyennes et fortes cristallinités. Il serait intéressant, au vu des résultats obtenus au cours de cette étude, de caractériser le comportement rhéologique pour des suspensions moins chargées en cristaux, et notamment dans la gamme $0,2 < \phi_s < 0,4$. Ces résultats permettront, d'une part, de déterminer plus précisément les fractions cristallines critiques à partir desquelles les viscosités apparentes augmentent de manière importante et, d'autre part, de caractériser le développement des OPF

associées. La même approche serait aussi intéressante pour des fortes fractions cristallines (ϕ_s >0,75). Ceci compléterait les résultats déjà obtenus dans ce travail et permettrait de proposer un modèle rhéologique et structural couvrant la majeure partie de la gamme de cristallisation, pour ce type de suspension

Ce travail a été mené sur des suspensions de plagioclases dont la taille et la forme sont identiques et homogènes au sein d'une même suspension. Cependant, cette configuration idéale n'est pas souvent observée dans la nature où les microlites de plagioclases sont souvent en cohabitation avec des phénocristaux dont les tailles et formes peuvent varier. Cette distribution de forme et de taille est sans doute un paramètre influençant la formation et le développement des microstructures durant la déformation dont il serait important d'en quantifier l'effet.



CONCLUSION

Les propriétés de transport et de mise en place des magmas sont gouvernées par de nombreux paramètres clés tels que la fraction cristalline, les conditions de pression, de température et de teneurs en eau, mais aussi la taille, la forme et la distribution spatiale des cristaux (*Dingwell, 1996; Saar et al., 2001*). Ces paramètres vont directement influencer le comportement rhéologique ainsi que le développement des structures dans les suspensions magmatiques. Bien contraindre ces paramètres est donc essentiel pour mieux comprendre les mécanismes d'écoulement des magmas.

Un changement dans le comportement rhéologique des magmas est attendu pour des cristallinités entre $0,4 < \phi_s < 0,8$. Cependant, les limites précises de ce domaine étaient encore débattues (*Rosenberg et Handy, 2005*). De plus, peu d'études ont pris en compte l'influence des microstructures sur le comportement rhéologique des suspensions magmatiques dans ce domaine de cristallinités.

Cette étude a donc consisté à étudier expérimentalement le comportement rhéologique et l'évolution microstructurale de suspensions magmatiques partiellement cristallisées dans le domaine $0,4 < \phi_s < 0,8$. Ces suspensions, constituées de cristaux de plagioclases anisotropes et de liquides interstitiels hydratés de composition rhyolitique, ont été déformées en compression et en torsion à l'aide d'une presse de type Paterson, à des pressions et des températures magmatiques et pour différentes vitesses et taux de déformation.

A partir de ces travaux expérimentaux, et en utilisant les modèles antérieurs, il est mis en évidence plusieurs grands domaines rhéologiques et structuraux pendant la cristallisation des magmas. Le premier correspond au domaine Newtonien et s'étend jusqu'à une fraction cristalline critique $\phi_c = 0,2$. Cette fraction correspond à la formation d'une charpente cristalline due à une interconnexion des cristaux entre eux, et va conduire, entre $\phi_s = 0,2$ et 0,38, à une forte hausse de la viscosité associée à un comportement non-Newtonien de type rhéofluidifiant et à un développement de fabriques pénétratives. Celles-ci vont être accompagnées, vers $\phi_s = 0,50$, de structures discrètes (bandes de cisaillement), associées à un comportement mécanique d'adoucissement et à une hausse moins importante de la viscosité. Un adoucissement plus prononcé est ensuite observé (pour $\phi_s = 0,58$), associé à l'apparition de structures discrètes de type cataclastique et à une faible hausse de la viscosité. Enfin, vers les hautes cristallinités ($\phi_s > 0,58$), la stabilisation de la contrainte en fonction de la déformation, associée à une quasi-stabilité de la viscosité, est cohérente avec un comportement mécanique de solide. Aucune OPF n'a pu être déterminée.

Les changements rhéologiques et structuraux constatés sont donc intimement liés et dépendants de paramètres fondamentaux tels que la fraction cristalline, la forme et taille des particules solides ainsi que les interactions entre elles et le liquide silicaté.

Ces résultats illustrent l'importance de la fraction cristalline ainsi que la forme des cristaux sur le développement des microstructures. L'interdépendance entre les fabriques cristallines et les propriétés rhéologiques des suspensions magmatiques est une caractéristique forte des processus de transport et de mise en place des magmas. Les modèles empiriques et numériques existants pour la rhéologie des magmas devront intégrer cette interdépendance entre le comportement rhéologique et l'évolution microstructurale des OPF en relation avec la fraction cristalline des suspensions ainsi que les conditions de déformation subies. Ceci permettra d'affiner ces modèles permettant ainsi notamment une meilleure compréhension des dynamismes volcaniques.

Références bibliographiques

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

A

- Arbaret, L. (1995) Orientations préférentielles de forme dans les magmas : modélisation analogique 3D en cisaillement simple. *Thèse*, 264pp, Université de Clermont-Ferrand II, Clermont-Ferrand, France.
- Arbaret, L., Bystricky, M. and Champallier, R. (2007) Microstructures and rheology of hydrous synthetic magmatic suspensions deformed in torsion at high pressure. *Journal* of Geophysical Research, 112, B10208.
- Arbaret, L., Diot, H. and Bouchez, J.-L. (1996) Shape fabrics of particles in low concentration suspensions: 2D analogue experiments and application to tilling in magma. *Journal of Structural Geology*, 18, p.941-950.
- Arbaret, L., Diot, H., Bouchez, J.L., Saint Blanquat, M. and Lespinasse, P. (1997) Analogue 3D simple-shear experiments of magmatic biotite subfabrics. In "Granites : from seggregation of melt to emplacement fabric". J.L. Bouchez et al. (eds), 129-143.
- Arbaret, L., Fernandez, A., Jezek, J., Ildefonse, B., Launeau, P. and Diot, H. (2000) Analogue and numerical modeling of shape fabrics: consequences for strain and flow determination in magmas. *Transactions of the Royal Society of Edinburgh: Earth Sciences*, 90, 97-109.
- Arzi, A.A. (1978) Critical phenomena in the rheology of partially melted rocks. *Tectonophysics*, 44(1-4), p.173-184.

B

- Bachmann, O., Dungan, M.A. and Lipman, P.W. (2002) The fish canyon magma body, San Juan volcanic field, Colorado: rejuvenation and eruption of an upper-crustal batholith. *Journal of Petrology*, 43, p.1469-1503.
- **Bagdassarov, N. and Dorfman (1998)** Granite rheology: magma flow and melt migration. *Journal of the Geological Society*, 155, p.863-872.
- **Bagdassarov, N. and Pinkerton, H. (2004)** Transient phenomena in vesicual lava flows based on laboratory experiments with analogue materials. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 132, p.115-136.

- **Bagdassarov, N.S. and Dingwell, D.B** (1992) A rheological investigation of vesicular rhyolite. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 50(3), p.307-322.
- Barhoorn, A., Bystricky, M., Kunze, K., Burlini, L. and Burg, J.-P. (2005) Strain localization in bimineralic rocks: Experimental deformation of synthetic calcite-anhydrite aggregates. *Earth and Planetary Science Letters*, 240, p.748-763.
- Bauer, P., Palm, S. and Handy, M.R. (2000) Strain localization and fluid pathways in mylonite: Inferences from in situ deformation of a water-bearing quartz analogue (norcamphor). *Tectonophysics*, 320, p.141-165.
- Benn, K., Paterson, S.R., Lund, S.P., Pignotta, G.S. and Kruse, S. (2001) Magmatic fabrics in batholiths as markers of regional strains and plate kinematics: example of the Cretaceous Mt. Stuart batholith. *Physics and Chemistry of the Earth, Part A: Solid Earth and Geodesy*, 26(4-5), p.343-354.
- Bottinga, Y. and Richet, P. (1995) Silicate melts: The "anomalous" pressure dependence of the viscosity. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, 59(3), p.2725-2731.
- Bottinga, Y. and Weill, D.F. (1972) The viscosity of magmatic silicate liquids; a model calculation. *American Journal of Science*, 272, p.438-475.
- Brearley, M., Dickinson, J., James, E. and Scarfe, C.M. (1986) Pressure dependence of melt viscosities on the join diopside-albite. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, 50(12), p.2563-2570.
- Buisson, C. and Merle, O. (2002) Experiments on internal strain in lava dome cross sections. Bulletin of Volcanology, 64, p.363-371.
- **Buisson, C. and Merle, O. (2004)** Numerical simulation of strain within lava domes. *Journal of Structural Geology*, 26, p.847-853.
- Burg, J.-P. and Vigneresse, J-L. (2002) Non-linear feedback loops in the rheology of cooling-crystallizing felsic magma and heating-melting felsic rock. In S.D. Meer, M.R. Drury, J.H.P.D Bresser and G.M. Pennock, Eds. Deformation Mechanisms, Rheology and Tectonics: Current Statut and Future Perspectives, Geological Society, Special Publications, London. Vol 200, p.275-292.
- **Bystricky, M. and Mackwell, S. (2001)** Creep of dry clinopyroxene aggregates. *Journal of Geophysical Research*, 106(B7), p.13443-13454.
- **Bystricky, M., Heidelbach, F. and Mackwell, S. (2006)** Large-strain deformation and strain partitioning in polyphase rocks: Dislocation creep of olivine-magnesiowüstite aggregates. *Tectonophysics*, 427, p.115-132.

Bystricky, M., Kunze, K., Burlini, L. and Burg, J.-P. (2000) High shear strain of olivine aggregates: Rheological and seismic consequences. *Science*, 290, p.1564-1567.

С

- Caricchi, L., Burlini, L., Ulmer, P., Gerya, T., Vassalli, M. and Papale, P. (2007) Non-Newtonian rheology of crystal-bearing magmas and implications for magma ascent dynamics. *Earth and Planetary Science Letters*, 264, p.402-419.
- Casey, M., Kunze, K. and Olgaard, D.L. (1998) Texture of Solnhofen limestone deformed to high strains in torsion. *Journal of Structural Geology*, 20, p.255-267.
- Castro, J., Manga, M. and Cashman, K. (2002) Dynamics of obsidian flows inferred from microstructures: insights from microlite preferred orientations. *Earth and Planetary Science Letters*, 199(1-2), p.211-226.
- **Champallier, R. (2005)** Déformation expérimentale à haute température et haute pression de magmas partiellement cristallisés. *Thèse*, 191pp, Université d'Orléans, Orléans, France.
- Champallier, R., Bystricky, M. and Arbaret, L. (2008) Experimental investigation of magma rheology at 300MPa: From pure hydrous melt to 75 vol. % of crystals. *Earth* and Planetary Science Letters, 267, p.571-583.
- Chong, J.S., Christiansen, E.B. and Baer, A.D. (1971) Rheology of concentrated suspensions. *J.Appl. Polymer Sci.*, 15, p.2007-2021.
- Costa, A. (2005) Viscosity of high crystal content melts: Dependence on solid fraction. *Geophysical Research Letters*, 32, L22308, doi:10.1029/2005GL024303.
- Costa, A., Caricchi, L. and Bagdassarov, N. (2009) A model for the rheology of particulebearing suspensions and partially molten rocks. *Geochem. Geophys Geosyst.*, 10, Q03010, doi:10.1029/2008GC002138.

\mathcal{D}

- **Dell'Angelo, L. and Tullis, J. (1988)** Experimental deformation of partially melted granitic aggregates. *Journal of Metamorphic Geology*, 6, p.495-515.
- **DiCarlo, I., Pichavant, M., Rotolo, S.G. and Scaillet, B. (2006)** Experimental crystallization of a high-K arc basalt: the Golden pumice, Stromboli volcano (Italy). *Journal of Petrology*, 47(7), p.1317-1343.

- **Dimanov, A., Dresen, G. and Wirth, R. (1998)** High-temperature creep of partially molten plagioclase aggregates. *Journal of Geophysical Research*, 103(B5), p.9651-9664.
- Dimanov, A., Dresen, G., Xiao, X. and Wirth, R. (1999) Grain boundary diffusion creep of synthetic anorthite aggregates: the effect of water. *Journal of Geophysical Research*, 104(B5), p.10483-10497.
- Dimanov, A., Lavie, M.P., Dresen, G. Ingrin, J and Jaoul, O. (2003) Creep of polycrystalline anorthite and diopside. *Journal of Geophysical Research*, 108(B1), 2061, doi:10.1029/2002JB001815.
- Dimanov, A., Wirth, R. and Dresen, G. (2000) The effect of melt distribution on the rheology of plagioclase rocks. *Tectonophysics*, 328, p.307-327.
- Dingwell, D.B. (1996) "Volcanic Dilemma: flow or blow?" Science, 273(5278), p.1054-1055.
- **Dingwell, D.B.** (2006) Transport properties of magmas: diffusion and rheology. *Elements*, 2, p.281-286.
- **Dingwell, D.B. and Mysen, B.O.** (1985) The effect of water and fluorine on the viscosity of albite melt at high pressure: a preliminary investigation. *Earth and Planetary Science Letters*, 74, p.266-274.
- **Dingwell, D.B., Romano, C. and Hess, K.-U. (1996)** The effect of water on the viscosity of a haplogranitic melt under P-T-X conditions relevant to silicic volcanism. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 124(1), p.19-28.
- **Dingwell, D.B., Hess, K.-U. and Romano, C. (1998)** Extremely fluid behaviour of hydrous peralkaline rhyolites. *Earth and Planetary Science Letters*, 158, p.31-38.

E

- Einstein, A. (1906) Eine neue bestimmung der molekül-dimensionen. Annales de Physique, 19, p.289-306.
- Einstein, A. (1911) Berichtigung zu meiner Arbeit: Eine neue Bestimmung der Moleküldimensionen. *Annales de Physique*, 34, p591-592.

F

- Fernandez, A. and Catuxo, J. (1997) 3D biotite shape fabric experiments under simple shear. in Granites : In J.L. Bouchez, D.H.W. Hutton and W.E. Stephens, Eds. Granite: From segregation of melt to emplacement fabrics., Kluwer Academic Publishers, The Netherlands. p.145-158.
- **Fernandez, A., Febesse, J.L. and Mezure, J.F. (1983)** Theoretical and experimental study of fabrics developed by different shaped markers in two-dimensional simple shear. *Bulletin de la Société Géologique de France*, 3(7), p.319-326.
- **Fernandez, A.N. and Gasquet, D. (1994)** Relative rheological evolution of chemically contrasted coeval magmas: Example of the Tichka plutonic complex (Morocco). *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 116, p.316-326.
- Fernandez, C. and Castro, A. (1999b) Pluton accommodation at high strain rates in the upper continental crust. The example of the Central Extremadura batholith, Spain. *Journal of Structural Geology*, 88(1), p.26-37.
- Frost, H.J. and Ashby, M.F. (1982) Deformation-mechanism maps: The plasticity and creep of metals and ceramics. 167pp, New York.

G

- **Giordano, D. and Dingwell, D.B.** (2003) Non-Arrenian multicomponent melt viscosity: a model. Earth and Planetary Science Letters, 208(3-4), p.337-349.
- Giordano, D., Dingwell, D.B. and Romano, C. (2000) Viscosity of a Teide phonolite in the welding interval. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 103, 239-245.
- Giordano, D., Russel, J.K. and Dingwell, D.B. (2008) Viscosity of magmatic liquids: a model, *Earth and Planetary Science Letters*, 271, p.123-134.
- Gleizes, G., Leblanc, D. and Bouchez, J.-L. (1997) Variscan granites of the Pyrenees revisited : their role as syntectonic markers of the orogen. *Terra Nova*, 9(1), p.38-41.
- Gualda, G.A.R. and Rivers, M. (2006) Quantitative 3D petrography using X-ray tomography: Application to Bishop Tuff pumice clasts. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 154(1-2), 48-62.

H

- Hashin Z. and Shtrikman S. (1963) A variational approach to the elastic behavior of multiphase materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 11, p.127-140.
- Heidelbach, F., Stretton, I., Langenhorst, F. and Mackwell S. (2003) Fabric evolution during high shear strain deformation of magnesiowüstite (Mg_{0.8}Fe_{0.2}O). *Journal of Geophysical research*, 108(B3), 2154, doi:10.1029/2001JB001632.
- Hess, K.-U. and Dingwell, D.B. (1996) Viscosities of hydrous leucogranitic melts; A non-Arrhenian model. *American Mineralogist*, 81(9-10), p.1297-1300.
- Hess, K.-U., Dingwell, D.B. and Rossler, E. (1996) Parametrization of viscosity-temperature relations of aluminisilicate melts. *Chemical Geology*, 128(1-4), p.155-163.
- Hess, K.-U., Dingwell, D.B., Gennaro, C. and Mincione, V. (2001) Viscosity-temperature behaviour of dry melts in the Qz-Ab-Or system. *Chemical Geology*, 174, p.133-142.
- Hirose, T., Bystricky, M., Kunze, K. and Stünitz, H. (2006) Semi-brittle flow during dehydration of lizardite-chrysotile serpentinite deformed in torsion: Implications for the rheology of oceanic lithosphere. *Earth and Planetary Science Letters*, 249, p.484-493.
- Hirth, G. and Kohlstedt, D.L. (1995a) Experimental constraints on the dynamics of the partially molten upper mantle1: Deformation in the diffusion creep regime. *Journal of Geophysical Research*, 100(B2), p.1981-2002.
- Hirth, G. and Kohlstedt, D.L. (1995b) Experimental constraints on the dynamics of the partially molten upper mantle2: Deformation in the diffusion creep regime. *Journal of Geophysical Research*, 100(B8), p.15441-15450.
- Holtz, F., Pichavant, M., Barbey, P. and Johannes, W. (1992b) Effects of H2O on liquidus phase relations in the haplogranite system at 2 and 5 kbar. *American Mineralogist*, 77(11-12), p.1223-1241.

Ι

- **Iezzi, G. and Ventura, G. (2002)** Crystal fabric evolution in lava flows: results from numerical simulation. *Earth and Planetary Science Letters*, 200(1-2), p.33-46.
- Ildefonse, B., Launeau, P., Bouchez, J.L. and Fernandez, A. (1992a) Effect of mechanical interactions on the development of shape preferred orientations: a two dimensional experimental approach. *Journal of Structural Geology*, 14(1), p.73-83.

Ildefonse, B., Sokoutis, D. and Mancktelow, N.S. (1992b) Mechanical interactions between rigid particles in a deforming ductile matrix. Analogue experiments in simple shear flow. *Journal of Structural Geology*, 14(10), p.1253-1266.

${\mathcal{J}}$

- Jefferey, D.J. and Acrivos, A. (1976) The rheological properties of suspensions of rigid particles. *AIChE J.*, 22. p.417-432.
- Jeffery, G.B. (1922) The motion of ellipsoidal particles immersed in a viscous fluid. Proceedings of the Royal Society of London, 102, p.201-211.
- Johannes, W. and Holtz, F. (1996) Petrogenesis and Experimental Petrology of Granitic Rocks. *Minerals and Rocks Series*, 22, xiii, 335 pp.

L

- Launeau, P. (2004) Mise en évidence des écoulements magmatiques par analyse d'image 2 D des distributions 3-D d'Orientations Préférentielles de Forme. Bulletin de la Société
 Géologique de France, 175, p.331-350.
- Launeau, P. and Robin, P.-Y.F. (1996) Fabric analysis using the intercept method. *Tectonophysics*, 267, p.91-119.
- Lejeune, A.M. (1994) Rhéologie des magmas: influence des cristaux et des bulles en suspension. *Thèse*, 216pp, Université de Paris VII, Paris, France.
- Lejeune, A.M. and Richet, P. (1995) Rheology of crystal-bearing silicate melts: An experimental study at high viscosities. *Journal of Geophysical Research*, 100, p.4215-4229.
- Lejeune, A.M., Bottinga, Y., Trull, T.W. and Richet, P. (1999) Rheology of bubblebearing magmas. *Earth and Planetary Science Letters*, 166(1-2), p.71-84.
- Levesque, S. (1999) Rhéologie de silicates fondus et de laves partiellement cristallisés. *Physique des géomatériaux*, p.157. Marne-la-Vallée, Institut de Physique du Globe de Paris.
- Lofgren, G. (1974) An experimental study of plagioclase crystal morphology: Isothermal crystallisation. *American Journal of Science*, 274, p.243-273.

Μ

- Mancktelow, N.S., Grujic, D. and Johnson, E.L. (1998) An SEM study of porosity and grain boundary microstructure in quartz mylonites, Simplon Fault Zone, Central Alps. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 131, p.71-85.
- Manga, M., Castro, J., Cashman, K. And Loewenberg, M. (1998) Rheology of bubblebearing magmas. Journal of Volcanology and Geothermal Research, 87, p.15-28.
- Marques, F.O., Taborda, R.M and Antunes, J.V (2005) 2D rotation of rigid inclusions in confined bulk simple shear flow: a numerical study. *Journal of Structural Geology*, 27, p.2171-2180.
- Marsh, B.D. (1981) On the cristallinity, probability of occurrence, and rheology of lava and magma. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 78, p.85-98.
- Martel, C., Radadi Ali, A., Poussineau, S., Gourgaud, A. and Pichavant, M. (2006) Basalt-inherited microlites in silicic magmas : Evidence from Mount Pelée (Martinique, French West Indies). *Geology*, 34(11), p.905-908.
- McBirney, A.R. and Murase, T. (1984) Rheological properties of magmas. *Annual Review* of Earth ad Planetary Sciences, 12, p.337-357.
- Mecklenburgh, J. and Rutter, E.H. (2003) On the rheology of partially molten synthetic granite. *Journal of Structural Geology*, 25(10), p.1575-1585.
- Mecklenburgh, J. Zhao, Y.H. Heidelbach, F. and Mackwell, S. (2006) Deformation of olivine-spinel aggregates in the system (Mg,Ni)2GeO4 deformed to high strain in torsion: Implications for the upper mantle anisotropy. *Journal of Geophysical Research*, 111, B11209, doi:10.1029/2006JB004285.
- Merle, O (1998) Internal strain within lava flows from analogue modelling. Journal of Volcanology and Geothermal Research, 81(3-4), p.189-206.
- Miura, D. (1999) Arcuate pyroclastic conduits, ring faults, and coherent floor at Kumano caldera, southwest Honshu, Japan. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 92, p.271-294.

N

Neuville, D.R. and Richet, P. (1990) Viscosité et entropie des silicates fondues. *Rivista della Stazione Sperimentale del Vetro*, 6, p.213-220.

- Neuville, D.R. and Richet, P. (1991) Viscosity and mixing in molten (Ca, Mg) pyroxenes and garnets. *Geochimica and Cosmochimica Acta*, 55, p.1011-1019.
- Neuville, D.R., Courtial, P., Dingwell, D.B. and Richet, P. (1993) Thermodynamic and rheological properties of rhyolite and andesite melts. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 113, p.572-581.
- Nicolas, A. (1992) Kinematics in magmatic rocks with special reference to gabbros. *Journal of Petrology*, 33, p.891-915.

\mathcal{P}

- Papale, P., Moretti, R. and Barbato, D. (2006) The compositional dependence of the saturation surface H₂O+CO₂ fluids in silicate melts. *Chemical Geology*, 229, p.78-95.
- Paquet, J. and François, P. (1980) Experimental deformation of partially melted granitic rocks at 600-900°C and 250MPa confining pressure. *Tectonophysics*, 68, p.131-146.
- Paterson, M. and Olgaard, D. (2000) Rock deformation tests to large shear strains in torsion. *Journal of Structural Geology*, 22(9), p.1341-1358.
- Paterson, S.R., Fowler, T., Scmidt, K.L., Yoshinobu, A.S., Yuan, E.S. and Miller, R.B. (1998) Interpreting magmatic fabrics patterns in plutons. *Lithos*, 44, p.53-82.
- **Petford, N. (2003)** Rheology of granitic magmas during ascent and emplacement. *Annual Review of Earth and Planetary Science*, 31, p.399-427.
- Piane, C.D., Burlini, L. And Grobety, B. (2007) Reaction-induced strain localization: Torsion experiments on dolomite. *Earth and Planetary Science Letters*, 256, p.36-46.
- Pieri, M., Burlini, L., Kunze, K., Stretton, I. And Olgaard, D.L. (2001) Rheological and microstructural evolution of Carrara marble with high shear strain: results from high temperature torsion experiments. *Journal of Structural Geology*, 23, p. 1393-1413.
- Pinkerton, H. and Stevenson, R.J. (1992) Methods of determining the rheological propoerties of magma at sub-liquidus temperatures. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 53, p.47-66.
- Polacci, M., Rosi, M., Landi, P., DI Muro, A. And Papale, P. (2005) Novel interpretation for shift between eruptive styles in somes volcanoes. *Eos transactions American Geophysical Union*, 87, p.335-336.

R

- Renner, J., Evans, B. and Hirth, G. (2000) On the rheologically critical melt fraction. *Earth and Planetary Science Letters*, 181(4), p.585-594.
- Richet, P. (1984) Viscosity and configurational entropy of silicate melts. *Geochimica and Cosmochimica Acta*, 48, p.471-483.
- Richet, P., Lejeune, A.M., Holtz, F. and Roux, J. (1996) Water and the viscosity of andesite melts. *Chemical Geology*, 128, p.185-197.
- Roscoe, R. (1952) The viscosity of suspensions of rigid spheres. Br. J. Appl. Phys., 3, p267-269.
- **Rosenberg, C.L. (2001)** Deformation of partially molten granite: a review and comparison of experimental and natural case studies. *International Journal of Earth Sciences*, 90(1), p.60-76.
- **Rosenberg, C.L. and Handy, R. (2005)** Experimental deformation of partially melted granite revisited: Implication for the continental crust. *Journal of Metamorphic Geology*, 23, p.19-28.
- Rosi, M., Principe, C. and Verri, R. (1993) The 1631 Vesuvius Eruption a reconstruction based on historical and stratigraphical data. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 58, p.151-182.
- Roux, J. and Lefèvre, A. (1992) A fast-quench device for internally pressure vessels. European Journal of Mineralogy, 4, p.279-281.
- Russel, J.K. and Giordano, D. (2005) A model for silicate melt viscosity in the system CaMgSi₂O₆-CaAl₂Si₂O₈-NaAlSi₃O₈. *Geochimia et Cosmochimica Acta*, 69(22), p.5333-5349.
- Rutherford, M.J., Baker, L. and Pallister, J.S. (1993) Experimental petrology applied to volcanic processes. *Eos*, 74, p.671.
- Rutter, E.H. and Neumann, D.H.K. (1995) Experimental deformation of partially molten Westerly granite under fluid-absent conditions with implications for the extraction of granitic magmas. *Journal of Geophysical Research*, 100(B8), p.15697-15716.
- Rybacki, E., Paterson, M.S., Wirth, R. and Dresen, G. (2003) Rheology of calcite-quartz aggregates deformed to large strain in torsion. *Journal of Geophysical Research*, 108(B2), 2089, doi:10.1029/2002JB001833.
- Rybacky, E. and Dresen, G. (2004) Deformation mechanism maps for feldspar rocks. *Tectonophysics*, 382, p.173-187.

Ryerson, F.J., Weed, H.C. and Piwinskii, A.J. (1988) Rheology of subliquidus magmas, I. Picritic compositions, *Journal of Geophysical Research*, 93, p.3421-3436.

S

- Saar, M.O., Manga, M., Cashman, K.V. and Fremouw, S. (2001) Numerical models of the onset of yield strength in crystal-melt suspensions. *Earth and Planetary Science Letters*, 187, p.367-379.
- Scaillet, B., Holtz, F. and Pichavant, M. (1997) Rheological properties of granitic magmas in their crystallization range. In J.L. Bouchez, D.H.W. Hutton and W.E. Stephens, Eds. Granite: From segregation of melt to emplacement fabrics., Kluwer Academic Publishers, The Netherlands. p.11-29.
- Scarfe, C.M., Mysen, B.O. and Virgo, D. (1987) Pressure dependence of the viscosity of silicate melts. In B.O. Mysen, Ed. Magmatic Processes: Physicochemical principles. Geochemical Society, Special Publications, 1, p.59-67.
- Schmocker, M., Bystricky, M., Kunze, K., Burlini, L., Stünitz, H. and Burg, J.-P. (2003) Granular flow and Riedel band formation in water-rich quartz aggregates experimentally deformed in torsion. *Journal of Geophysical Research*, 108(B5), 2242, doi:10.1029/2002JB001958.
- Sen, K. and Mamtani, M.A. (2006) Magnetic fabric, shape preferred orientation and regional strain in granitic rocks. *Journal of Structural Geology*, 28, p.1870-1882.
- Shaw, H.R. (1963) Obsidian-H2O viscosities at 1000 and 2000 bars in the temperature range 700°C to 900°C. *Journal of Geophysical Research*, 68, p.6337-6343.
- Shaw, H.R. (1965) Comments on viscosity, crystal settling, and convection in granitic magmas. *American Journal of Science*, 263, p.120-152.
- Shaw, H.R. (1972) Viscosities of magmatic silicate liquids: an empirical method of prediction. American Journal of Science, 272, p.870-893.
- Smith, J.V. (1996) Ductile-brittle transition structures in the basal shear zone of a rhyolite lava flow, eastern Australia. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 72, p.217-223.
- Smith, J.V. (1997) Shear thickening dilatancy in crystal-rich flows. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 79, p.1-8.

- Smith, J.V. (2000) Textural evidence for dilatant (shear thickening) rheology of magma at high crystal concentrations. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 99, p.1-7.
- Smith, J.V. (2001) Interpretation of porosity in dacite lava domes as ductile-brittle failure textures. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 112, p.25-35.
- Smith, J.V. (2002) Structural analysis of flow-related textures in lavas. *Earth Science Review*, 57, p.279-297.
- Spera, J., Borgia, A. and Strimple, J. (1988) Rheology of melts and magmatic suspensions:1. Design and calibration of concentric cylinder viscometer with application to rhyolitic magma. *Journal of Geophysical Research*, 93, p.10273-10294.
- Stampanoni, M., Borchert, G., Wyss, P., Abela, R., Patterson, B., Hun,t S., Vermeulen, D., Ruegsegger, P. (2002) High resolution X-ray detector for synchrotron-based microtomography. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section A*, 491(1-2), p.291-301.
- Stein, D.J. and Spera, F.J. (1992) Rheology and microstructure of magmatic emulsions: theory and experiments. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 49(1-2), p.157-174.

U

Urbain, G., Bottinga, Y. and Richet, P. (1982) Viscosity of liquid silica, silicates and alumino-silicates. *Geochimica and Cosmochimica Acta*, 46, p.1061-1072.

\mathcal{V}

- Van der Molen, I. and Pateron, M.S. (1979) Experimental deformation of partially-melted granite. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 70, p.299-318.
- Vernon, R.H. (2000) Review of microstructural evidence of magmatic and solid state flow. *Electronic Geosciences*, 5:2.
- Vetere, F., Behrens, H., Holtz, F. and Neuville, D.R. (2006) Viscosity of andesitic melts new experimental data and a revised calculation model. *Chemical Geology*, 228, p.233-245.
- Vigneresse, J.L. and Tikoff, B. (1999) Strain partitioning during partial melting and crystallizing felsic magmas. *Tectonophysics*, 312, p.117-132.

Vigneresse, J.-L., Barbey, P. and Cuney, M. (1996) Rheological transitions during partial melting and crystallisation with application to felsic magma segregation and transfert. *Journal of Petrology*, 37, p.1579-1600.

W

- Whittington, A., Richet, P. and Holtz, F. (2000) Water and the viscosity of depolymerised aluminosilicate melts. *Geochimica and Cosmochimica Acta*, 64(21), p.3725-3736.
- Whittington, A., Richet, P., Linard, Y. and Holtz, F. (2001) The viscosity of hydrous phonolites and trachytes. *Chemical Geology*, 174, p.209-223.
- Willis, D.G. (1977) A kinematic model of preferred orientation. *Geological Society of American Bulletin*, 88, p.883-894.

Ζ

Zimmerman, M.E. and Kohlstedt, D.L. (2004) Rheological properties of partially molten lherzolite. *Journal of Petrology*, 45, p.275-298.

Liste des figures
LISTE DES FIGURES

CHAPITRE I : PROBLEMATIQUE

FIGURE I.1: Viscosité des liquides silicatés en fonction de la température (Levesque, 1999) 6
FIGURE I.2: Log de la viscosité en fonction de la température des liquides aluminosilicatés (<i>Hess et al., 1996</i>)
FIGURE I.3: Influence de la pression sur des liquides de compositions Ab-Di (Brearley et al., 1986)
FIGURE I.4: Influence de la composition chimique sur la viscosité des liquides silicatés
FIGURE I.5: Evolution de la viscosité d'un liquide silicaté de composition haplogranitique en fonction de la teneur en eau à différentes températures (<i>Hess et Dingwell, 1996</i>)
FIGURE I.6: Illustration de la forme des bulles et des lignes d'écoulement pour des faibles C _a (à gauche) et des forts C _a (à droite) (<i>Manga et al., 1998</i>)10
FIGURE I.7: Log de la viscosité en fonction de la température et de la fraction de la phase bulleuse (<i>Lejeune et al., 1999</i>)
FIGURE I.8: Comportements rhéologiques parfaits définis pour les suspensions magmatiques (modifié d'après <i>Fernandez et Gasquet, 1994</i>)
FIGURE I.09: Déstructuration de la charpente cristalline permettant l'écoulement
FIGURE I.10: Représentation du modèle de Jeffery (1922) (d'après Arbaret et al., 2000) 14
FIGURE I.11: Orientation de l'axe long d'une particule soumise à un cisaillement simple (<i>Fernandez et al., 1983</i>)
FIGURE I.12: Diagramme rhéologique pour des magmas granitiques G et basaltiques B (Fernandez et Gasquet, 1994)
FIGURE I.13: Log de la viscosité des suspensions magmatiques en fonction de la fraction cristalline (<i>Lejeune et Richet, 1995</i>)
FIGURE I.14: Seuils rhéologiques définis pour la cristallisation des magmas et la fusion des roches en fonction de la fraction de liquide (<i>Vigneresse et al., 1996</i>)
FIGURE I.15: Log de la contrainte ou de la viscosité relative en fonction de la fraction liquide (<i>Rosenberg et Handy</i> , 2005)20
FIGURE I.16: Résistance de l'agrégat en fonction de la fraction de liquide pour des granites partiellement fondus (<i>Rosenberg et Handy</i> , 2005)

FIGURE L17: Illustrations de structures magmatiques.	
ridered in 7. mustrations de stractares magmanques.	

CHAPITRE II: METHODE EXPERIMENTALE ET TECHNIQUES ANALYTIQUES

FIGURE II.1: Schémas d'un autoclave à chauffage interne
FIGURE II.2: Disposition schématique des thermocouples et de la capsule par rapport à la zone isotherme du four
FIGURE II.3: Photographies de la presse Paterson. A gauche, face avant et à droite, face arrière
FIGURE II.4: Illustrations de la colonne-échantillon
FIGURE II.5: Glissement à l'interface entre le disque d'alumine et l'échantillon (modifié d'après <i>Arbaret et al.</i> , 2007)
FIGURE II.6: Agencement et effet d'une feuille de métal inerte autour de l'échantillon (modifié d'après <i>Champallier</i> (2005))
FIGURE II.7: Influence d'une jaquette en fer sur les déformations en torsion
FIGURE II.8: Schéma représentant les deux types d'expériences réalisées dans ce travail 42
FIGURE II.9: Schéma de l'intérieur d'une presse Paterson avec module de compression (d'après <i>Champallier</i> , 2005)44
FIGURE II.10: Schéma de l'intérieur d'une presse Paterson avec module de torsion (d'après <i>Champallier</i> , 2005)
FIGURE II.11: Domaine des viscosités mesurables suivant les différentes cellules de mesures en fonction de la vitesse de déformation
Figure II.12: Schéma d'un échantillon subissant une rotation d'un angle θ
FIGURE II.13: Représentation schématique des différents plans d'étude (modifié d'après <i>Paterson et Olgaard, 2000</i>)
FIGURE II.14: Représentation schématique du cisaillement simple en torsion
FIGURE II.15: Représentation schématique d'une déformation coaxiale
FIGURE II.16: Concentration en Na ₂ O des verres standards HAn ₂₀ Q ₁₅ hydratés en fonction de la teneur en eau
Figure II.17: Facteurs de correction obtenus pour différentes compositions de verres standards

FIGURE II.18: Illustration de la méthode des moments d'inertie
FIGURE II.19: Illustration d'une suspension fortement cristallisée et analysée par la méthode des moments d'inertie (figure II.18)
FIGURE II.20: Schéma représentant les orientations obtenues pour un agrégat (en bleu) et des grains isolés (en vert) avec la méthode des Intercept (cadre bleu) et des moments d'inertie (cadre vert) (<i>Launeau</i> , 2004)
FIGURE II.21: Illustration de la méthode des intercepts (d'après Launeau et Robin, 1996) 60
FIGURE II.22: Image MEB en électrons rétrodiffusés d'une suspension de plagioclase traitée par le logiciel <i>Intercept2003</i>
FIGURE II.23: Ellipses tensorielles locales obtenues pour une image MEB en électrons rétrodiffusés d'une suspension de plagioclases, séparée en 15x15 imagettes et traitée avec le logiciel Intercept2003
FIGURE II.24: Ensemble des ellipses tensorielles locales de la figure II.23
FIGURE II.25: Définition des directions d'orientation utilisées dans cette étude
FIGURE II.26: REPRESENTATION SCHEMATIQUE DU PRINCIPE DE LA METHODE EBSD/EBSP 64
FIGURE II.27: Exemple de pattern obtenu par EBSP64
FIGURE II.28: Exemple de figures de pôle du plan {010} obtenues sur une suspension de plagioclase
FIGURE II.29: Schéma de l'effet Raman
FIGURE II.30: Intensité mesurée en nombre de coups en fonction de la longueur d'onde pour chaque verre standard hydraté
FIGURE II.31: Teneurs en eau déterminées en fonction de l'intensité d'absorbance
FIGURE II.32: Intensité en fonction de la longueur d'onde pour l'échantillon PP038 (à gauche) et l'échantillon PP069 (à droite)
FIGURE II.33: Teneurs en eau en fonction de l'intensité
FIGURE II.34: Représentation en 3-D, obtenue par microtomographie à rayon X, d'une suspension déformée (PP041)71

CHAPITRE III : MATERIAUX DE DEPART

FIGURE III.1: Compositions de dé	part potentielles	reportées	dans un	diagramme	ternaire Qz-
Ab-An		•••••			76

FIGURE III.2: Images MEB en électrons rétrodiffusés à différents grossissements des 3 suspensions de départ potentielles à 3 kbar et 850 °C. (a) HTN + 3% H ₂ O pds; (b) $An_{20} + 3\%$ H ₂ O pds (c); $An_{50} + 3\%$ H ₂ O pds
FIGURE III.3: Enroulement de plagioclases autour d'un agglomérat de grains de quartz (<i>Champallier</i> , 2005)
FIGURE III.4: Compositions des mélanges reportées dans un diagramme ternaire Qz-Ab-An.79
FIGURE III.5: Images MEB en électrons rétrodiffusés à différents grossissements des deux mélanges hydratés synthétisés à 3 kbar et 850 °C
FIGURE III.6: Images MEB en électrons rétrodiffusés à différents grossissements des deux mélanges contenant différentes teneurs en eau et synthétisés à 3 kbar et 850 °C82
FIGURE III.7: Images MEB en électrons rétrodiffusés des synthèses effectuées (a) sans undercooling ($\phi_s = 0,58$) et (b) avec undercooling ($\phi_s = 0,52$) à 3kbar et 850 °C
FIGURE III.8: Capsule en or utilisée pour la synthèse des suspensions
FIGURE III.9: Préparation des échantillons
FIGURE III.10: Détermination des textures pour une suspension non déformée contenant $\phi_s = 0.38$
FIGURE III.11: Détermination des textures pour une suspension non déformée contenant $\phi_s = 0,50$ 89
FIGURE III.12: Orientations individuelles des cristaux d'une suspension non déformée contenant $\phi_s = 0,38$
FIGURE III.13: Orientations individuelles des cristaux d'une suspension non déformée contenant $\phi_s = 0,50$
FIGURE III.14: Détermination des textures pour des suspensions non déformée contenant $\phi_s = 0.52$
FIGURE III.15: Détermination des textures pour des suspensions non déformée contenant $\phi_s = 0,58$
FIGURE III.16: Orientations individuelles des cristaux d'une suspension non déformée contenant $\phi_s = 0,52$
FIGURE III.17: Orientations individuelles des cristaux d'une suspension non déformée contenant $\phi_s = 0.58$
FIGURE III.18: Images MEB prises en électrons rétrodiffusés des suspensions initiales non déformées contenant $\phi_s = 0,62$ (a) et $\phi_s = 0,75$ (b)

FIGURE III.19: Images MEB prises en électrons rétrodiffusés pour une suspension non déformée contenant $\phi_s = 0,62$ 95
FIGURE III.20: Images MEB en électrons rétrodiffusés pour une suspension non déformée contenant $\phi_s = 0.75$
FIGURE III.21: Pôles figures des orientations cristallographiques préférentielles obtenues par la méthode EBSD sur des cristaux des suspensions contenant $\phi_s = 0,52$ (a) et 0,58 (b) 97
FIGURE III.22: Histogrammes des valeurs des axes longs et courts des plagioclases pour les suspensions contenant $\phi_s = 0,38, 0,50, 0,52$ et 0,58
FIGURE III.23: Variation des axes longs, des axes courts et des rapports de forme moyens des cristaux pour chaque suspension avant déformation
FIGURE III.24: Histogrammes des fractions d'anorthite des plagioclases de chaque suspension cristalline
FIGURE III.25: Fraction d'anorthite des plagioclases en fonction de la cristallinité pour les différentes suspensions
FIGURE III.26: Compositions chimiques des verres résiduels et des plagioclases reportées dans un diagramme ternaire Qz-Ab-An
FIGURE III.27: Pourcentage surfacique de bulles dans les suspensions en fonction de la fraction cristalline et de la teneur en eau initiale
FIGURE III.28: Solubilités calculées à l'aide du modèle de <i>Papale (2006)</i> et teneurs en H ₂ O recalculées à partir des fractions cristallines et de l'eau initiale en fonction de la cristallinité

CHAPITRE IV : EXPERIENCES DE DEFORMATION EN COMPRESSION

FIGURE IV.1: Courbes rhéologiques obtenues à 3 kbar, 900°C pour différentes vitesses de déformation
FIGURE IV.2: Caractéristiques rhéologiques de la suspension
FIGURE IV.3: Excentricité de l'ellipse de la fabrique de forme (R) et orientation de l'axe long de l'ellipse moyen (α) sur toute la hauteur de la section [YZ]
FIGURE IV.4: Orientation préférentielle de forme d'une fabrique horaire 118
FIGURE IV.5: Orientations individuelles des cristaux d'une fabrique horaire
FIGURE IV.6: Orientation préférentielle de forme d'une fabrique anti-horaire
FIGURE IV.7: Orientations individuelles des cristaux d'une fabrique anti-horaire

FIGURE IV.8: Histogrammes de répartition des tailles de grains	122
FIGURE IV.9: Composition chimique des cristaux d'une suspension déformée cor $\phi_s = 0,38$	tenant 123
FIGURE IV.10: Compositions chimiques du verre résiduel et des plagioclases reportée un diagramme ternaire Qz-Ab-An	s dans 125

CHAPITRE V : EXPERIENCES DE DEFORMATION EN TORSION

PLANCHE A: Photographies des experiences représentatives brutes déformées en torsion 132
FIGURE V.1: Courbes rhéologiques obtenues pour chaque fraction cristalline à différentes vitesses de déformation
FIGURE V.2: Rhéogramme indiquant la valeur de l'exposant de contrainte <i>n</i> pour chaque fraction cristalline
FIGURE V.3: Log de la viscosité apparente en fonction de la vitesse de déformation pour toutes les fractions cristallines
FIGURE V.4: Orientation préférentielle de forme aux bordures des échantillons
FIGURE V.5: Représentation schématique du bulbe d'ombre de contrainte
FIGURE V.6: Excentricité de l'ellipse tensorielle moyenne de forme (R) et orientation de l'axe long de l'ellipse tensorielle moyenne (α) sur la toute la hauteur de la section [XZ] pour les échantillons déformés contenant $\phi_s = 0,50$ et 0,52141
FIGURE V.7: Orientation préférentielle de forme d'une fabrique contenant $\phi_s = 0,50142$
FIGURE V.8: Orientation préférentielle de forme d'une fabrique contenant $\phi_s = 0,52143$
FIGURE V.9: Orientations individuelles des cristaux d'une fabrique de type pénétratif 144
FIGURE V.10: Evolution de l'excentricité de l'ellipse tensorielle moyenne R et de l'orientation de son axe long en fonction de la longueur de la section étudiée pour différents échantillons contenant $\phi_s = 0,58$
FIGURE V.11: Orientation préférentielle de forme d'une fabrique non pénétrative146
FIGURE V.12: Orientations des axes longs des plagioclases de la figure V.10.a
FIGURE V.13: Image MEB prise au cœur de la section [XZ] d'une suspension déformée contenant $\phi_s = 0,62148$
FIGURE V.14: Image MEB prise au cœur de la section [XZ] d'une suspension déformée contenant $\phi_s = 0,75$ 149

FIGURE V.15: Images MEB prises au cœur d'une suspension déformée contenant $\phi_s = 0,62$ (a) et $\phi_s = 0,58$ (b) à la même échelle d'observation
FIGURE V.16: Pôles figures des orientations cristallographiques préférentielles obtenues par méthode EBSD pour une fabrique de type pénétratif
FIGURE V.17: Pôles figures des orientations cristallographiques préférentielles obtenues par méthode EBSD pour une fabrique de type non pénétratif
FIGURE V.18: Histogramme de répartition des tailles des axes longs (a) et des axes courts (b) des plagioclases d'une fabrique de type pénétratif
FIGURE V.19: Histogrammes de répartition des tailles des axes longs des cristaux présents dans la fabrique de type non pénétratif (en rouge), dans la bande de cisaillement (en bleu) et ceux de la suspension initiale non déformée (en gris)
FIGURE V.20: Histogrammes des fractions d'anorthite pour chaque suspension cristalline déformée
FIGURE V.21: Compositions chimiques du verre résiduel et des plagioclases reportées dans un diagramme ternaire Qz-Ab-An
FIGURE V.22: Pourcentage de bulles surfacique en fonction de la fraction cristalline163
FIGURE V.23: Images MEB d'une bande de cisaillement riche en bulle présente au sein d'une fabrique de type non pénétratif
FIGURE V.24: Roses des orientations des bulles et histogrammes des rapports de forme des bulles dans la fabrique non pénétrative (n = 209) (a et b) et dans la bande de cisaillement (n= 178) (c et d)
FIGURE V.25: Représentation des bulles de la figure V.23 en fonction de leur orientation (α) (en haut) et en fonction de leur intensité (rapport de forme R) (en bas)166
CHADITDE VI · DISCUSSION

CHAPITRE VI : DISCUSSION

FIGURE VI.1: Courbes rhéologiques obtenues pour chaque fraction cristalline ϕ_s à différentes vitesses de déformation. 170
FIGURE VI.2: Comportement rhéologique obtenu pour les hautes fractions cristallines (a) et la fraction cristalline plus faible (b)
FIGURE VI.3: Log de la viscosité apparente en fonction de la fraction cristalline et de la vitesse de déformation
FIGURE VI.4: Comportement rhéologique associé développement aux fabriques pénétratives obtenues en compression

FIGURE VI.5: Comportement rhéologique associé au développement des fabriques pénétratives obtenues en torsion
FIGURE VI.6: Comportement rhéologique associé au développement des fabriques non pénétratives
FIGURE VI.7: log de la viscosité apparente en fonction de la fraction cristalline et de la vitesse de déformation
FIGURE VI.8: Nombre et position des bandes de cisaillement au sein des fabriques pénétratives en fonction de la vitesse de déformation. Exemple de la fraction cristalline contenant $\phi_s = 0.52$
FIGURE VI.9: Nombre et positions des bandes de cisaillement au sein des fabriques pénétratives en fonction de la vitesse de déformation. Exemple de la fraction cristalline contenant $\phi_s = 0,50$
FIGURE VI.10: Evolution de la viscosité apparente en fonction de la vitesse de déformation pour les fabriques pénétratives
FIGURE VI.11: Nombre et positions des bandes de cisaillement au sein des fabriques non pénétratives en fonction de la vitesse de déformation. Fraction cristalline contenant $\phi_s = 0.58$
FIGURE VI.12: Conditions favorables pour de la cavitation dans les magmas (<i>d'après Smith, 2001</i>)
FIGURE VI.13: Représentation schématique de la nucléation des bulles au sein des bandes de cisaillement en fonction de la vitesse de déformation
FIGURE VI.14: Evolution de la viscosité apparente en fonction de la vitesse de déformation pour les fabriques non pénétratives
FIGURE VI.15: Représentation des différents domaines de comportement rhéologique d'un magma au cours de sa cristallisation, établis à partir des observations rhéologiques et structurales de cette étude
FIGURE VI.16: Log de la contrainte en fonction de la fraction de liquide pour les suspensions magmatiques (modifié d'après <i>Rosenberg et Handy</i> , 2005)
FIGURE VI.17: Log de la viscosité en fonction de la fraction cristalline
FIGURE VI.18: Contrainte en fonction de la vitesse de déformation
FIGURE VI.19: Log de la viscosité relative en fonction de la fraction cristalline
FIGURE VI.20: Représentation schématique d'un système volcanique de la source du magma en profondeur jusqu'à la mise en place de celui-ci en surface sous forme de dôme ou de coulée de lave

FIGURE VI.21: (a) Structure de type pénétrative avec bande de cisaillement obtenue dans cette
étude. (b) Organisation structurale des feldspaths dans une coulée trachytique (Smith
2002)
FIGURE VI.22: Comparaison des structures obtenues dans cette étude et aux épontes d'une
brèche pyroclastique

FIGURE VI.24: Développement d'une bande de cisaillement marquée par l'orientation des phénocristaux de feldspath potassique au sein d'un granite (*Sen et Mamtani., 2006*)...211

Liste des tableaux

LISTE DES TABLEAUX

CHAPITRE III : MATERIAUX DE DEPART

TABLEAU III.1: Compositions chimiques en % poids des mélanges de départ potentiels déterminées par analyse à la microsonde électronique et normalisées à 100
TABLEAU III.2: Compositions normatives quartz (Qtz), albite (Ab) et anorthite (An) des deux mélanges de départ
TABLEAU III.3: Analyses du verre de départ à la microsonde électronique et compositions normatives (Qtz, Ab, An)
TABLEAU III.4: Conditions de synthèse et caractéristiques des différentes suspensions. 87
TABLEAU III.4: Valeurs moyennes des axes longs, courts et des rapports de forme des cristaux à différentes fractions cristallines
TABLEAU III.5.A: Compositions chimiques des plagioclases des suspensions initiales (1) 101
TABLEAU III.5.B : Compositions chimiques des plagioclases des suspensions initiales (2) 102
TABLEAU III.6: Compositions chimiques des verres interstitiels résiduels des différentes suspensions. 105
TABLEAU III.7: Teneurs en eau des verres résiduels pour chaque suspension initiale, obtenues en faisant l'hypothèse d'une saturation en eau
TABLEAU III.8: Compositions en poids d'oxyde des liquides interstitiels pour chaque suspension initiale recalculées avec bilan de masse et normalisées à 100
TABLEAU III.9: Récapitulatif des données chimiques et texturales obtenues pour les suspensions avant déformation

CHAPITRE IV : EXPERIENCES DE DEFORMATION EN COMPRESSION

TABLEAU IV.1: Tableau récapitulatif des expériences déformées en compression115

TABLEAU IV.2: Compositions chimiques des verres résiduels d'une suspension déformée	
contenant $\phi_s = 0.38$ (PP069)	. 124

CHAPITRE V : EXPERIENCES DE DEFORMATION EN TORSION

 TABLEAU V.1: Tableau récapitulatif des différentes expériences déformées en torsion en presse Paterson.
 131

 TABLEAU V.3: Compositions chimiques des plagioclases des suspensions cristallines déformées en torsion.
 159

TABLEAU V.4: Compositions chimiques des verres résiduels des expériences de torsion..... 161

CHAPITRE VI : DISCUSSION

TABLEAU VI.1: Vale	urs de la constante	C en fonction	de la fraction	cristalline et	de l'exposant
de la loi de puis	ssance <i>n</i>				



Annexe A – Aspect extérieur des échantillons déformés

ANNEXE A1

Expériences déformées en torsion et contenant $\phi_s = 0,50$

PP059:
$$\dot{\gamma} = 5,1.10^{-5} \text{ s}^{-1}, \gamma = 0,55$$

PP058: $\dot{\gamma} = 9,9.10^{-5} \text{ s}^{-1}, \gamma = 0,55$
PP060: $\dot{\gamma} = 9,8.10^{-4} \text{ s}^{-1}, \gamma = 0,61$



PP059

$$\phi_{\rm s} = 0,50$$

 $\dot{\gamma} = 5,1.10^{-5} \, {
m s}^{-1}$
 $\gamma_{\rm bulk} = 0,55$



PP058

$$\phi_{s} = 0,50$$

 $\dot{\gamma} = 9,9.10^{-5} \text{ s}^{-1}$
 $\gamma_{bulk} = 0,55$



PP060

$$\phi_{s} = 0,50$$

 $\dot{\gamma} = 9,8.10^{-4} \text{ s}^{-1}$
 $\gamma_{bulk} = 0,61$

ANNEXE A2

Expériences déformées en torsion et contenant $\varphi_s=0,52$

PP032:
$$\dot{\gamma} = 9,5.10^{-6} \text{ s}^{-1}, \gamma = 0,5$$

PP038: $\dot{\gamma} = 4,0.10^{-5} \text{ s}^{-1}, \gamma = 0,5$
PP043: $\dot{\gamma} = 1,0.10^{-4} \text{ s}^{-1}, \gamma = 1,4$
PP041: $\dot{\gamma} = 1,0.10^{-4} \text{ s}^{-1}, \gamma = 3,2$



PP032

$$\phi_{s} = 0.52$$

 $\dot{\gamma} = 9.5.10^{-6} \text{ s}^{-1}$
 $\gamma_{bulk} = 0.5$

PP038

$$\phi_{s} = 0,52$$

 $\dot{\gamma} = 4.10^{-5} \text{ s}^{-1}$
 $\gamma_{bulk} = 0,5$



PP043

$$\begin{split} \varphi_s &= 0,52\\ \dot{\gamma} &= 1.10^{-4} \ s^{-1}\\ \gamma_{bulk} &= 1,4 \end{split}$$



PP043

$$\phi_{s} = 0,52$$

 $\dot{\gamma} = 1.10^{-4} \text{ s}^{-1}$
 $\gamma_{bulk} = 1,4$



PP041

 $\phi_s = 0,52$ $\dot{\gamma} = 1.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ $\gamma_{bulk} = 3,2$

ANNEXE A3

Expériences déformées en torsion et contenant $\phi_s = 0,58$

PP053:
$$\dot{\gamma} = 4,5.10^{-5} \text{ s}^{-1}, \gamma = 0,5$$

PP031: $\dot{\gamma} = 1,0.10^{-4} \text{ s}^{-1}, \gamma = 0,5$
PP030: $\dot{\gamma} = 9,2.10^{-3} \text{ s}^{-1}, \gamma = 0,5$
PP029: $\dot{\gamma} = 8,9.10^{-3} \text{ s}^{-1}, \gamma = 1,4$



$$\phi_{\rm s} = 0.58$$

 $\dot{\gamma} = 4.5.10^{-5} \, {
m s}^{-1}$
 $\gamma_{\rm bulk} = 0.5$





PP031

$$\phi_{s} = 0,58$$

 $\dot{\gamma} = 1.10^{-4} \text{ s}^{-1}$
 $\gamma_{bulk} = 0,5$





$$\phi_{\rm s} = 0,58$$

 $\dot{\gamma} = 9,2.10^{-4} \, {\rm s}^{-1}$
 $\gamma_{\rm bulk} = 0,5$





$$\phi_{\rm s} = 0.58$$

 $\dot{\gamma} = 8.9.10^{-4} \, {
m s}^{-1}$
 $\gamma_{\rm bulk} = 1.4$



Annexe B – Microstructures et OPF

ANNEXE B1

Suspensions contenant $\phi_s = 0,50$

Cette annexe présente les orientations préférentielles de forme obtenues :

- au cœur de la section [XZ] de l'expérience PP059
- au cœur et en bas de la section [XZ] de l'expérience PP060.

Les traits rouges représentent les axes longs des ellipses locales tensorielles de fabrique de forme. Les bandes de cisaillement sont délimitées par les traits pointillés jaunes. L'ellipse représente les ellipses tensorielles locales de fabrique de forme. La valeur de l'excentricité de l'ellipse moyenne (R) ainsi que la direction d'orientation de l'axe long de cette ellipse (α) sont indiquées au dessus de l'ellipse. Les roses des directions regroupent les axes longs des ellipses locales tensorielles. Les directions d'orientation maximales sont indiquées en noir.




ANNEXE B2

Suspensions contenant $\phi_s = 0,52$

Cette annexe présente les orientations préférentielles de forme obtenues :

- au cœur de la section [XZ] de l'expérience PP032
- au cœur de la section [XZ] de l'expérience PP038
- au cœur de la section [XZ] de l'expérience PP041.

Les traits rouges représentent les axes longs des ellipses locales tensorielles de fabrique de forme. Les bandes de cisaillement sont délimitées par les traits pointillés jaunes. Les ellipses représentent les ellipses tensorielles locales de fabrique de forme. La valeur de l'excentricité de l'ellipse moyenne (R) ainsi que la direction d'orientation de l'axe long de cette ellipse (α) sont indiquées au dessus de chaque ellipse. Les roses des directions regroupent les axes longs des ellipses locales tensorielles. Les directions d'orientation maximales sont indiquées en noir.





ANNEXE B3

Suspensions contenant $\phi_s = 0,58$

Cette annexe présente les orientations préférentielles de forme obtenues :

- au cœur de la section [XZ] de l'expérience PP030
- au cœur de la section [XZ] de l'expérience PP031
- au cœur de la section [XZ] de l'expérience PP053.

Les traits rouges représentent les axes longs des ellipses locales tensorielles de fabrique de forme. Les bandes de cisaillement sont délimitées par les traits pointillés jaunes. Les ellipses représentent les ellipses tensorielles locales de fabrique de forme. La valeur de l'excentricité de l'ellipse moyenne (R) ainsi que la direction d'orientation de l'axe long de cette ellipse (α) sont indiquées au dessus de chaque ellipse. Les roses des directions regroupent les axes longs des ellipses locales tensorielles. Les directions d'orientation maximales sont indiquées en noir.

Les axes longs des cristaux individualisés sont coloriés suivant leur direction d'orientation.







Les valeurs des axes longs des cristaux présents au sein des fabriques non pénétratives (en rouge) et des bandes de cisaillement (en bleu) séparés manuellement au sein des expériences PP031 et PP053 sont représentés dans les histogrammes ci-dessous. Les valeurs moyennes ainsi que les écarts types sont indiquées sur les histogrammes.



Annexe C – Homogénéité des suspensions avant déformation

I. Zones de mesures

Afin de déterminer l'homogénéité texturale de chaque suspension initiale non déformée, des images prises au microscope électronique à balayage ont été réalisées sur les zones haute, centrale et basse des dites suspensions (figure C.1).



<u>Figure C.1</u> : Exemple de suspension de départ obtenue après synthèse. Les sections où ont été réalisées les images MEB sont annotées à côté.

Les résultats sont présentés dans les paragraphes suivants. Pour chaque suspension, le pourcentage de cristaux obtenu pour une image MEB (global) et la moyenne des pourcentages locaux de cristaux de chaque image MEB (local) ont été calculés. Les pourcentages locaux sont notés sur les images MEB.

II. Suspension contenant $\phi_s = 0,38$

Cette suspension (#13) a été obtenue en hydratant notre poudre de verre initiale avec 5% poids d'eau et en la synthétisant à 3 kbar et 900°C durant 7 jours. La fraction cristalline moyenne obtenue sur l'ensemble de la suspension est d'environ $38,3\% \pm 0,8\%$.

Les images MEB de la présente suspension ainsi que les résultats des pourcentages de cristaux sont présentés respectivement sur la figure C.2 et le tableau C.1.



<u>Figure C.2</u> : Images MEB en électrons rétrodiffusés prises à différents grossissements de différentes sections de la suspension #13 (a,a') partie haute ; (b,b') partie basse. Les plagioclases sont en gris clair, le verre en gris foncé et les bulles en noir. Les valeurs en blanc sur les images indiquent les fractions cristallines locales.

		Pourcentage surfacique de cristaux					
φ _s	position	global	local				
0.38	haut	38	37,9 <u>+</u> 1,0				
2,20	bas	39	38,5 <u>+</u> 1,5				

<u>Tableau C.1</u> : Pourcentage surfacique de cristaux d'une suspension non déformée contenant $\phi_s = 0,38$.

On constate donc une bonne homogénéité de la synthèse sur toute sa longueur ainsi qu'au sein même des zones étudiées.

III. Suspension contenant $\phi_s = 0,50$

La suspension #11 a été obtenue en synthétisant notre poudre $HAn_{20}Q_{15}$ initiale avec 3% poids d'eau à 3 kbar en utilisant le cycle thermique décrit à la section I.3. La température a tout d'abord été fixée à 1000°C durant 1h puis a été progressivement baissée pour atteindre 800°C en 48h. Ensuite la température a été maintenue durant 5 jours. La fraction cristalline moyenne obtenue sur l'ensemble de la suspension est d'environ 50% \pm 0,7%.

Les images MEB de la présente suspension ainsi que les résultats des pourcentages de cristaux sont présentés respectivement sur la figure C.3 et le tableau C.2.





<u>Figure C.3</u>: images MEB en électrons rétrodiffusés prises à différents grossissements de différentes sections de la suspension #11 (a) partie haute ; (b) partie centrale ; (c) partie basse. Les plagioclases sont en gris clair, le verre en gris foncé et les bulles en noir.

		Pourcentage surfacique de cristaux					
фs	position	global	local				
	haut	50	50,3 <u>+</u> 1,3				
0,50	milieu	50	50,3 <u>+</u> 1,4				
	bas	51	50,8 <u>+</u> 0,9				

<u>Tableau C.2</u> : Pourcentage surfacique de cristaux d'une suspension non déformée contenant $\phi_s = 0,50$.

On constate donc une bonne homogénéité de la synthèse sur toute sa longueur ainsi qu'au sein même des zones étudiées.

IV. <u>Suspension contenant $\phi_s = 0,52$ </u>

Cette suspension cristalline (#07) a été obtenue en utilisant les mêmes conditions expérimentales que la synthèse précédente (P, T, % H₂O initiale, t). L'analyse d'image au niveau des différentes zones du produit de départ indique une cristallinité moyenne d'environ $51,9\% \pm 0,9\%$.

Les images MEB de la présente suspension ainsi que les résultats des pourcentages de cristaux sont présentés respectivement sur la figure C.4 et le tableau C.3.





<u>Figure C.4</u> : Images MEB en électrons rétrodiffusés prises à différents grossissements de différentes sections de la suspension #07 (a) partie haute ; (b) partie centrale ; (c) partie basse. Les plagioclases sont en gris clair, le verre en gris foncé et les bulles en noir. Les chiffres sur les images correspondent aux pourcentages locaux de cristaux.

		Pourcentage surfacique de cristaux					
ϕ_{s}	position	global	local				
	haut	53	51,9 <u>+</u> 1,0				
0,52	milieu	52	51,1 <u>+</u> 0,8				
	bas	52	51,8 <u>+</u> 1,0				

<u>Tableau C.3</u> : Pourcentage surfacique de cristaux d'une suspension non déformée contenant $\phi_s = 0,52$.

On constate donc une bonne homogénéité de la synthèse sur toute sa longueur ainsi qu'au sein même des zones étudiées.

Malgré la très bonne homogénéité de la synthèse en terme de fraction cristalline, on note la présence de quelques zones caractérisées par la présence de grands cristaux et par des plages de verres résiduels plus importantes (figure C.5). Ces zones pourront peut être, lors de la déformation, être des terrains favorables pour la création de zones localisantes.



<u>Figure C.5</u> : Images MEB en électrons rétrodiffusés prises à différents grossissements d'une zone de la suspension #07 présentant une légère hétérogénéité de cristallisation. Les plagioclases sont en gris clair, le verre en gris foncé et les bulles en noir.

V. <u>Suspension contenant $\phi_s = 0,58$ </u>

Cette suspension magmatique a été obtenue en synthétisant notre poudre de verre de départ avec 3% poids d'eau à 3 kbar et 800°C. Aucun cycle thermique n'a été appliqué. La synthèse a duré 7 jours. La cristallinité obtenue est d'environ 58,4% \pm 0,5%.

Les images MEB de la présente suspension ainsi que les résultats des pourcentages de cristaux sont présentés respectivement sur la figure C.6 et le tableau C.4.



<u>Figure C.6</u> : Images MEB en électrons rétrodiffusés prises à différents grossissements de différentes sections de la suspension #06 (a et a') partie haute; (b et b') partie centrale; (c et c') partie basse. Les plagioclases sont en gris clair, le verre en gris foncé et les bulles en noir.

		Pourcentage surfacique de cristaux					
φ _s	position	global	local				
	haut	59	58,8 <u>+</u> 1,4				
0,58	milieu	58	57,5 <u>+</u> 1,2				
	bas	58	57,4 <u>+</u> 1,0				

<u>Tableau C.4</u> : Pourcentage surfacique de cristaux d'une suspension non déformée contenant $\phi_s = 0,58$.

On constate donc une bonne homogénéité de la synthèse sur toute sa longueur ainsi qu'au sein même des zones étudiées.

VI. <u>Suspension contenant $\phi_s = 0.62$ </u>

Cette suspension (#16) a été obtenue en synthétisant notre poudre de verre de départ avec 2,5% poids d'eau à 3 kbar et 800°C. La température a été montée progressivement jusque 800°C puis stabilisée durant 7 jours. La fraction cristalline moyenne de la suspension est d'environ $62,1\% \pm 0,7\%$.

Les images MEB de la présente suspension ainsi que les résultats des pourcentages de cristaux sont présentés respectivement sur la figure C.7 et le tableau C.5.





<u>Figure C.7</u>: Images MEB en électrons rétrodiffusés de la suspension #16 prises à différentes sections de la synthèse (a) partie haute ; (b) partie centrale ; (c) partie basse. Les plagioclases sont en gris clair, le verre en gris foncé et les bulles en noir. Les chiffres sur les images correspondent aux pourcentages locaux de cristaux.

		Pourcentage surfacique de cristaux					
φs	position	global	local				
	haut	62	61,6 <u>+</u> 2,0				
0,62	milieu	61	61,4 <u>+</u> 1,6				
	bas	62	62,3 <u>+</u> 1,7				

<u>Tableau C.5</u> : Pourcentage surfacique de cristaux d'une suspension non déformée contenant $\phi_s = 0,62$.

On constate donc une bonne homogénéité de la synthèse sur toute sa longueur ainsi qu'au sein même des zones étudiées.

VII. Suspension contenant $\phi_s = 0.75$

Cette suspension (#15) a été obtenue en synthétisant notre poudre de verre de départ avec 2,5% poids d'eau à 3 kbar et 800°C durant 7 jours. Cependant une baisse de température est survenue pendant l'expérience. Ceci explique pourquoi la cristallisation a été plus prononcée que la synthèse précédente réalisée dans les mêmes conditions. La cristallinité moyenne obtenue sur l'ensemble de la synthèse est d'environ 75,2% \pm 1,1%.

Les images MEB de la présente suspension ainsi que les résultats des pourcentages de cristaux sont présentés respectivement sur la figure C.8 et le tableau C.6.





<u>Figure C.8</u> : Images MEB en électrons rétrodiffusés représentatives des zones basse (a), centrale (b) et haute (c) de l'échantillon #15. Le plagioclase est en gris clair, le quartz en gris moyen, le verre en gris foncé et les bulles en noir. Les fractions cristallines locales sont indiquées en blancs sur les images.

		Pourcentage surfacique de cristaux					
φ _s	position	global	local				
	haut	74	73,1 <u>+</u> 1,4				
0,75	milieu	75	73,8 <u>+</u> 1,9				
	bas	75	73,1 <u>+</u> 1,4				

<u>Tableau C.6</u> : Pourcentage surfacique de cristaux d'une suspension non déformée contenant $\phi_s = 0,75$.

Les légères variations observées peuvent s'expliquer d'une part par la présence d'agrégats de cristaux (ce qui va maximiser la mesure) et d'autre part par la présence de bulle (ce qui va minimiser les valeurs). Malgré ces variations, on peut constater que l'homogénéité de distribution des cristaux au sein d'une même zone est bonne.

Annexe D – Lois de comportement rhéologique des suspensions

Bien que le comportement rhéologique des suspensions magmatiques soit complexe, il a été défini plusieurs types de comportements rhéologiques définissant des fluides parfaits. Ces différents types sont représentés dans le rhéogramme ci-dessous :



<u>Figure D.1</u> : Rhéogramme indiquant les différents comportements rhéologiques parfaits définissant les suspensions.

I. Comportement Newtonien

Un fluide newtonien soumis à une contrainte de cisaillement τ se déforme à une vitesse angulaire γ suivant la relation :

$$\tau = \eta \gamma$$
 Eq. D.1

avec τ en Pa, γ en s⁻¹ et η en Pa.s

Cette relation linéaire représentée dans un graphique contrainte en fonction de la vitesse de déformation donne une droite dont la pente représente la viscosité du fluide (figure D.1).

II. Comportement non Newtonien

1. Fluides à seuil

Les fluides à seuils combinent les propriétés élastiques et plastiques des fluides. En effet, sous une certaine contrainte critique τ_{c} , ils se comportent de manière élastique. Une fois cette contrainte critique atteinte, ils se déforment de manière plastique. On pourra séparer deux fluides à seuil : les corps de Bingham et les corps de Casson.

a. Corps de Bingham

Une fois la contrainte critique atteinte, les fluides de type Bingham se déforment de manière linéaire avec la vitesse de déformation suivant la relation :

$$\tau = \tau_c + \eta \gamma$$
 Eq. D.2

avec τ et τ_c en Pa, γ en s⁻¹ et η en Pa.s

b. Corps de Casson

Les fluides de type Casson ne se déforment pas de manière linéaire avec la vitesse de déformation. Ils sont définis par la relation suivante :

$$\tau = \tau_c + \eta_{app} \gamma^n$$
 Eq. D.3

avec τ et τ_c en Pa, $\dot{\gamma}$ en s⁻¹ et η_{app} en Pa.s

2. Fluides sans seuil

On distingue deux comportements de fluide sans contrainte critique : les fluides dit rhéofluidifiants, qui voient leur contrainte diminuer avec la vitesse de déformation et les fluides dit rhéoépaississants qui, au contraire, voient leur contrainte augmenter avec la vitesse de déformation. Ces deux relations ne sont pas linéaires et sont définies par une grandeur qui est propre à chaque fluide : la viscosité apparente.

Ces fluides sont alors définis par la relation suivante :

$$\tau = \eta_{app} \gamma^n$$
 Eq. D.4

avec τ en Pa, γ en s⁻¹ et η_{app} en Pa.s

Si n >1 alors le fluide est dit rhéoépaississant. Si n<1 alors il est dit rhéofluidifiant.

3. Fluides dépendants du temps

Enfin, il existe des fluides dont le comportement rhéologique varie en fonction du temps. Ainsi, on pourra définir deux types de fluides : les fluides dit thixotropes qui, pour une contrainte constante, voient leur viscosité diminuer avec le temps, et les fluides dit rhéopexes qui voient leur viscosité augmenter avec le temps.



<u>Figure D.2</u>: Rhéogramme indiquant le comportement d'un corps thixotrope avec le temps. t_{ini} = temps initial et t_{final} = temps final

III. Matériaux géologiques

Les matériaux géologiques ne se comportent, en général, pas comme des fluides parfaits. Leur comportement rhéologique est alors défini par une loi de puissance de fluage de type :

$$\gamma = A \tau^n \exp(-Q/RT)$$
 Eq. D.5

où γ est la vitesse de déformation (s⁻¹), τ est la contrainte (Pa), *n* est l'exposant de contrainte, T est la température en degré Kelvin (K), R la constante des gaz parfaits (8,3144 J.mol⁻¹.K⁻¹), A un terme pre-éxponentiel empirique et Q l'énergie d'activation du système (J.mol⁻¹).

On remarquera que si l'énergie d'activation du système Q est nulle (pas besoin d'énergie pour initier une déformation cristalline) et que l'exposant de la contrainte n est égale à 1 alors l'équation devient de la forme :

$$\gamma = A \tau$$
 Eq. D.6

On peut alors faire le parallèle avec un comportement de type newtonien où $\tau = \eta \gamma$ (Eq. D.1) Le terme pré-exponentiel A est alors l'inverse de la viscosité.

Si l'énergie d'activation est nulle mais que l'exposante de contrainte n'est pas égale à 1 alors l'équation devient :

$$\gamma = A \tau^n$$
 Eq. D.7

Cette équation n'est pas sans rappeler celle définissant le comportement rhéologique de fluides à seuil de contrainte où $\tau = \eta_{ann} \gamma^n$ (Eq. D.4).

On peut alors remarquer que le terme pré-exponentiel A devient l'inverse de la viscosité apparente. De plus, les exposants n de ces deux équations sont les inverses les uns des autres. Pour les matériaux géologiques, on parle de l'exposant de contrainte n défini tel que n>1 pour un matériel rhéofluidifiant et n<1 pour un matériel rhéoépaississant.

Annexe E – Compositions chimiques des plagioclases et des verres résiduels

	P		The second secon											
#13	SiO ₂	CaO	Na₂O	Al ₂ O ₃	Total	Si	Ca	Na	AI	tot	Si+Al	Ca+Na	An	(Na+2Ca)/Al
Bas	59,39	7,20	7,29	24,43	98,31	2,70	0,35	0,64	1,31	5,00	4,01	0,99	0,35	1,03
	59,43 59.97	7,01 6.55	7,35 7.13	24,59 23.56	98,38 97.20	2,70 2.76	0,34 0.32	0,65 0.64	1,32 1.28	5,00 5.00	4,01 4,04	0,99 0.96	0,34 0.34	1,01 1.00
	60,26	6,39	7,54	23,51	97,69	2,75	0,31	0,67	1,27	5,00	4,02	0,98	0,32	1,02
	50,70	0,00	7,50	20,07	30,00	2,70	0,52	0,00	1,27	5,00	4,00	0,07	0,00	1,02
moyenne ecart type	59,96 0,57	6,75 0,34	7,33 0,15	23,95 0,52	97,99 0,53	2,73 0,03	0,33 0,02	0,65 0,01	1,29 0,02	5,00 0,00	4,02 0,01	0,98 0,01	0,34 0,01	1,02 0,01
Haut														
	59,34 59.08	7,03	7,78 7.61	24,78 24.74	98,93 98,13	2,67	0,34	0,68	1,31 1.32	5,00 5.00	3,98	1,02 1.00	0,33	1,03 1.00
	59,38	6,74	7,32	24,05	97,49	2,72	0,33	0,65	1,30	5,00	4,02	0,98	0,34	1,01
	59,35 60,07	7,26 6,52	7,66 7,29	24,90 23,19	99,16 97,06	2,67 2,77	0,35 0,32	0,67 0,65	1,32 1,26	5,00 5,00	3,98 4,03	1,02 0,97	0,34 0,33	1,04 1,03
	60,16 60,01	6,72	7,40	24,01 24.06	98,28 98,36	2,73	0,33	0,65	1,29	5,00 5,00	4,02	0,98	0,33	1,02
	60,81	5,92	7,97	23,40	98,10	2,76	0,29	0,70	1,25	5,00	4,01	0,99	0,29	1,02
	60,73 59,96	6,54 6,55	7,38 7,74	23,33 23,70	97,98 97,95	2,77	0,32	0,65 0,68	1,26	5,00 5,00	4,03	0,97 1,00	0,33	1,03 1,04
	60,62	5,86	7,55	23,01	97,04	2,79	0,29	0,67	1,25	5,00	4,04	0,96	0,30	1,00
moyenne ecart type	0,61	6,59 0,41	7,58 0,21	23,92 0,67	98,04 0,67	2,73 0,04	0,32 0,02	0,67 0,02	1,28 0,03	5,00 0,00	4,01 0,02	0,99 0,02	0,32 0,02	1,02 0,01
#11	SiO ₂	CaO	Na ₂ O	Al ₂ O ₃	Total	Si	Са	Na	AI	tot	Si+Al	Ca+Na	An	(Na+2Ca)/Al
Bas	63.07	5.22	8.31	23.53	100.13	2.80	0.25	0.72	1.23	5.00	4.04	0.96	0.26	0.98
	61,84 62,17	6,18 5,67	7,87 8,04	24,11 23,62	100,00 99,49	2,76 2,78	0,30 0,27	0,68 0,70	1,27 1,25	5,00 5,00	4,02 4,03	0,98 0,97	0,30 0,28	1,00 1,00
moyenne ecart type	62,36 0,64	5,69 0,48	8,07 0,22	23,75 0,31	99,87 0,34	2,78 0,02	0,27 0.02	0,70 0.02	1,25 0.02	5,00 0,00	4,03 0,01	0,97 0.01	0,28 0,02	0,99 0.01
Milieu			,		,	,	,		,		,	,	,	,
Milled	63,63 63,43	5,20 4,81	7,91 8,58	22,74 22,19	99,48 99,00	2,86 2,85	0,25 0,23	0,69 0,75	1,20 1,17	5,00 5,00	4,06 4,02	0,94 0,98	0,27 0,24	0,99 1,03
moyenne ecart type	63,53 0,14	5,00 0,28	8,24 0,47	22,47 0,39	99,24 0,34	2,85 0,01	0,24 0,01	0,72 0,04	1,19 0,02	5,00 0,00	4,04 0,03	0,96 0,03	0,25 0,02	1,01 0,03
Haut														
	62,47 63,33	5,27 4,93	7,76 7,80	23,15 22,33	98,64 98,39	2,83 2,88	0,26 0,24	0,68 0,69	1,24 1,20	5,00 5,00	4,06 4,07	0,94 0,93	0,27 0,26	0,97 0,98
	63,06	5,35	7,61	22,63	98,65	2,86	0,26	0,67	1,21	5,00	4,07	0,93	0,28	0,98
	62,13	5,39	7,99	23,44	98,94	2,80	0,26	0,70	1,24	5,00	4,04	0,96	0,27	0,98
	62,44	5,45	7,98	23,42	99,29	2,80	0,26	0,69	1,24	5,00	4,04	0,96	0,27	0,98
moyenne ecart type	62,77 0,49	5,26 0,19	7,80 0,16	22,94 0,46	98,77 0,31	2,84 0,03	0,25 0,01	0,68 0,01	1,22 0,02	5,00 0,00	4,06 0,01	0,94 0,01	0,27 0,01	0,98 0,01
#07					_		_							
Milieu	SiO ₂	CaO	Na₂O	Al ₂ O ₃	Total	Si	Ca	Na	AI	tot	Si+AI	Ca+Na	An	(Na+2Ca)/Al
	62,43 62,52	5,62	7,29	22,87 22,55	98,20 97,80	2,85	0,27	0,65	1,23	5,00 5,00	4,08	0,92	0,30	0,97
	62,77	5,70	7,26	23,23	98,95	2,84	0,28	0,64	1,24	5,00	4,09	0,91	0,30	0,96
	62,57 62,42	5,96	7,96	23,61 22,69	98,15	2,79	0,28	0,65	1,24	5,00 5,00	4,03	0,97	0,29	0,99
	62,68 63,56	5,54 5.12	7,71 7.94	23,62 23.04	99,54 99.66	2,81 2.85	0,27 0.25	0,67 0.69	1,25 1,22	5,00 5.00	4,06 4,06	0,94 0.94	0,28 0,26	0,96 0.97
	62,56	5,59	7,73	22,98	98,86	2,83	0,27	0,68	1,22	5,00	4,05	0,95	0,29	1,00
moyenne ecart type	62,69 0,37	5,58 0,25	7,57 0,30	23,07 0,39	98,91 0,82	2,84 0,02	0,27 0,01	0,66 0,02	1,23 0,01	5,00 0,00	4,07 0,02	0,93 0,02	0,29 0,01	0,98 0,02
Bas	64.06	6.10	7.05	22.61	00.01	0.00	0.20	0.64	1.06	E 00	1.00	0.04	0.22	0.00
	62,28	5,79	7,50	23,00	99,01	2,80	0,30	0,64	1,28	5,00	4,06	0,94	0,32	0,99
	63,28 62,41	5,56 5.92	8,01 7.83	23,37 23.07	100,23 99.22	2,82 2.81	0,27 0.29	0,69 0.68	1,23 1,22	5,00 5.00	4,04 4.03	0,96 0.97	0,28 0.29	1,00 1.02
	62,00	5,81	7,69	23,28	98,78	2,80	0,28	0,67	1,24	5,00	4,04	0,96	0,29	1,00
moyenne ecart type	62,37 0,56	5,85 0,23	7,67 0,26	23,26 0,24	99,16 0,65	2,81 0,01	0,28 0,01	0,67 0,02	1,24 0,01	5,00 0,00	4,05 0,01	0,95 0,01	0,30 0,01	1,00 0,01
Haut	60 50	E 40	7 50	22.62	09.40	2.05	0.07	0.66	1 00	5.00	4.07	0.02	0.20	0.00
	62,02	5,36	7,75	22,53	97,68	2,83	0,26	0,69	1,21	5,00	4,07	0,95	0,29	1,00
	61,98 62,39	5,48 5,54	7,64 7,81	22,80 22,79	97,89 98,52	2,83 2,83	0,27 0,27	0,68 0,69	1,23 1,22	5,00 5,00	4,06 4,05	0,94 0,95	0,28 0,28	0,99 1,01
	63,05	5,42	8,00	22,85	99,31	2,83	0,26	0,70	1,21	5,00	4,04	0,96	0,27	1,01
	63,39	5,88	7,33	23,29	100,90	2,81	0,28	0,66	1,25	5,00	4,06	0,94	0,32	0,98
	62,94 62,72	5,05 5,61	8,18 8,33	23,16 23,74	99,33 100,41	2,82 2,78	0,24 0,27	0,71 0,72	1,22 1,24	5,00 5,00	4,05 4,02	0,95 0,98	0,25 0,27	0,98 1,01
moyenne ecart type	62,56 0.52	5,55 0.32	7,81 0.32	23,08 0.48	98,99 1.10	2,82 0.02	0,27 0.02	0,68 0.02	1,23 0.01	5,00 0.00	4,05 0.01	0,95 0.01	0,28 0.02	0,99 0.01

Compositions des plagioclases avant déformation

#06														
#06	SiO ₂	CaO	Na ₂ O	Al ₂ O ₃	Total	Si	Ca	Na	AI	tot	Si+Al	Ca+Na	An	(Na+2Ca)/Al
Bas														
	64,01	4,74	7,89	21,47	98,11	2,92	0,23	0,70	1,15	5,00	4,07	0,93	0,25	1,01
	63,72	4,50	7,65	21,15	97,03	2,94	0,22	0,69	1,15	5,00	4,09	0,91	0,25	0,98
	64.04	4,00	8,03	21,02	99,04	2,93	0,22	0,70	1,10	5,00	4,08	0,92	0,24	1.00
	65 31	4 65	7 76	21,00	99 16	2,95	0.22	0.68	1 14	5.00	4 09	0,92	0.25	0.99
	63,79	4,56	7,47	21,21	97.02	2,95	0.23	0,67	1,16	5,00	4,10	0,90	0,25	0,97
	65,03	4,50	8,05	21,13	98,70	2,95	0,22	0,71	1,13	5,00	4,07	0,93	0,24	1,01
	64,75	4,53	7,62	20,89	97,80	2,97	0,22	0,68	1,13	5,00	4,10	0,90	0,25	0,99
	63,85	4,92	8,33	22,00	99,09	2,87	0,24	0,73	1,17	5,00	4,04	0,96	0,25	1,03
	63,39	4,90	8,34	21,98	98,61	2,86	0,24	0,73	1,17	5,00	4,03	0,97	0,25	1,03
	63,57	4,87	7,93	22,44	98,81	2,87	0,24	0,69	1,20	5,00	4,07	0,93	0,25	0,98
	63,75	4,82	7,61	21,72	97,90	2,92	0,24	0,68	1,17	5,00	4,09	0,91	0,26	0,98
noyenne cart type	64,22 0,71	4,66 0,19	7,89 0,28	21,53 0,47	98,29 0,89	2,92 0,04	0,23 0,01	0,70 0,02	1,15 0,02	5,00 0,00	4,08 0,02	0,92 0,02	0,25 0,01	1,00 0,02
aut														
	63,33	4,65	8,37	22,14	98,48	2,86	0,23	0,73	1,18	5,00	4,04	0,96	0,23	1,12
	63,95	4,20	8,09	21,55	97,79	2,92	0,21	0,72	1,16	5,00	4,08	0,92	0,22	0,97
	65,62	4,68	8,03	21,63	99,95	2,94	0,22	0,70	1,14	5,00	4,08	0,92	0,24	1,00
	64,92	4,52	7,65	21,22	98,31	2,96	0,22	0,68	1,14	5,00	4,10	0,90	0,25	0,98
	64,54	4,85	8,34	22,06	99,78	2,88	0,23	0,72	1,16	5,00	4,05	0,95	0,24	1,02
	63,28	4,71	8,05	22,75	98,79	2,86	0,23	0,70	1,21	5,00	4,07	0,93	0,24	0,96
	64,30	4,41	1,92	21,94	90,57	2,92	0,21	0,70	1,17	5,00	4,09	0,91	0,24	0,96
noyenne cart type	64,28 0,85	4,57 0,22	8,06 0,24	21,90 0,49	98,81 0,79	2,91 0,04	0,22 0,01	0,71 0,02	1,17 0,02	5,00 0,00	4,07 0,02	0,93 0,02	0,24 0,01	1,00 0,06
lilieu														
	64,54	4,87	8,25	21,41	99,08	2,91	0,23	0,72	1,14	5,00	4,04	0,96	0,25	1,05
	64,66	4,53	7,77	21,35	98,30	2,95	0,22	0,69	1,15	5,00	4,09	0,91	0,24	0,98
	64,25	4,90	8,14	21,49	98,76	2,90	0,24	0,71	1,14	5,00	4,05	0,95	0,25	1,04
	63,77	4,96	7,80	21,80	98,34	2,90	0,24	0,69	1,17	5,00	4,07	0,93	0,26	1,00
	63,17	5,06	7,91	22,20	98,33	2,87	0,25	0,70	1,19	5,00	4,06	0,94	0,26	1,00
	63,40	4,00	7.86	20,01	96,90	2,90	0,23	0,70	1,11	5,00	4,07	0,93	0,24	1,04
	64,01	4,73	7,73	21,74	98,21	2,92	0,23	0,68	1,17	5,00	4,09	0,91	0,25	0,98
noyenne cart type	64,21 0.70	4,83 0.17	7,93 0.19	21,56 0.40	98,53 0.35	2,91 0.03	0,23 0.01	0,70 0.01	1,15 0.02	5,00 0.00	4,07 0.02	0,93 0.02	0,25 0.01	1,01 0.03
	-,	-,	-,	-,		-,	-,	.,	-,		-,	-,		- ,
#16														
liliou	SIO ₂	CaO	Na ₂ O	Al ₂ O ₃	Total	Si	Ca	Na	AI	tot	SI+AI	Ca+Na	An	(Na+2Ca)/Al
ineu	64.40	4.43	7.93	22.00	98.76	2.92	0.21	0.70	1.17	5.00	4.09	0.91	0.24	0.96
	64.59	4.38	8.07	22,12	99.16	2,91	0.21	0.70	1.17	5.00	4.08	0.92	0.23	0.96
	63.36	4.52	8.06	21.00	96.93	2.92	0.22	0.72	1.14	5.00	4.06	0.94	0.24	1.02
	63,71	4,34	8,15	22,03	98,23	2,89	0,21	0,72	1,18	5,00	4,07	0,93	0,23	0,97
	63,26	4,38	8,06	21,44	97,13	2,91	0,22	0,72	1,16	5,00	4,07	0,93	0,23	0,99
	62,92	4,52	7,96	21,45	96,86	2,90	0,22	0,71	1,17	5,00	4,07	0,93	0,24	0,99
	63,01	4,21	7,83	21,34	96,39	2,92	0,21	0,70	1,17	5,00	4,09	0,91	0,23	0,96
	63,12	4,43	7,68	20,70	95,92	2,95	0,22	0,69	1,14	5,00	4,08	0,92	0,24	1,00
	62,77 62 40	4,44 4,45	8,08 8.00	21,69 21,56	96,98 96,40	2,89 2,89	0,22	0,72	1,18 1,18	5,00 5.00	4,06 4.06	0,94 0.94	0,23	0,99 0.99
noyenne	63,35	4,41	7,98	21,53	97,28	2,91	0,22	0,71	1,16	5,00	4,07	0,93	0,23	0,98
cart type	0,70	0,09	0,14	0,46	1,08	0,02	0,01	0,01	0,01	0,00	0,01	0,01	0,00	0,02
#15														
	SiO ₂	CaO	Na ₂ O	Al ₂ O ₃	Total	Si	Ca	Na	AI	tot	Si+Al	Ca+Na	An	(Na+2Ca)/Al
Ailieu	-		-											
	65,13	4,47	8,29	21,87	99,75	2,91	0,21	0,72	1,15	5,00	4,07	0,93	0,23	1,00
	65,15	4,39	8,06	21,03	98,63	2,95	0,21	0,71	1,12	5,00	4,08	0,92	0,23	1,01
	63,69	4,54	7,89	21,76	97,88	2,91	0,22	0,70	1,17	5,00	4,08	0,92	0,24	0,98
	63,95	4,19	8,02	21,54	97,69	2,92	0,20	0,71	1,16	5,00	4,08	0,92	0,22	0,97
	63,98	4,56	8,15	22,43	99,12	2,88	0,22	0,71	1,19	5,00	4,07	0,93	0,24	0,97
	64,17	4,65	8,09	21,90	98,81	2,90	0,23	0,71	1,17	5,00	4,07	0,93	0,24	0,99
	63,68	4,55	8,57	22,43	99,22	2,85	0,22	0,74	1,18	5,00	4,04	0,96	0,23	1,00
	64,01	4,52	8,40	22,10	99,04	2,88	0,22	0,73	1,17	5,00	4,05	0,95	0,23	1,00
	63,42	4,48	8,25	22,04	98,18	2,88	0,22	0,73	1,18	5,00	4,06	0,94	0,23	0,99
	63,70	4,33	8,21	21,99	98,23	2,89	0,21	0,72	1,18	5,00	4,07	0,93	0,23	0,97
	64,33	4,13	8,05	21,49	97,99 98.03	2,93	0,20	0,71	1,15	5,00	4,09	0,91	0,22	0,97
	04,09	4,47	7,01	∠1,00	30,03	2,92	0,22	0,09	1,17	3,00	4,09	0,91	0,24	0,97
noyenne	64,11	4,44	8,15	21,85	98,55	2,90	0,22	0,72	1,17	5,00	4,07	0,93	0,23	0,98
ecart type	0,54	0,16	0,21	0,40	0,64	0,03	0,01	0.01	0.02	0.00	0.02	0.02	0.01	0.02

Compositions des plagioclases avant déformation

PP069	SiO	CaO	Na-O	AL-O-	Total	si	Ca	Na	ΔI	tot	Si+A1	Ca+Na	Δn	(Na+2Ca)/AI
Bulk			7.44	24.05	10121	0.75	0.00	148	4.07	E 00	A DD	0.00	AII 0.04	(Na+2Caj/Al
	61,22	6,84 6,32	7,41 7,15	22,86	99,52 97,57	2,75	0,33	0,65	1,27	5,00	4,02	0,98	0,34	1,02
	60,61 60,46	6,66 6,54	7,15 7,42	23,06 23,70	97,47 98,22	2,79 2,75	0,33 0,32	0,64 0,66	1,25 1,27	5,00 5,00	4,04 4,03	0,96 0,97	0,34 0,33	1,03 1,02
	60,77 60,72	6,73 6,81	7,07 7,53	24,61 22,96	99,18 98,01	2,75 2,77	0,33 0,33	0,62 0,67	1,31 1,23	5,00 5,00	4,06 4,00	0,94 1,00	0,34 0,33	0,97 1,08
moyenne ecart type	60,84 0,36	6,65 0,20	7,29 0,17	23,54 0,72	98,33 0,93	2,77 0,03	0,32 0,01	0,64 0,01	1,26 0,03	5,00 0,00	4,03 0,01	0,97 0,01	0,34 0,01	1,02 0,03
PP059														
Dulle	SiO ₂	CaO	Na ₂ O	Al ₂ O ₃	Total	Si	Ca	Na	AI	tot	Si+Al	Ca+Na	An	(Na+2Ca)/Al
BUIK	61,38	5,91	7,84	23,46	98,59	2,78	0,29	0,69	1,25	5,00	4,03	0,97	0,29	1,01
	61,08 61,16	5,77 6,01	8,24 8,06	24,37 23,74	99,46 98,97	2,73 2,75	0,28 0,29	0,71 0,70	1,28 1,26	5,00 5,00	4,01 4,01	0,99 0,99	0,28 0,29	0,99 1,02
	61,75 63.25	5,65 5.06	7,65 8.04	23,93 22,55	98,99 98,89	2,79 2.85	0,27 0.24	0,67 0.70	1,27 1.20	5,00 5.00	4,06 4.05	0,94 0.95	0,29 0.26	0,96 0.99
	62,53	5,28	7,83	23,73	99,37	2,81	0,25	0,68	1,26	5,00	4,06	0,94	0,27	0,95
moyenne ecart type	61,86 0,86	5,61 0,37	7,94 0,21	23,63 0,61	99,04 0,32	2,78 0,04	0,27 0,02	0,69 0,02	1,25 0,03	5,00 0,00	4,04 0,02	0,96 0,02	0,28 0,01	0,98 0,03
PP038	SiO.	C20	No-O	AI-0-	Total	Si	63	Na	A1	tot	SitAl	CatNa	An	(Na+2Ca)/AI
Fabrique	67.68	5.82	7 72	24.30	100.52	2 70	0.28	0.67	1.27	5.00	4.06	0.94	0.29	0.96
penetrative	62,64	5,09	7,99	22,61	98,33	2,79	0,25	0,70	1,21	5,00	4,05	0,94	0,29	0,99
	62,60 62,34	5,07 5,24	7,79	21,97 22,83	97,43 98,08	2,87 2,84	0,25	0,69	1,19	5,00 5,00	4,06	0,94 0,93	0,26	0,97
	61,61 62.04	5,84 5.47	8,45 7.86	24,20 23.38	100,09 98.74	2,73 2.80	0,28 0.26	0,73 0.69	1,26 1,24	5,00 5.00	4,00 4,05	1,00 0.95	0,28 0.28	1,01 0.98
	61,81 62,72	5,46 5,05	8,41 7,86	23,41 22,60	99,08 98,22	2,77 2,85	0,26 0,25	0,73 0,69	1,24 1,21	5,00 5,00	4,01 4,06	0,99 0,94	0,26 0,26	1,01 0,98
moyenne ecart type	62,30 0,43	5,38 0,32	7,97 0,30	23,16 0,81	98,81 1,05	2,81 0,05	0,26 0,01	0,70 0,02	1,23 0,03	5,00 0,00	4,04 0,03	0,96 0,03	0,27 0,01	0,99 0,02
Bande de	62.04	6.08	7.60	22.67	00.10	2.90	0.20	0.87	4.05	5.00	4.05	0.05	0.20	0.00
cisumentent	62,01	5,41	7,70	22,35	97,47	2,84	0,27	0,68	1,21	5,00	4,05	0,95	0,28	1,01
	61,47 61,68	6,02 5,97	7,99 7,55	23,34 22,65	98,81 97,85	2,77 2,82	0,29 0,29	0,70 0,67	1,24 1,22	5,00 5,00	4,01 4,04	0,99 0,96	0,29 0,30	1,03 1,03
	63,08 63,46	5,44 5,28	7,47 7,62	21,91 21,96	97,90 98,32	2,89 2,89	0,27 0,26	0,66 0,67	1,18 1,18	5,00 5,00	4,07 4,07	0,93 0,93	0,29 0,28	1,01 1,01
moyenne ecart type	62,29 0,79	5,68 0,34	7,66 0,18	22,63 0,70	98,26 0,65	2,83 0,05	0,28 0,02	0,68 0,01	1,21 0,03	5,00 0,00	4,05 0,02	0,95 0,02	0,29 0,01	1,01 0,01
PP030														
Fabrique	SiO ₂	CaO	Na ₂ O	Al ₂ O ₃	Total	Si	Ca	Na	AI	tot	Si+Al	Ca+Na	An	(Na+2Ca)/Al
pénétrative	63,77	4,42	7,53	21,08	96,81	2,95	0,22	0,68	1,15	5,00	4,10	0,90	0,24	0,97
	63,54 64,68	4,49 4,31	7,43 7,56	21,42	96,88 97,60	2,94	0,22	0,67	1,17 1,14	5,00	4,11 4,11	0,89	0,25	0,95
movenne	63,52	4,30 4.40	7,63	21,11	96,62 96.97	2,94	0,22	0,69	1,10	5,00	4,10 4.11	0,90	0,24	0,97
ecart type	0,55	0,08	0,08	0,18	0,43	0,01	0,00	0,01	0,01	0,00	0,01	0,01	0,01	0,01
Bande de cisaillement	63,48	4,78	7,58	21,97	97,81	2,91	0,23	0,67	1,19	5,00	4,09	0,91	0,26	0,96
	64,57 64 40	4,53 4,52	7,86 7,71	21,25 21,25	98,20 97,87	2,94 2.95	0,22	0,69 0.68	1,14 1.15	5,00 5.00	4,08 4 09	0,92 0.91	0,24 0.24	1,00 0.98
	63,81	4,65	7,54	21,25	97,24	2,94	0,23	0,67	1,15	5,00	4,10	0,90	0,25	0,98
	63,81 64,28	4,48 4.24	7,39 7.56	21,05 20,72	96,73 96,80	2,96 2,98	0,22 0,21	0,66 0.68	1,15 1,13	5,00 5.00	4,11 4,11	0,89 0,89	0,25 0,24	0,96 0.97
	64,88	3,99	7,80	20,41	97,08	2,99	0,20	0,70	1,11	5,00	4,10	0,90	0,22	0,98
	63,28	4,13	7,62	21,23	97,01	2,97	0,21	0,68	1,15	5,00	4,08	0,90	0,25	1,01
	63,45 63 29	4,48 4,55	7,95 8 1 4	21,45 21.60	97,33 97,59	2,91 2 89	0,22	0,71 0 72	1,16 1,16	5,00 5.00	4,07 4.06	0,93 0.94	0,24 0.24	0,99 1.00
	64,57	4,17	7,78	21,04	97,56	2,96	0,21	0,69	1,14	5,00	4,10	0,90	0,23	0,97
	64,06 63,93	4,44 4,37	7,56 7,67	21,06 21,61	97,13 97,58	2,96 2,93	0,22 0,21	0,68 0,68	1,15 1,17	5,00 5,00	4,10 4,10	0,90 0,90	0,25 0,24	0,97 0,95
	63,60	4,31	7,61	20,67	96,19 96.29	2,96	0,22	0,69	1,13	5,00	4,10	0,90	0,24	0,98
	63,74	4,40	7,54	20,03	96,90	2,90	0,22	0,68	1,15	5,00	4,10	0,90	0,25	0,99
	63,90 63.73	4,19 4,37	7,67 7.50	20,81 20.54	96,56 96,14	2,96 2.97	0,21 0,22	0,69 0.68	1,14 1,13	5,00 5.00	4,10 4,10	0,90 0,90	0,23 0,24	0,97 0.99
	63,99	4,46	7,88	21,84	98,17	2,91	0,22	0,70	1,17	5,00	4,09	0,91	0,24	0,96
	63,84	4,39 4,65	7,70 7,97	21,41 21,73	98,19 98,19	2,95 2,90	0,21	0,68	1,15	5,00 5,00	4,10 4,07	0,93	0,24	0,96
moyenne ecart type	63,95 0.45	4,44 0,22	7,69 0,19	21,14 0,45	97,21 0,70	2,95 0,03	0,22 0,01	0,69 0,01	1,15 0.02	5,00 0,00	4,09 0,01	0,91 0,01	0,24 0,01	0,98 0,01

Compositions des plagioclases après déformation
confronte and hullen and the second second second														
PP086														
	SiO2	CaO	Na ₂ O	Al ₂ O ₃	Total	Si	Ca	Na	AI	tot	Si+Al	Ca+Na	An	(Na+2Ca)/Al
Bulk														
	63,13	4,75	7,92	22,03	97,83	2,88	0,23	0,70	1,19	5,00	4,07	0,93	0,25	0,98
	62,86	4,57	7,97	21,83	97,22	2,89	0,22	0,71	1,18	5,00	4,07	0,93	0,24	0,98
	63,86	4,40	7,71	21,32	97,30	2,94	0,22	0,69	1,16	5,00	4,10	0,90	0,24	0,97
	63,45	4,54	8,33	21,52	97,85	2,89	0,22	0,74	1,15	5,00	4,04	0,96	0,23	1,02
	64,12	4,30	7,79	21,20	97,41	2,95	0,21	0,69	1,15	5,00	4,09	0,91	0,23	0,97
	63,36	4,37	7,64	21,16	96,53	2,94	0,22	0,69	1,16	5,00	4,10	0,90	0,24	0,97
	64,24	4,41	8,06	21,60	98,32	2,92	0,21	0,71	1,16	5,00	4,07	0,93	0,23	0,99
	64,52	4,26	7,88	20,77	97,43	2,96	0,21	0,70	1,12	5,00	4,09	0,91	0,23	1,00
novenne	63,69	4,45	7,91	21,43	97,49	2,92	0,22	0,70	1,16	5,00	4,08	0,92	0,24	0,99
cart type	0,58	0,16	0,22	0,40	0,53	0,03	0,01	0,02	0,02	0,00	0,02	0,02	0,01	0,02
PP081														
	SiO.	CaO	Na.O	ALO.	Total	Si	Ca	Na	A1	tot	Si+AI	Ca+Na	An	(Na+2Ca)/AI
Bulk	0.02	040	Mago	A1203	rotar	0.	ou	i i i	A.	101	OT A	ournu		(Nu Zou)A
	63,48	4,23	8,35	20,76	96,82	2,92	0.21	0.75	1,13	5,00	4.05	0,95	0.22	1,03
	63.66	4.08	7.75	20.70	96.18	2.96	0.20	0.70	1.14	5.00	4.10	0.90	0.23	0.97
	63.33	3.99	7.80	20.44	95.56	2.96	0.20	0.71	1.13	5.00	4.09	0.91	0.22	0.98
	63 55	3.97	7 80	20.63	95 94	2.96	0.20	0.70	1 13	5 00	4 10	0.90	0.22	0.97
	63 11	3.99	7 79	20.94	95.83	2.94	0,20	0.70	1 15	5.00	4 10	0.90	0.22	0.96
	63,12	4,20	8,11	20,63	96,06	2,93	0,21	0,73	1,13	5,00	4,06	0,94	0,22	1,02
novenne	63,38	4,08	7,93	20,68	96,06	2,95	0,20	0,72	1,13	5,00	4,08	0,92	0,22	0,99
cart type	0,23	0,11	0,25	0,16	0,43	0.02	0.00	0.02	0.01	0.00	0.02	0.02	0.00	0.03

Compositions des plagioclases après déformation

#13																					
	SiO ₂	CaO	Na ₂ O	Na ₂ O corr	Al ₂ O ₃	Total	Total corr	SiO ₂	CaO	Na ₂ O corr	Al ₂ O ₃	Total corr	Si	Ca	Na	AI	tot	Qtz	Ab	An	(Na+2Ca)/Al
Milieu																					
	67,34	1,34	4,30	5,36	14,69	87,67	88,73	75,89	1,51	6,04	16,56	100,00	3,49	0,07	0,54	0,90	5,00	41,42	51,11	7,47	0,77
	67,06	1,26	4,15	5,22	14,70	87,16	88,23	76,01	1,42	5,91	16,66	100,00	3,50	0,07	0,53	0,90	5,00	42,93	50,02	7,06	0,74
	67,30	1,28	3,89	4,96	14,51	86,99	88,06	76,43	1,46	5,63	16,48	100,00	3,53	0,07	0,50	0,90	5,00	45,12	47,65	7,23	0,72
	66,52	1,43	4,61	5,67	14,43	86,99	88,05	75,55	1,62	6,44	16,39	100,00	3,46	0,08	0,57	0,89	5,00	37,45	54,50	8,05	0,83
	67,11	1,37	4,11	5,17	14,25	86,84	87,90	76,34	1,56	5,89	16,21	100,00	3,52	0,08	0,53	0,88	5,00	42,45	49,81	7,75	0,77
	67,43	1,35	3,88	4,94	14,42	87,08	88,14	76,50	1,53	5,61	16,36	100,00	3,53	0,08	0,50	0,89	5,00	44,97	47,45	7,58	0,73
	66,64	1,23	3,98	5,05	14,73	86,59	87,00	76,03	1,41	5,76	10,81	100,00	3,50	0,07	0,51	0,91	5,00	44,31	48,71	6,98	0,72
	67,78	1,27	3,75	4,81	14,74	87,53	88,59	76,50	1,43	5,43	10,03	100,00	3,54	0,07	0,49	0,91	5,00	46,94	45,96	7,10	0,69
	67.45	1,31	4,10	5,24	14,45	00,09	07,10	70,93	1,00	5,01	16,00	100,00	3,49	0,07	0,54	0,90	5,00	41,07	47.03	7,40	0,76
	67,40	1,19	3,94	5,00	14,70	07,20	00,34	70,30	1,30	00,00	10,04	100,00	3,52	0,07	0,51	0,90	5,00	40,37	47,93	6,09	0,71
	66.25	1,09	3,04	4,90	14,09	95.03	00,00	76,56	1,24	5,00	16.94	100,00	3,04	0,00	0,00	0,90	5,00	40,00	47,20	7.46	0,09
	67.26	1,01	3,72	4,70	14,00	00,90	00,99	76,16	1,50	5,49	10,04	100,00	3,52	0,07	0,49	0,92	5,00	40,04	40,00	7,40	0,70
	65.63	1,41	4,22	5,29	14,00	07,07	00,03	76,00	1,09	5,90	16,44	100,00	3,50	0,08	0,55	0,09	5,00	41,04	40,46	7,90	0,77
	00,00	1,55	3,90	5,05	14,34	60,30	00,37	10,99	1,50	0,04	10,00	100,00	3,00	0,00	0,52	0,90	5,00	42,79	49,40	1,15	0,75
moyenne	66,95	1,30	4,04	5,10	14,55	86,84	87,91	76,16	1,48	5,80	16,56	100,00	3,51	0,07	0,52	0,90	5,00	43,55	49,12	7,33	0,74
ecart type	0,61	0,09	0,24	0,24	0,16	0,67	0,67	0,30	0,10	0,27	0,17	0,00	0,02	0,00	0,02	0,01	0,00	2,58	2,26	0,51	0,04
#07																					
	SIO ₂	CaO	Na ₂ O	Na ₂ O corr	Al ₂ O ₃	Total	Total corr	SiO ₂	CaO	Na ₂ O corr	Al ₂ O ₃	Total corr	Si	Ca	Na	AI	tot	Qtz	Ab	An	(Na+2Ca)/Al
Milieu																					
	70,44	0,93	5,00	5,94	13,72	90,10	91,03	77,38	1,02	6,53	15,07	100,00	3,55	0,05	0,58	0,82	5,00	39,69	55,23	5,08	0,84
	70,06	1,35	4,54	5,48	14,16	90,12	91,06	76,94	1,49	6,02	15,55	100,00	3,54	0,07	0,54	0,84	5,00	41,70	50,93	7,37	0,81
	70,35	1,35	4,61	5,55	13,80	90,12	91,06	77,26	1,49	6,09	15,16	100,00	3,56	0,07	0,54	0,82	5,00	41,08	51,54	7,38	0,84
	70,70	1,02	4,85	5,78	13,66	90,24	91,18	77,55	1,12	6,34	14,99	100,00	3,57	0,06	0,57	0,81	5,00	40,75	53,68	5,57	0,83
	70,16	1,08	4,60	5,54	13,97	89,81	90,75	77,31	1,19	6,11	15,39	100,00	3,56	0,06	0,55	0,84	5,00	42,44	51,66	5,90	0,79
	69,53	1,69	4,12	5,06	14,97	90,30	91,24	76,20	1,85	5,55	16,40	100,00	3,52	0,09	0,50	0,89	5,00	43,90	46,93	9,17	0,76
	69,50	1,47	5,25	6,18	14,51	90,72	91,66	75,82	1,60	6,75	15,83	100,00	3,47	0,08	0,60	0,85	5,00	34,98	57,08	7,95	0,88
	69,73	1,47	4,98	5,92	13,98	90,15	91,09	76,55	1,61	6,50	15,34	100,00	3,51	0,08	0,58	0,83	5,00	37,04	54,96	8,00	0,89
	70,57	1,04	5,09	6,02	13,61	90,30	91,24	77,34	1,14	6,60	14,92	100,00	3,55	0,06	0,59	0,81	5,00	38,48	55,86	5,65	0,87
	68,38	1,70	5,04	5,97	14,69	89,82	90,75	75,35	1,88	6,58	16,19	100,00	3,45	0,09	0,58	0,87	5,00	34,98	55,70	9,32	0,88
moyenne	69,94	1,31	4,81	5,75	14,11	90,17	91,11	76,77	1,44	6,31	15,49	100,00	3,53	0,07	0,56	0,84	5,00	39,50	53,36	7,14	0,84
ecart type	0,69	0,28	0,34	0,34	0,47	0,26	0,26	0,76	0,31	0,36	0,51	0,00	0,04	0,02	0,03	0,03	0,00	3,07	3,08	1,52	0,04

Compositions des verres résiduels avant déformation

PP069																					
	SiO2	CaO	Na ₂ O	Na ₂ O corr	Al ₂ O ₃	Total	Total corr	SiO2	CaO	Na ₂ O corr	Al ₂ O ₃	Total corr	Si	Ca	Na	AI	tot	Qtz	Ab	An	(Na+2Ca)/Al
Bulk	66 59	1 30	5 32	6 39	1/1 2 1	87 / 2	88.49	75.26	1 47	7 22	16.05	100.00	3/3	0.07	0.64	0.86	5.00	31.61	61.10	7 29	0.91
	66 42	1,30	5.03	6.09	14.36	87.03	88 10	75.39	1 40	6.92	16,00	100,00	3 44	0.07	0,04	0,88	5.00	34.55	58 52	6.93	0.85
	66,20	1.37	4.32	5,39	14,64	86,53	87.59	75,57	1,56	6,15	16,71	100.00	3,47	0,08	0.55	0,90	5.00	40,19	52,05	7,76	0.78
	66,23	1,17	4,07	5,14	13,96	85,42	86,49	76,57	1,35	5,94	16,14	100,00	3,53	0,07	0,53	0,88	5,00	43,05	50,26	6,69	0,76
	66,41	1,24	4,91	5,97	14,42	86,97	88,03	75,43	1,41	6,78	16,38	100,00	3,45	0,07	0,60	0,88	5,00	35,62	57,40	6,98	0,84
	66,67	1,29	4,41	5,47	14,21	86,58	87,65	76,07	1,47	6,25	16,22	100,00	3,49	0,07	0,56	0,88	5,00	39,86	52,85	7,30	0,80
	66,33	1,14	4,81	5,87	14,00	86,28	87,35	75,94	1,31	6,72	16,03	100,00	3,47	0,06	0,60	0,86	5,00	36,64	56,87	6,49	0,84
	66,31	1,41	4,28	5,35	14,38	86,39	87,45	75,83	1,61	6,12	16,44	100,00	3,48	0,08	0,55	0,89	5,00	40,23	51,76	8,01	0,79
	67,11	1,29	4,06	5,12	14,19	86,64	87,71	/6,51	1,4/	5,84	16,18	100,00	3,53	0,07	0,52	0,88	5,00	43,31	49,40	7,30	0,76
	66,79	1,33	4,42	5,49	14,41	87,96	89,03	76,10	1,50	0,10	16,19	100,00	3,50	0,07	0,00	0,88	5,00	40,44	52,13	7,43	0,79
	00,70	1,23	4,90	0,04	14,20	01,10	00,20	10,00	1,59	0,00	10,10	100,00	3,40	0,07	0,61	0,07	5,00	30,17	57,95	0,09	0,65
moyenne	66,61	1.27	4,60	5,67	14,28	86,76	87,83	75,85	1,45	6,45	16,26	100,00	3,48	0,07	0,57	0,88	5,00	38,24	54,57	7,19	0,81
ecart type	0,47	0,08	0,43	0,43	0,19	0,67	0,67	0,45	0,09	0,46	0,19	0,00	0,03	0,00	0,04	0,01	0,00	3,75	3,89	0,45	0,05
PP038																					
	SiO	CaO	Na ₂ O	Na ₂ O corr	Al ₂ O ₂	Total	Total corr	SiO.	CaO	Na ₂ O corr	Al ₂ O ₂	Total corr	Si	Ca	Na	AI	tot	Otz	Ab	An	(Na+2Ca)/AI
Bulk											1.12-3		•••	-							(
	72,94	0,37	4,49	5,43	11,74	89,54	90,47	80,62	0,40	6,00	12,98	100,00	3,73	0,02	0.54	0,71	5,00	47,23	50,77	2,00	0.82
	73,49	0,52	3,44	4,38	12,19	89,64	90,58	81,14	0,57	4,83	13,45	100,00	3,79	0,03	0,44	0,74	5,00	56,25	40,90	2,84	0,67
	72,45	0,92	3,77	4,71	13,14	90,28	91,22	79,43	1,01	5,16	14,40	100,00	3,69	0,05	0,47	0,79	5,00	51,30	43,70	4,99	0,72
	71,29	1,42	4,07	5,01	14,15	90,93	91,86	77,60	1,54	5,45	15,41	100,00	3,59	0,08	0,49	0,84	5,00	46,24	46,12	7,64	0,76
	70,44	1,11	5,26	6,20	13,81	90,62	91,55	76,94	1,21	6,77	15,09	100,00	3,52	0,06	0,60	0,81	5,00	36,74	57,26	6,00	0,88
	71,81	0,87	4,53	5,47	13,07	90,28	91,22	78,73	0,95	6,00	14,33	100,00	3,64	0,05	0,54	0,78	5,00	44,55	50,75	4,70	0,81
	71,19	1,03	4,87	5,80	13,02	90,11	91,04	78,20	1,13	6,37	14,30	100,00	3,60	0,06	0,57	0,78	5,00	40,44	53,94	0,62	0,88
	/1,41	1,54	4,04	4,98	14,49	91,48	92,42	11,21	1,67	5,39	10,07	100,00	3,08	0,08	U,48	0,86	0,00	46,14	40,08	8,28	0,76
moyenne	71,88	0,97	4,31	5,25	13,20	90,36	91,30	78,74	1,06	5,75	14,45	100,00	3,64	0,05	0,52	0,79	5,00	46,11	48,63	5,26	0,79
ecart type	1,01	0,40	0,59	0,59	0,94	0,65	0,65	1,55	0,43	0,65	0,93	0,00	0,09	0,02	0,06	0,05	0,00	6,02	5,49	2,15	0,07

Compositions des verres résiduels après déformation

Annexe F – Shear zones in magmatic dense suspensions at HP-HT: Insight from CPO and SPO analysis

Shear zones in magmatic dense suspensions at HP-HT: Insight from CPO and SPO analysis

D. Picard, L. Arbaret, M. Pichavant and R. Champallier

Introduction

Structures such as mineral fabrics and mechanical anisotropies, together with rheological properties, are key parameters to constrain the flow mechanism of crystallising magmas. Cooling magmas are thought to undergo a transition from a viscous suspension whose rheology is mainly controlled by the liquid to an interconnected framework capable of transmitting deviatoric stresses (*Petford, 2003*). Despite recent works (*Caricchi et al., 2007; Arbaret et al., 2007; Lavallée et al., 2007; Champallier et al., 2008*) the crystal fraction that corresponds to this transition remains poorly defined between $0.4 < \Phi < 0.8$. In order to constrain this transition from liquid-like to granular medium-like behaviour and to characterize the microstructures developed in these successive rheological domains we performed HP-HT torsion experiments using a Paterson apparatus on partially crystallised silicic magmas.

Starting material

The starting magmatic suspensions were synthesised by crystallizing plagioclases from a haplotonalitic glass + 3% wt. H₂O at T=800°C, 300 MPa during 7 days. The rheological behaviour of two suspensions with respectively 52 and 58% vol. of randomly distributed and oriented, 20 µm long, plagioclases have been studied in detail. Torsion experiments were performed at a confining pressure of 300 MPa, a temperature of 800°C, a shear strain rate $9.5 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1} < \dot{\gamma} < 9.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ and a shear strain $0.5 < \gamma < 4$.

Experimental results

Preliminary analyses of shape fabrics have been done using the intercept method on this section (Software Intercept2003, *Launeau*, 2004). Depending on the volume fraction we have observed two different 2-D fabrics.

For 51% of crystals and low strain rate we can observe a penetrative and homogeneous shape fabric well oriented at about 45° from the shear direction. At high strain rate, we see rare thin shear zones, crossing through the global fabric. Figure 1a shows an example of a

deformed section, with a penetrative fabric crosscut by a shear zone. Figure 1b shows the distribution of the long axis orientation of the local fabric.

For 58% of crystals the applied shear strain is accommodated by several shear zones that crosscut the nearly undeformed texture.

Questions

In these shear zones we can notice that the grain size is smaller than the size of the plagioclases affected by the penetrative fabric, while before deformation the size of the plagioclases are homogeneous. What's lead to this size reduction? Did the crystals break during the deformation? Did they turn into another plan? Is there the presence of oriented recrystallisation, despite of the fact that the experiment is made in the same P-T condition that the synthesis? Is there some flexure in the plagioclase (influence of stress and strain on cristallisation?)? Is there a deformation of the network?

Approach

To answer to all these questions we propose to determine the local crystallographic orientation of our crystals. As the crystals are very small, we need a very low spatial resolution, which can be achieved with the EBSD method, available at the Bayerisches Geoinstitut. By analysing the area of the sample, we should be able to determine a map of crystals orientation, which would help us to understand the grain distribution and their relative orientation.

Furthermore, we would like to combine the available SPO analysis with EBSD measurements on deformed samples to better understand the preferred orientation of such crystals in the different domains of orientation we found, i.e. the homogeneous (penetrative) fabric, the initial texture and the discrete fabric developed within the shear zones.

As EBSD gives 3-D crystallographic fabrics about the selected area we will be able to compare the results with the 3-D shape fabric calculated from X-Ray tomographic images obtained from the Synchrotron of the Paul Sherrer Institut (Villigen, Switzerland).

<u>Schedule:</u> We select 4 sections on which we would like to analyse 3 different zones. Considering the time needed to performed CPO maps, we estimate the time for complete this proposal at 7 days.



<u>Figure 1</u>: (a) SEM image with local shape fabric ellipses (dextral horizontal shear strain γ =3.5). (b) Long axes of fabric ellipse orientation.



David PICARD

Déformation HP-HT des magmas siliceux : contraintes expérimentales sur l'évolution structurale et les transitions rhéologiques aux moyennes et fortes cristallinités



été Le comportement rhéologique de suspensions magmatiques synthétiques hydratées a expérimentalement étudié en déformation coaxiale et en torsion à haute température et haute pression à l'aide d'une presse de type Paterson. Les résultats obtenus illustrent l'influence de la fraction cristalline et de la forme des cristaux sur la rhéologie et le développement des Orientations Préférentielles de Forme (OPF) des particules au sein des suspensions magmatiques. La formation d'une charpente cristalline, associée à une forte hausse de la viscosité, intervient pour des fractions solides comprises entre $\phi_s = 0.20$ et 0.38 en relation avec le développement de fabriques de type pénétratif. En augmentant la fraction solide ($\phi_s = 0,50$), le développement d'une fabrique pénétrative, couplé à des bandes de cisaillement bordées de gradients de déformation, engendre un adoucissement de la réponse rhéologique et une hausse moins importante de la viscosité. Pour $\phi_s = 0.58$, des bandes de cisaillement de type cassant sans gradient de déformation, recoupant une suspension non déformée, apparaissent et contrôlent le fort adoucissement de la réponse rhéologique. La viscosité de la suspension n'augmente plus alors que légèrement. Au-delà de cette fraction cristalline, les suspensions étudiées montrent une forte réduction de la taille et du rapport de forme des cristaux se traduisant par une stabilisation de la réponse rhéologique en fonction de la déformation. Aucune OPF n'a pu être déterminée et une quasistabilisation de la viscosité est observée (comportement mécanique de solide). Toutes les suspensions étudiées se caractérisent par un comportement rhéologique non-Newtonien de type rhéofluidifiant. La dépendance entre le comportement rhéologique des suspensions magmatiques et le développement des microstructures doit être intégrée dans la modélisation de la mécanique des suspensions magmatiques.

Mots-clés : rhéologie, microstructures, déformation HP-HT, OPF, presse Paterson

HP-HT deformation of silicic magmas : experimental constrains on the structural evolution and the rheological threshold at middle and high cristallinities

The rheological behaviour of synthetic hydrous magmatic suspensions has been experimentally investigated in compression and torsion at high temperatures and pressures in a Paterson press. The results illustrate the influence of the crystal fraction and of the shape of the crystals on the rheology and the Shape Preferred Orientation (SPO) of the particles. A solid particle network, associated with a strong increase of the viscosity, is generated between crystal fractions (ϕ_s) of 0.20 and 0.38, with the development of pervasive fabrics. With increasing the crystal fraction ($\phi_s = 0.50$), shear bands bordered by symmetrical deformation gradients crosscut the pervasive fabric, resulting in a weakening in the rheological behaviour of the suspension. The increase of the viscosity with increasing cristallinity of the suspension becomes less important. At $\phi_s =$ 0.58, brittle shear bands without deformation gradients crosscut an undeformed suspension and lead to a strong weakening of the rheological behaviour which explains the small increase of the viscosity of the suspension with increasing crystal fraction. Above this crystal fraction, suspensions show a strong reduction of the crystal size and shape ratio. No SPO has been determined but the near-stabilisation of the viscosity, coupled with a stabilisation of the stress with strain, is consistent with a solid-like mechanical behaviour at these high crystallinities. All studied suspensions are characterized by a non-Newtonian, shear thinning rheological behaviour. Our results and, in particular, the dependence between the rheological behaviour and the development of crystal microstructures, need to be integrated in mechanical models of magmatic suspensions.

Key-words: rheology, microstructures, HP-HT deformation, SPO, Paterson press



Institut des Sciences de la Terre d'Orléans 1a, rue de la Férollerie, 45071 Orléans Cedex 2, FRANCE

