



**HAL**  
open science

# Rhéologie d'agrégats olivine-orthopyroxène sous haute pression

Arnaud A. Proietti

► **To cite this version:**

Arnaud A. Proietti. Rhéologie d'agrégats olivine-orthopyroxène sous haute pression. Planétologie. Université Toulouse III Paul Sabatier, 2016. Français. NNT: . tel-01320921v2

**HAL Id: tel-01320921**

**<https://theses.hal.science/tel-01320921v2>**

Submitted on 25 Oct 2016 (v2), last revised 22 Feb 2017 (v3)

**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.



# THÈSE

En vue de l'obtention du

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par : *l'Université Toulouse III - Paul Sabatier*

Spécialité : *Sciences de la Terre et des planètes solides*

---

---

Présentée et soutenue le 22/01/2016 par :

**ARNAUD PROIETTI**

**Rhéologie d'agrégats olivine-orthopyroxène sous haute pression**

---

---

### JURY

|                      |                         |                       |
|----------------------|-------------------------|-----------------------|
| ANDRÉA TOMMASI       | Directrice de recherche | Rapporteur            |
| SÉBASTIEN MERKEL     | Professeur              | Rapporteur            |
| HOLGER STUNITZ       | Professeur              | Rapporteur            |
| MICHA BYSTRICKY      | Maître de conférences   | Directeur de thèse    |
| FRÉDÉRIC BEJINA      | Chargé de recherche     | Co-directeur de thèse |
| OLIVIER VANDERHAEGHE | Professeur              | Président du Jury     |

---

#### École doctorale :

*Sciences de l'Univers, de l'Environnement et de l'Espace (SDU2E)*

#### Unité de Recherche :

*Institut de Recherche en Astrophysique et Planétologie (IRAP - UMR 5277)*

#### Directeur(s) de Thèse :

*Micha BYSTRICKY et Frédéric BEJINA*

#### Rapporteurs :

*Andréa TOMMASI, Sébastien MERKEL et Holger STUNITZ*





*"In cases of major discrepancy it's always reality that's got it wrong [...]  
Reality is frequently inaccurate."*

Douglas Adams, *The Restaurant at the End of the Universe*.



# Remerciements

*Je tiens tout d'abord à remercier les membres de mon jury de thèse : Andréa Tommasi, Sébastien Merkel, Holger Stunitz ainsi que Olivier Vanderhaeghe pour avoir accepté de juger mes travaux mais aussi pour leurs encouragements, leurs conseils et leur sympathie.*

*Merci à mes encadrants de thèse, Micha Bystricky et Frédéric Béjina de m'avoir donné les moyens de réaliser une thèse riche en expérimentation au sein de la plateforme expérimentale de planétologie ou sur les lignes de lumière des synchrotrons NSLS et ESRF*

*Merci à Geoffroy Chevallier et Claude Estournès de la plateforme de frittage flash PNF<sup>2</sup> pour leurs conseils et astuces de frittage. Merci à Sébastien Fabre et Thomas Breton pour m'avoir initié aux secrets de la salle blanche pour les analyses ICP-OES. Je remercie également Marc Monnereau de m'avoir consacré du temps pour la programmation de la structure thermique d'un slab. Merci à Gilles Berger et Bruno Lartiges, les expérimentateurs de l'extrême, jamais à cours d'idées inattendues! Je remercie également Stéphane le Blond du Pouy, Philippe de Perseval et Thierry Aigouy pour les analyses microstructurales, Olivier Marsan pour les analyses infrarouges et Michel Thibault pour les analyses de diffraction X sur poudre. Merci à l'équipe de l'atelier roche : Jeff, Ludo et Fabienne pour tous leurs trucs et astuces et leur sympathie. Merci à Marcel Belot (à l'humeur aléatoire!) pour la confection de pièces pour le four et à Michel Dupieux pour son expertise sur les différentes pannes rencontrées. Je remercie Matthew Whitaker et Haiyan Chen pour leur dépannage 24h/24 et 7j/7 et le plaisir des conversations partagées au cours des sessions NSLS. Merci également au consortium COMPRES pour avoir financé les temps de faisceau sur la ligne. Merci à Jérémy et Wilson Crichton pour toute leur implication au cours de la session de déformation à l'ESRF*

*Merci à Claudie Josse pour tout le temps qu'elle m'a accordé pour réaliser des tests de polissage, passer des échantillons à l'EBS (les relancer quand ils chargent!), m'avoir formé sur le microscope et pour la convivialité des sessions de microscopie.*

*Merci à Jérémy Guignard pour tout ce qu'il a fait durant tout ce temps, depuis mon stage de master 1 jusqu'à la soutenance en passant par Bayreuth, New York, Rome, Lyon, Grenoble... Merci pour le rôle essentiel que tu as joué dans l'aboutissement de cette thèse.*

*Je tiens à remercier Alain Pagès pour sa bonne humeur communicative, les longues pauses café à refaire le monde et toute l'aide qu'il m'a apporté au cours de ces trois années.*

*Merci aux amis de longue date, Alexis et Damien et aux Marions, avec qui j'ai eu le plaisir de partager cette expérience, Damien pour tous les bons moments passés au quotidien, au labo ou ailleurs, et Alexis pour ces courts (mais éprouvants!) séjours à Toulouse ou Grenoble. Merci à Marion pour les plateaux repas de fin de thèse sans lesquels nous ne nous serions pas alimentés et à Cando pour l'ensemble de son œuvre!*

*Je voudrais également remercier toutes les personnes qui ont fait du laboratoire bien plus qu'un simple lieu de travail à commencer par Nicolas. Merci pour ta bonne humeur à toute épreuve, ton don de l'imitation (si si ça ressemble à R2D2!) et des blagues foirées ainsi que ton aide précieuse pour la mise en page du présent manuscrit. Il faudra publier un jour cette étude statistique, les gens doivent savoir! J'en profite pour saluer toute la team Roussel. Merci à Paulo et ses déboires qui sont, j'avoue, très divertissantes. Un grand merci à Mr Boutin pour tout ce qu'il fait pour les doctorants et pour ses jolies trouvailles pas piquées des hannetons. Enfin, un merci plus général à tous les doctorants du GET et de l'IRAP avec qui il a fait bon passer du temps dans les couloirs, à la cafet, sur la terrasse, au volley, à la pala, etc. : Sylvain, Léandre, Guillaume, le quatuor de choc : Bryan, Jing, Thomas et Antonin, Laetitia, Pépito, Jean Milot, Simon, Nail, Baptiste, Damien, Arnaud, Jeanot, Maria, Claire, Mathieu, Loïs, jeune Maxime et les mouflettes sans oublier les anciens doctorants : Guillaume, Sylvain, Jean-Louis, Adrien, Marius, Julien, Vincent et Alisson la revenante!*

*Je remercie ma famille et mes amis qui m'ont permis, le temps d'une soirée ou d'un week-end, d'oublier le quotidien du travail et de prendre un bon bol d'air frais Aveyronnais. Pour finir, merci à Emilie pour avoir supporté ma mauvaise humeur, mes raz-le-bol, mes colères, mes doutes etc. et tout ce qu'elle m'a apporté d'encouragements et de réconfort durant toutes ces années.*

# Abstract

This thesis presents our work on the rheology of two of the main minerals of the upper mantle : olivine and orthopyroxene. First, fined-grained polycrystalline aggregates (with grain sizes between 100 nm and 5  $\mu\text{m}$ ) of olivine and pyroxene were synthesized by Spark Plasma Sintering (SPS) and vacuum sintering. The samples were then deformed at pressures between 2 and 6 GPa in D-DIA presses installed on synchrotrons X-ray beamlines at NSLS and ESRF so that measurements of the differential stress and strain could be obtained *in situ*.

The influence of pressure on low-temperature plasticity of olivine was studied at room temperature (ID06 beamline, ESRF synchrotron, Grenoble).

High-temperature deformation mechanisms of olivine and orthopyroxene were also studied between 900 and 1200°C (X17B2 beamline, NSLS synchrotron, New York). Mechanical results and microstructural analysis by EBSD suggest a deformation by diffusion creep. Rheological laws including the effect of pressure, temperature, differential stress and grain size were determined for each mineral. Under these conditions, orthopyroxene appears less viscous than olivine. Finally, two-phase aggregates (Ol/Px volume ration of 80/20 and 70/30) were also deformed. Differential stress, estimated in each phase, indicates the contribution of a second deformation mechanism, in agreement with microstructural observations.

Keywords : Olivine - Orthopyroxene - Deformation - High-pressure - D-DIA - Diffusion creep - Polyphase aggregates - Sintering - EBSD.



# Résumé

Cette thèse s'intéresse à la rhéologie de deux des principaux minéraux du manteau supérieur terrestre : l'olivine et l'orthopyroxène. Dans un premier temps, des agrégats polycristallins à grains fins (entre 100 nm et 5  $\mu\text{m}$ ) d'olivine et de pyroxène ont été synthétisés par frittage flash (Spark Plasma Sintering) ainsi que par frittage sous vide. Ces échantillons ont ensuite été déformés à des pressions comprises entre 2 et 6 GPa dans des presses de type D-DIA, installées sur des lignes de lumière des synchrotrons NSLS et ESRF afin d'avoir une mesure *in situ* de la contrainte différentielle et de la déformation.

L'effet de la pression sur la plasticité basse température de l'olivine a été étudié à température ambiante (ligne ID06 du synchrotron ESRF, Grenoble).

Les mécanismes de déformation à haute température de l'olivine et de l'orthopyroxène ont également été étudiés, pour des températures comprises entre 900 et 1200°C (ligne X17B2 du synchrotron NSLS, New York). Les données mécaniques ainsi que l'analyse des microstructures par EBSD, suggèrent une déformation par fluage diffusion. Des lois rhéologiques incluant l'effet de la pression, de la température, de la contrainte et de la taille de grain ont été déterminées pour les deux minéraux. A ces conditions, le pyroxène est moins visqueux que l'olivine. Enfin, des échantillons biphasés, avec un rapport volumique Ol/Px de 70/30 et 80/20, ont été déformés. La contrainte différentielle calculée dans chacune des deux phases suggère la contribution d'un second mécanisme de déformation en plus du fluage diffusion, en accord avec les observations microstructurales.

Mots-clés : Olivine - Orthopyroxène - Déformation - Haute pression - D-DIA - Fluage diffusion - Systèmes polyphasés - Frittage - EBSD.





# Sommaire

|  |            |
|--|------------|
| <b>Liste des figures</b>   | <b>xv</b>  |
| <b>Liste des tables</b>  | <b>xxi</b> |
| <b>Introduction</b>  | <b>1</b>   |
| <b>1 La rhéologie du manteau</b>   | <b>5</b>   |
| 1.1 Minéralogie du manteau terrestre . . . . .                                       | 7          |
| 1.2 Les mécanismes de déformation . . . . .  | 9          |
| 1.2.1 Plasticité basse température . . . . .   | 10         |
| 1.2.2 Plasticité haute température . . . . .   | 11         |
| 1.2.3 Cartes des mécanismes de déformation . . . . .                                 | 13         |
| 1.3 Olivine . . . . .  | 16         |
| 1.3.1 Cristallographie de l'olivine . . . . .  | 16         |
| 1.3.2 Etudes rhéologiques sur l'olivine . . . . .                                    | 18         |
| 1.4 Orthopyroxène . . . . .  | 23         |
| 1.4.1 Cristallographie de l'orthopyroxène . . . . .                                  | 23         |
| 1.4.2 Etudes rhéologiques sur l'orthopyroxène . . . . .                              | 25         |
| 1.4.3 Influence de la proportion de pyroxène sur la rhéologie de l'olivine . . . . . | 28         |
| <b>2 Techniques</b>  | <b>31</b>  |
| 2.1 Techniques expérimentales . . . . .  | 33         |
| 2.1.1 Fours basse pression . . . . .   | 33         |
| 2.1.2 Spark Plasma Sintering (SPS) . . . . .   | 35         |
| 2.1.3 Presse de type D-DIA . . . . .   | 38         |
| 2.2 Techniques analytiques . . . . .   | 42         |
| 2.2.1 Diffraction des rayons X . . . . .   | 42         |
| 2.2.2 Radiographie . . . . .   | 50         |
| 2.2.3 Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) . . . . .                       | 50         |
| <b>3 Synthèse des échantillons</b>   | <b>57</b>  |
| 3.1 Matériel de départ . . . . .   | 59         |
| 3.2 Synthèses minérales . . . . .  | 60         |
| 3.3 Frittage . . . . .   | 61         |

|          |   |            |
|----------|---|------------|
| 3.3.1    | Frittage flash (SPS) . . . . .                              | 62         |
| 3.3.2    | Frittage sous vide . . . . .                                | 69         |
| <b>4</b> | <b>Déformation de l'olivine à basse température</b>         | <b>77</b>  |
| 4.1      | Résumé de l'article . . . . .                               | 79         |
| 4.2      | Abstract . . . . .  | 82         |
| 4.3      | Introduction . . . . .                                      | 82         |
| 4.4      | Experimental procedure . . . . .                            | 84         |
| 4.4.1    | Starting material . . . . .                                 | 84         |
| 4.4.2    | Deformation experiment . . . . .                            | 85         |
| 4.5      | Results . . . . .   | 89         |
| 4.5.1    | Strain . . . . .  | 89         |
| 4.5.2    | Pressure . . . . .  | 90         |
| 4.5.3    | Stress . . . . .  | 91         |
| 4.6      | Discussion . . . . .  | 92         |
| 4.6.1    | Yield strength . . . . .                                    | 92         |
| 4.6.2    | Effect of pressure on low-temperature plasticity . . . . .  | 94         |
| 4.6.3    | Comparison with other flow laws . . . . .                   | 98         |
| 4.6.4    | Consequences for mantle rheology . . . . .                  | 99         |
| <b>5</b> | <b>Rhéologie de l'olivine</b>                               | <b>103</b> |
| 5.1      | Introduction . . . . .                                      | 105        |
| 5.1.1    | Objectifs et présentation des expériences . . . . .         | 105        |
| 5.1.2    | Teneur en eau . . . . .                                     | 105        |
| 5.2      | Microstructures . . . . .                                   | 106        |
| 5.2.1    | Microstructures de type OLIV1 . . . . .                     | 107        |
| 5.2.2    | Microstructures de type OLIV2 . . . . .                     | 109        |
| 5.2.3    | Microstructures de type OLIV3 . . . . .                     | 114        |
| 5.2.4    | Microstructures de type OLIV4 . . . . .                     | 117        |
| 5.2.5    | Résumé des analyses microstructurales . . . . .             | 119        |
| 5.3      | Données mécaniques . . . . .                                | 122        |
| 5.3.1    | Incertitudes sur les grandeurs mesurées . . . . .           | 122        |
| 5.3.2    | Comparaison des pressions et contraintes . . . . .          | 130        |
| 5.3.3    | Données mécaniques sur l'olivine . . . . .                  | 131        |
| 5.4      | Comparaison et cartes des mécanismes . . . . .              | 135        |
| <b>6</b> | <b>Rhéologie de l'orthopyroxène et d'un système biphasé</b> | <b>145</b> |
| 6.1      | Déformation de l'orthopyroxène . . . . .                    | 147        |
| 6.1.1    | Microstructures . . . . .                                   | 147        |
| 6.1.2    | Données mécaniques sur l'orthopyroxène . . . . .            | 156        |
| 6.2      | Olivine <i>vs.</i> Orthopyroxène . . . . .                  | 162        |
| 6.3      | Rhéologie d'un système biphasé . . . . .                    | 164        |
| 6.3.1    | Microstructures des échantillons biphasés . . . . .         | 164        |
| 6.3.2    | Partitionnement des contraintes . . . . .                   | 166        |
|          | <b>Conclusion et perspectives</b>                           | <b>175</b> |
|          | <b>Table des matières</b>                                   | <b>181</b> |

|  |            |
|--|------------|
| <b>Index</b>   | <b>183</b> |
| <b>Acronymes et abréviations</b>                     | <b>185</b> |
| <b>Annexes</b>                                       | <b>187</b> |
| <b>A Tables et figures</b>                           | <b>189</b> |
| <b>B Paramètres élastiques des minéraux utilisés</b> | <b>275</b> |
| <b>Références bibliographiques</b>                   | <b>281</b> |



# Liste des figures

|      |  |    |
|------|--|----|
| 1.1  | Structure interne de la Terre. . . . .   | 7  |
| 1.2  | Modèle de composition minéralogique du manteau supérieur terrestre. . . . .  | 8  |
| 1.3  | Représentation de l'évolution de la contrainte en fonction de la température. . . . .  | 10 |
| 1.4  | Représentation schématique des mécanismes de déformation à basse température. . . . .  | 11 |
| 1.5  | Représentation schématique des mécanismes de déformation à haute température. . . . .  | 12 |
| 1.6  | Vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée pour des expériences menées sur des agrégats d'olivine et de pyroxène. . . . . | 14 |
| 1.7  | Représentation schématique du mécanisme de glissement aux joints de grains. . . . .  | 14 |
| 1.8  | Exemple de carte des mécanismes pour l'olivine. . . . .  | 15 |
| 1.9  | Carte des mécanismes pour l'olivine en fonction de la taille de grain. . . . .   | 16 |
| 1.10 | Structure de l'olivine. . . . .  | 17 |
| 1.11 | Diagramme binaire de la solution solide Fo-Fa. . . . .   | 18 |
| 1.12 | Orientations préférentielles de réseau de l'olivine. . . . .   | 23 |
| 1.13 | Domaine de composition des pyroxènes et polymorphisme de l'orthopyroxène. . . . .  | 24 |
| 1.14 | Structure des polymorphes de l'enstatite. . . . .  | 25 |
| 1.15 | Images en microscopie optique de roches mantelliques déformées. . . . .  | 26 |
| 2.1  | Schéma du four horizontal Ar/H <sub>2</sub> + Ar/H <sub>2</sub> O. . . . .   | 33 |
| 2.2  | Domaine de stabilité T- <i>f</i> <sub>O<sub>2</sub></sub> de l'olivine. . . . .  | 34 |

|      |   |    |
|------|---|----|
| 2.3  | Vue en coupe de l'assemblage de frittage flash. . . . .   | 36 |
| 2.4  | Evolution des paramètres au cours d'une expérience de frittage flash. . . . .                   | 37 |
| 2.5  | Gamme de pression et température des appareils de déformation et principe<br>du D-DIA . . . . . | 39 |
| 2.6  | Vue générale des presses D-DIA et des enclumes utilisées. . . . .                               | 40 |
| 2.7  | Représentation schématique des assemblages de déformation. . . . .                              | 43 |
| 2.8  | Schéma illustrant le principe de diffraction. . . . .   | 44 |
| 2.9  | Montage expérimental de la ligne ID06 de l'ESRE . . . . .                                       | 45 |
| 2.10 | Montage expérimental de la ligne X17B2 de NSLS. . . . .   | 47 |
| 2.11 | Evolution des distances interréticulaires en fonction de $(1-3\cos^2 \psi)$ . . . . .           | 49 |
| 2.12 | Principe du calcul de la contrainte et de la pression. . . . .                                  | 50 |
| 2.13 | Suivi de la déformation par radiographie. . . . .   | 51 |
| 2.14 | Formation des lignes de Kikuchi par EBSD. . . . .   | 52 |
| 2.15 | Cliché EBSD obtenu et angles d'Euler d'une olivine déformée. . . . .                            | 53 |
| 2.16 | Figures de pôles d'un échantillon déformé d'olivine (OLI48). . . . .                            | 53 |
| 2.17 | Evolution du J-index en fonction des paramètres utilisés. . . . .                               | 54 |
| 3.1  | Images MEB des oxydes de départ. . . . .  | 59 |
| 3.2  | Analyse thermogravimétrique des oxydes de départ. . . . .                                       | 60 |
| 3.3  | Diffraction RX sur poudres d'olivine et d'orthopyroxène. . . . .                                | 62 |
| 3.4  | Images MEB des poudres après synthèse. . . . .  | 62 |
| 3.5  | Images MEB des échantillons frittés par SPS. . . . .  | 64 |
| 3.6  | Caractéristiques des échantillons frittés par SPS. . . . .                                      | 65 |
| 3.7  | Figures de pôles d'échantillons frittés par SPS . . . . .                                       | 67 |
| 3.8  | Images MEB d'échantillons frittés par SPS et recuit à une atmosphère. . . . .                   | 69 |
| 3.9  | Images MEB des échantillons frittés sous vide. . . . .  | 72 |
| 3.10 | Caractéristiques des échantillons frittés sous vide. . . . .                                    | 73 |
| 3.11 | Figures de pôles d'un échantillon fritté sous vide. . . . .                                     | 74 |
| 4.1  | SEM images of the starting material. . . . .  | 84 |

|      |  |     |
|------|--|-----|
| 4.2  | Cross section of the D-DIA cell assembly used . . . . .  | 85  |
| 4.3  | X-ray diffraction patterns showing $d$ -spacings as a function of the azimuth ( $\psi$ ). . . . .  | 87  |
| 4.4  | Example of diffraction data for the (130) $hkl$ plane of olivine. . . . .  | 88  |
| 4.5  | Evolution of experimental conditions as a function of time . . . . .   | 90  |
| 4.6  | Mean differential stress as a function of strain during compression and extension . . . . .  | 92  |
| 4.7  | Yield strength determined during compression and extension. . . . .  | 93  |
| 4.8  | Evolution of differential stress as a function of pressure. . . . .  | 95  |
| 4.9  | Differential stress as a function of temperature. . . . .  | 96  |
| 4.10 | Differential stress normalized to a strain rate of $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ as a function of temperature for experimental data . . . . . | 97  |
| 4.11 | Viscosity profile for the upper part of a subducting slab. . . . .   | 99  |
| 4.12 | Geotherm across a 50 km-thick oceanic slab. . . . .  | 102 |
| 5.1  | Spectres Raman d'une olivine et d'un pyroxène après expérience. . . . .  | 106 |
| 5.2  | Caractéristiques de l'échantillon biphasé de l'expérience OLI65. . . . .   | 108 |
| 5.3  | Caractéristiques de l'échantillon d'olivine de l'expérience OLI63. . . . .   | 111 |
| 5.4  | Lamelles de déformation dans l'olivine de OLI57. . . . .   | 112 |
| 5.5  | Analyse de la déformation intracristalline du biphasé de l'expérience OLI62. . . . .   | 113 |
| 5.6  | Cartes du facteur de Schmid pour différents systèmes de glissement de l'olivine . . . . .  | 114 |
| 5.7  | Caractéristiques de l'échantillon d'olivine de l'expérience OLI47. . . . .   | 115 |
| 5.8  | Cartes EBSD de l'olivine OLI56. . . . .  | 116 |
| 5.9  | Caractéristiques de l'échantillon d'olivine de l'expérience OLI45. . . . .   | 118 |
| 5.10 | Relation entre conditions expérimentales et types de microstructures après déformation pour l'olivine. . . . .                           | 120 |
| 5.11 | Estimation du gradient thermique axial à haute température d'un assemblage D-DIA . . . . .   | 123 |
| 5.12 | Exemple d'estimation des erreurs sur le calcul de la contrainte et de la pression . . . . .  | 124 |
| 5.13 | Variation des $d_{hkl}$ en fonction de $1 - 3 \cos^2 \psi$ pour différents plans $hkl$ . . . . .   | 126 |
| 5.14 | Erreur estimée sur la contrainte sur chaque pic et sur la contrainte moyenne. . . . .  | 127 |



|   |     |
|---|-----|
| 5.15 Intensité des pics d'olivine en fonction du détecteur et de l'enclume diamant utilisée. . . . .          | 128 |
| 5.16 Comparaison des contraintes calculées dans l'olivine, le pyroxène et l'alumine. . . . .                  | 129 |
| 5.17 Comparaison de la pression calculée dans l'olivine et le pyroxène. . . . .                               | 130 |
| 5.18 Vitesse de déformation en fonction de la contrainte pour différentes expériences de déformation. . . . . | 132 |
| 5.19 Comparaison entre le modèle et les données expérimentales. . . . .                                       | 134 |
| 5.20 Contrainte en fonction de la pression pour la loi de fluage diffusion déterminée. . . . .                | 136 |
| 5.21 Extrapolation de la loi de fluage diffusion à basse pression. . . . .                                    | 137 |
| 5.22 Viscosité de l'olivine en fonction de la température. . . . .  | 138 |
| 5.23 Carte des mécanismes de déformation pour l'olivine. . . . .  | 139 |
| 5.24 Carte des mécanismes de déformation pour l'olivine (2). . . . .  | 140 |
| 5.25 Profils rhéologiques pour l'olivine. . . . .   | 142 |
| 6.1 Caractéristiques de l'échantillon de pyroxène de l'expérience OLI49. . . . .                              | 148 |
| 6.2 Caractéristiques de l'échantillon de pyroxène de l'expérience OLI60. . . . .                              | 150 |
| 6.3 Détails des microstructures des pyroxènes de OLI48 et OLI60. . . . .                                      | 151 |
| 6.4 Caractéristiques de l'échantillon de pyroxène de l'expérience OLI57. . . . .                              | 153 |
| 6.5 Analyse de la déformation intracristalline de l'orthopyroxène de OLI57. . . . .                           | 154 |
| 6.6 Images EBSD de l'échantillon de pyroxène de l'expérience OLI47. . . . .                                   | 154 |
| 6.7 Systèmes de glissement en fonction de la pression et température. . . . .                                 | 155 |
| 6.8 Exemples de figures de pôles obtenues sur le pyroxène. . . . .  | 155 |
| 6.9 Vitesse de déformation en fonction de la contrainte pour différentes expériences de déformation. . . . .  | 157 |
| 6.10 Comparaison entre le modèle et les données expérimentales. . . . .                                       | 158 |
| 6.11 Contrainte en fonction de la pression pour la loi de fluage diffusion déterminée. . . . .                | 159 |
| 6.12 Carte des mécanismes de déformation pour l'orthopyroxène. . . . .  | 161 |
| 6.13 Profils de viscosité pour l'olivine et l'OPx. . . . .  | 163 |
| 6.14 Microstructure comparée entre une olivine et un biphasé. . . . .   | 165 |

|   |     |
|---|-----|
| 6.15 Figures de pôle d'une olivine et d'un biphasé. . . . .                             | 166 |
| 6.16 Comparaison du J-index obtenu sur l'olivine et le pyroxène. . . . .                | 167 |
| 6.17 Comparaison des microstructures de biphasés déformés. . . . .                      | 171 |
| 6.18 Comparaison des microstructures de biphasés déformés (suite). . . . .              | 172 |
| C.1 Microstructures d'agrégats d'olivine et d'enstatite frittés sous vide. . . . .      | 176 |
| C.2 Effet de la distribution de la taille des grains sur les cartes des mécanismes. . . | 177 |



# Liste des tables

|     |   |     |
|-----|---|-----|
| 1.1 | Résumé des expériences de déformation d'échantillons d'olivine dans la littérature. . . . .         | 20  |
| 1.2 | Résumé des expériences de déformation d'échantillons d'olivine dans la littérature (suite). . . . . | 21  |
| 1.3 | Résumé des expériences de déformation d'échantillons d'orthopyroxène dans la littérature. . . . .   | 27  |
| 3.1 | Caractéristiques des poudres nanométriques utilisées. . . . .                                       | 59  |
| 3.2 | Caractéristiques des échantillons frittés par SPS. . . . .  | 63  |
| 3.3 | Analyses chimiques réalisées sur les agrégats SPS par ICP-OES et microsonde. . . . .                | 67  |
| 3.4 | Caractéristiques des échantillons frittés sous vide. . . . .  | 74  |
| 4.1 | Experimental conditions and main results obtained. . . . .  | 91  |
| 4.2 | Flow law parameters determined in various studies. . . . .  | 98  |
| 4.3 | Fits obtained for different fixed values of $p$ and $q$ . . . . .                                   | 102 |
| 5.1 | Données mécaniques obtenues sur l'olivine pour les échantillons monophasés d'olivine. . . . .       | 132 |
| 5.2 | Données mécaniques obtenues sur l'olivine pour les échantillons biphasés. . . . .                   | 133 |
| 5.3 | Résultats des paramètres rhéologiques obtenus pour l'olivine . . . . .                              | 133 |
| 5.4 | Lois de fluage diffusion pour l'olivine dans la littérature. . . . .                                | 135 |
| 6.1 | Données mécaniques obtenues pour les échantillons monophasés de pyroxène. . . . .                   | 157 |

|     |  |     |
|-----|--|-----|
| 6.2 | Résultats des paramètres rhéologiques obtenus pour le pyroxène . . . . . | 158 |
| 6.3 | Données mécaniques obtenues pour les échantillons biphasés. . . . .      | 170 |

# Introduction

La Terre est une planète active qui dissipe sa chaleur interne par convection. Ces mouvements induisent une déformation des matériaux mantellaires qui peut être couplée, en surface, avec la lithosphère. Celle-ci est divisée en plaques lithosphériques, et leur mouvement relatif est à l'origine des phénomènes géologiques observables en surface : séismes, volcanisme, *etc.*

L'étude du manteau terrestre est en grande partie indirecte, de par la faible quantité d'échantillons naturels disponibles. Ces derniers sont principalement observables en tant qu'inclusions magmatiques (ou xénolites) dans des roches de nature basaltique ou kimberlitique. Des roches mantellaires peuvent également être amenées à l'affleurement dans des contextes tectoniques extensifs conduisant à un amincissement crustal extrême (*i.e.* les lherzolites Pyrénéennes (de Saint Blanquat *et al.*, *submitted*)) ou dans des complexes ophiolitiques. Ces échantillons permettent de contraindre la composition du manteau supérieur mais restent insuffisants pour l'étude de la dynamique de celui-ci. Des disciplines comme la sismologie permettent d'apporter des informations sur la structure interne de la Terre (modèle PREM) et les mécanismes de déformation du manteau, par notamment l'étude de l'anisotropie sismique. Le calcul *ab initio* est également un outil efficace pour prédire des changements de phases de très haute pression, qui ne peuvent être reproduits en laboratoire. Enfin, l'expérimentation offre la possibilité de réaliser des expériences, capables de rendre compte des phénomènes géologiques profonds.

La géologie expérimentale a vu le jour grâce au géologue Sir James Hall (1761-1832), premier scientifique à avoir réalisé un four rudimentaire qui lui a permis de démontrer que les roches ignées étaient le résultat de la cristallisation d'un magma. Depuis, cette discipline, et plus particulièrement l'expérimentation haute pression, a évolué considérablement afin de permettre la réalisation d'expériences aux conditions régnant à l'intérieur de la Terre et des autres planètes. Depuis quelques années, les avancées technologiques offrent maintenant la

possibilité de déformer des minéraux aux conditions du manteau terrestre. Cette étude présente les résultats obtenus sur des échantillons synthétiques d'olivine (Ol), d'orthopyroxène (OPx) et de systèmes biphasés (Ol+OPx), déformés entre 2 et 6 GPa et des températures entre 900 et 1200°C dans des presses de type D-DIA installées sur des lignes de lumière synchrotrons (NSLS et ESRF).

Le manuscrit est divisé en 6 chapitres. Le premier traite de la structure et de la composition du manteau supérieur terrestre. Il présente les minéraux principaux étudiés, l'olivine et l'orthopyroxène, et introduit des notions de rhéologie : les principaux mécanismes de déformation, les lois rhéologiques classiquement employées et l'élaboration des cartes des mécanismes. Enfin, il fait un état de l'art sur les études antérieures de déformation menées sur l'olivine et l'orthopyroxène.

Le chapitre 2 décrit les principales techniques expérimentales : les synthèses minérales et les expériences de frittage sous vide effectuées dans des fours à atmosphère contrôlée, les expériences de frittage flash ou "spark plasma sintering" (SPS) réalisées à la plateforme PNF<sup>2</sup> du laboratoire CIRIMAT ainsi que les expériences de déformation dans les presses de type D-DIA installées sur les lignes synchrotron NSLS et ESRF. Les techniques d'analyse utilisées sont également détaillées : la diffraction des rayons X en dispersion en énergie sur la ligne X17B2 du synchrotron NSLS, ou en dispersion angulaire sur la ligne ID06 du synchrotron ESRF. L'estimation de la contrainte, de la pression et de la déformation pendant les expériences à haute température et haute pression est également expliquée. Enfin, une dernière partie détaille la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés par microscopie électronique ou EBSD utilisée pour caractériser les microstructures des échantillons avant et après déformation.

La partie suivante s'intéresse aux différentes étapes de la synthèse des échantillons : le mélange mécanique des oxydes nanométriques, le recuit à haute température dans des fours sous atmosphère contrôlée et enfin la densification par frittage flash (SPS) ou par frittage sous vide. L'analyse des microstructures en microscopie électronique à balayage est également présentée pour les deux techniques de frittage.

Le chapitre suivant est dédié aux résultats des expériences de déformation D-DIA à température ambiante menées sur la ligne ID06 du synchrotron ESRF, à Grenoble. Les résultats, associés à des données extraites de la littérature (pour des températures inférieures à 400°C) permettent de mieux contraindre l'effet de la pression sur les mécanismes de déformation basse température de l'olivine. Ce chapitre est principalement composé d'un article soumis au journal "Physics of the Earth and Planetary Interiors" en novembre 2015.

Le chapitre 5 traite des résultats obtenus sur la déformation de l'olivine à haute température sur la presse D-DIA de la ligne X17B2 du synchrotron NSLS (Brookhaven National

Laboratory, New York). Il est divisé en deux parties : la première est consacrée à l'analyse des microstructures des échantillons d'olivine (monophasés et biphasés) par EBSD, divisées en 4 types de microstructures nommées OLIV1 à OLIV4. La seconde partie concerne les données mécaniques obtenues *in situ* et la loi de fluage diffusion déterminée à partir de ces résultats.

Enfin, le dernier chapitre s'intéresse aux données recueillies sur le pyroxène au sein de ces mêmes expériences. De la même manière que pour l'olivine, l'analyse des microstructures obtenues par EBSD (3 types de microstructures déterminées, PX1 à PX3) ainsi que la détermination d'une loi de fluage diffusion sont détaillées. Une dernière partie est consacrée à l'étude du partitionnement des contraintes estimées dans l'olivine et le pyroxène d'échantillons polyphasés.





# Chapitre 1

## La rhéologie du manteau

### Sommaire

---

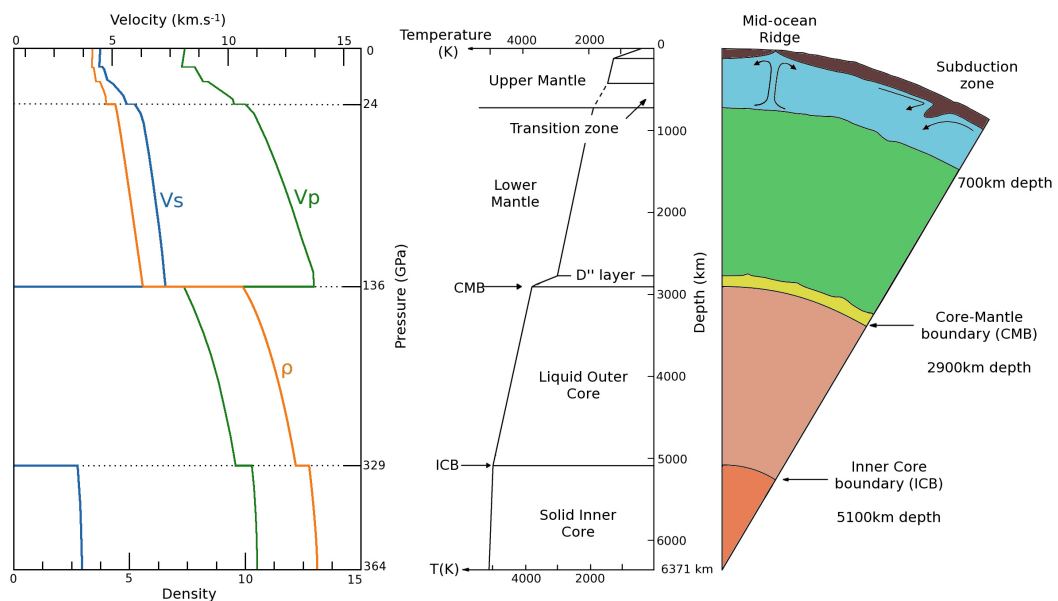
|            |  |           |
|------------|--|-----------|
| <b>1.1</b> | <b>Minéralogie du manteau terrestre</b>                              | <b>7</b>  |
| <b>1.2</b> | <b>Les mécanismes de déformation</b>                                 | <b>9</b>  |
| 1.2.1      | Plasticité basse température   | 10        |
| 1.2.2      | Plasticité haute température   | 11        |
| 1.2.2.1    | Fluage dislocation   | 11        |
| 1.2.2.2    | Fluage diffusion   | 12        |
| 1.2.2.3    | Glissement aux joints de grain                                       | 13        |
| 1.2.3      | Cartes des mécanismes de déformation                                 | 13        |
| <b>1.3</b> | <b>Olivine</b>   | <b>16</b> |
| 1.3.1      | Cristallographie de l'olivine  | 16        |
| 1.3.2      | Etudes rhéologiques sur l'olivine                                    | 18        |
| <b>1.4</b> | <b>Orthopyroxène</b>   | <b>23</b> |
| 1.4.1      | Cristallographie de l'orthopyroxène                                  | 23        |
| 1.4.2      | Etudes rhéologiques sur l'orthopyroxène                              | 25        |
| 1.4.3      | Influence de la proportion de pyroxène sur la rhéologie de l'olivine | 28        |

---



## 1.1 Minéralogie du manteau terrestre

La Terre s'est formée il y a 4.5 Ga par accréation de petits corps au sein du disque proto-planétaire. L'énergie cinétique accumulée pendant cette accréation a conduit à la fusion du corps primitif et à la formation d'un océan magmatique au sein duquel une différenciation a eu lieu. Les éléments les plus denses ont été entraînés vers le centre du corps, les plus légers ont migré en surface. La propagation des ondes sismiques de compression ( $v_p$ ) et de cisaillement ( $v_s$ ) est fonction des paramètres élastiques et de la densité du matériau. Elle permet ainsi de mettre en évidence les différentes couches concentriques de la Terre (Fig. 1.1) : la croûte, le manteau et le noyau. Le manteau s'étend entre la limite croûte/manteau ou discontinuité de Mohorovičić, à 30 km de profondeur en moyenne, et la limite manteau/noyau ou discontinuité de Gutenberg à 2900 km de profondeur. Il est divisé en un manteau supérieur jusqu'à 660 km de profondeur avec une zone de transition entre 410 et 660 km et enfin, un manteau inférieur jusqu'à 2900 km.

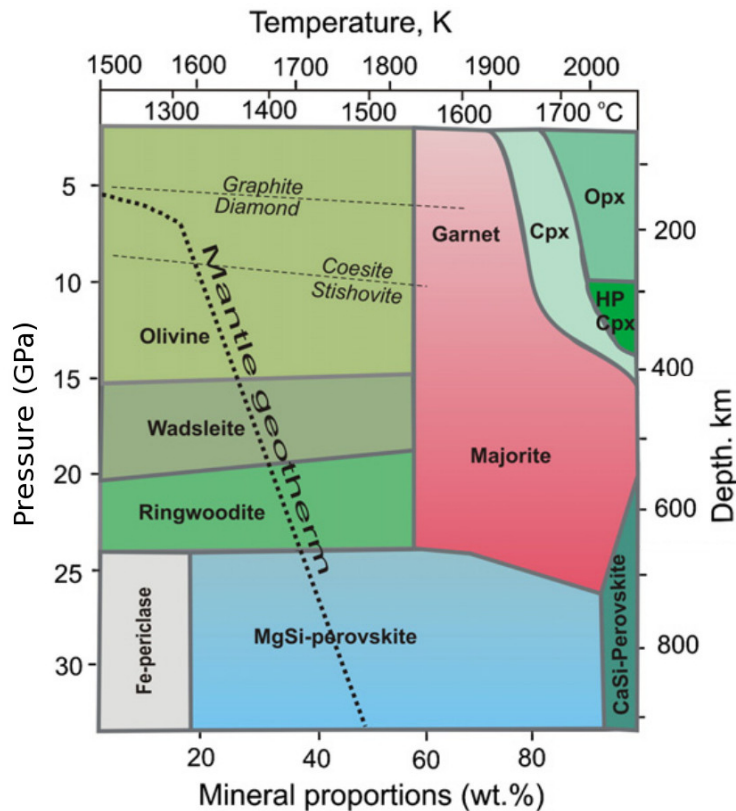


**Figure 1.1** – Structure interne de la Terre d'après le modèle PREM (Preliminary Reference Earth Model). La vitesse de propagation des ondes P ( $v_p$ ), ondes S ( $v_s$ ) en fonction de la pression (ou profondeur) permet de mettre en évidence les principales discontinuités de la Terre.

L'énergie cinétique accumulée lors de l'accréation mais aussi l'énergie provenant de la différenciation planétaire ainsi que la présence de sources internes radioactives telles que le  $^{232}\text{Th}$ ,  $^{235}\text{U}$ ,  $^{238}\text{U}$  et  $^{40}\text{K}$  font de la Terre une planète chaude au sein d'un environnement froid. Il en résulte un refroidissement de la Terre. Les principaux types de transferts thermiques efficaces pour évacuer la chaleur d'une planète sont la conduction et la convection.

La conduction thermique se fait sans transfert de matière contrairement à la convection. Le nombre de Rayleigh, noté  $Ra$ , est un paramètre qui permet de caractériser la vigueur de cette dernière. La Terre se refroidit par conduction thermique au niveau de la croûte et de la partie supérieure du manteau supérieur appelée lithosphère. La base de la lithosphère est définie par l'isotherme 1200°C. Au-delà, le reste du manteau supérieur ou asthénosphère ainsi que le manteau inférieur se refroidissent par convection à l'état solide. Les cellules convectives provoquent une déformation intense du manteau asthénosphérique et le couplage avec la lithosphère sus-jacente est à l'origine de la tectonique des plaques.

Le modèle PREM, basé sur les vitesses de propagation sismique, couplé à la composition des météorites primitives et des échantillons naturels provenant du manteau (inclusions magmatiques, ophiolites, *etc.*) permettent d'établir des modèles de composition minéralogique de l'intérieur de la Terre. Le modèle pyrolytique élaboré par Green et Ringwood (1963) définit la composition du manteau à partir d'une roche de composition hypothétique supposée être la composition du manteau supérieur avant différenciation, la pyrolite (Fig. 1.2).



**Figure 1.2** – Modèle de composition minéralogique du manteau (supérieur) terrestre (OPx = Orthopyroxène ; CPx = Clinopyroxène) d'après Kaminsky (2012).

Dans ce modèle, le manteau supérieur est composé à plus de 50 % d'olivine, de 20 % de

pyroxène : orthopyroxène (OPx) et clinopyroxène (CPx), et environ 30 % de grenat. La roche formée par cet assemblage minéral est une péridotite. Au-delà de 410 km de profondeur, la zone de transition correspond à des changements de phase de l'olivine en wadsleyite puis ringwoodite. Le manteau inférieur est composé par les produits de la décomposition à haute pression de l'olivine en pérovskite et ferro-périclase (aussi appelée magnésio-wüstite).

Cette étude s'intéresse à la déformation du manteau supérieur terrestre et en particulier de la déformation de deux minéraux caractéristiques : l'olivine et l'orthopyroxène. Avant de traiter des études antérieures menées sur ces minéraux, la section suivante rappelle quelques notions de rhéologie.

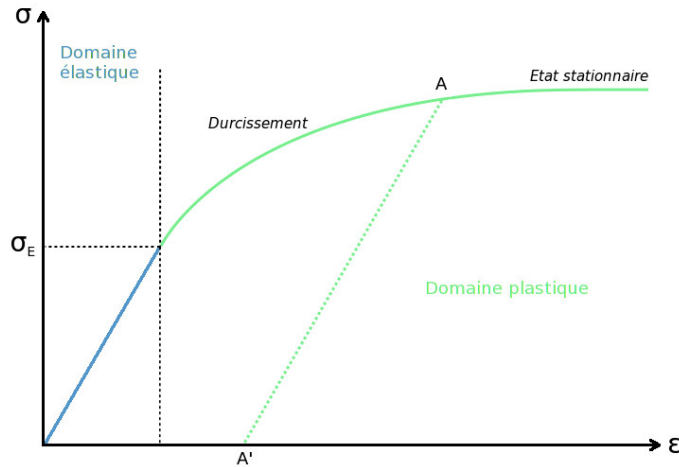
## 1.2 Les mécanismes de déformation

La rhéologie est l'étude de la déformation  $\varepsilon$  d'une roche en réponse à une contrainte appliquée  $\sigma$ . Il existe deux types de comportement : élastique ou plastique. Une déformation élastique correspond à un phénomène réversible *i.e.* lorsque l'on supprime la contrainte exercée sur l'échantillon, il retrouve sa forme initiale (Fig. 1.3, en bleu). La déformation et la contrainte sont proportionnelles et reliées par la loi de Hooke :

$$\sigma_{ij} = \sum_{kl} C_{ijkl} \varepsilon_{kl} , \quad (1.1)$$

avec  $\sigma_{ij}$  et  $\varepsilon_{kl}$ , respectivement les tenseurs de contrainte et de déformation et  $C_{ijkl}$ , le tenseur de rigidité.

Au delà d'une certaine contrainte, appelée limite élastique ("Yield strength" en anglais), la déformation devient plastique (Fig. 1.3, en vert). Dans ce cas, le polycristal se déforme de façon irréversible : des défauts apparaissent dans le réseau cristallin et participent à la déformation selon différents processus, par diffusion atomique ou déplacement des dislocations (montée et glissement). Ces mécanismes sont thermiquement activés et sont fonction de l'échantillon et de paramètres externes (vitesse de déformation, pression, fugacité en oxygène) ou internes (quantité d'eau, taille de grains). On distingue la plasticité de basse et de haute température.



**Figure 1.3** – Représentation de l'évolution de la contrainte différentielle  $\sigma$  en fonction de la déformation  $\varepsilon$ . Les domaines élastique et plastique sont représentés en bleu et vert respectivement. Une fois la limite élastique atteinte ( $\sigma_E$ ), la contrainte continue d'augmenter, on parle de durcissement, et la déformation devient irréversible. Ainsi, si l'on supprime la contrainte en A, l'échantillon va conserver une partie de la déformation (point A'). Au bout d'une certaine déformation finie, la déformation atteint un état stationnaire *i.e.* la contrainte est indépendante de la déformation.

### 1.2.1 Plasticité basse température

A basse température, la déformation se fait par le glissement des dislocations induit par un contrainte cisailante. Ce glissement est limité par la barrière énergétique à franchir pour déplacer les atomes constitutifs du réseau cristallin ou dépasser des obstacles discrets comme des dislocation ou des précipités (Fig. 1.4). Une densité de dislocation  $\rho$  se déplaçant à une vitesse  $v$  et ayant un vecteur de Burgers  $\vec{b}$  produit une vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}$  définie par l'équation d'Orowan :

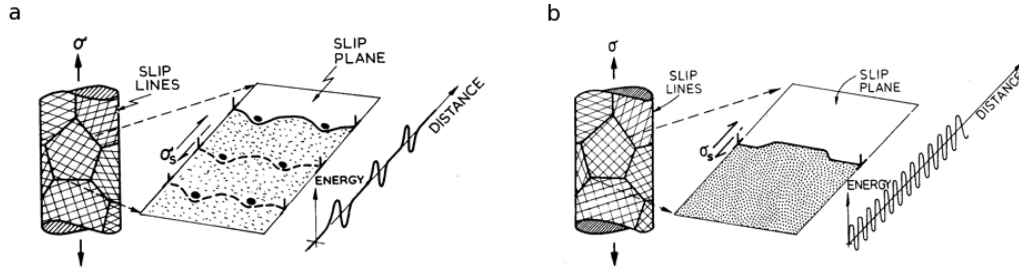
$$\dot{\varepsilon} = \rho b v , \quad (1.2)$$

avec  $\rho$  proportionnel à  $\sigma^2$ .

La vitesse de déformation est aussi fonction de l'enthalpie  $\Delta H$ , nécessaire pour franchir la barrière d'énergie (Kocks *et al.*, 1975) :

$$\Delta H = E^* + PV^* \left( 1 - \left( \frac{\sigma}{\sigma_P(P)} \right)^p \right)^q , \quad (1.3)$$

Celle-ci contient l'énergie  $E^*$  et le volume d'activation  $V^*$  qui sont les dépendances en température et pression du mécanisme respectivement ;  $p$  et  $q$  sont des constantes avec  $0 \leq p \leq 1$  et  $1 \leq q \leq 2$ . La contrainte de Peierls, notée  $\sigma_P(P)$ , est la contrainte minimale à appliquer pour



**Figure 1.4** – Représentation schématique des mécanismes de déformation à basse température : **a.** Glissement des dislocations limité par des obstacles discrets; **b.** Glissement limité par le réseau cristallin (d'après Frost et Ashby (1982)).

mettre en mouvement la dislocation à une température de 0 K et à la pression  $P$  :

$$\sigma_P(P) = \sigma_P^0 \left( 1 + \frac{G'_0}{G_0} P \right), \quad (1.4)$$

avec  $\sigma_P^0$  la contrainte de Peierls à pression ambiante,  $G_0$  et  $G'_0$  le module de cisaillement à pression ambiante et sa dérivée en fonction de la pression. Ainsi, la vitesse de déformation s'exprime sous la forme d'une loi d'Arrhénius :

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^2 \exp\left(-\frac{E^* + PV^*}{RT} \left(1 - \left(\frac{\sigma}{\sigma_P(P)}\right)^p\right)^q\right), \quad (1.5)$$

avec  $A$  considéré comme constant mais qui peut contenir les dépendances en  $f_{O_2}$ , l'activité des oxydes et la teneur en eau.

Lorsque  $E^*$  est élevée, le terme pré-exponentiel en  $\sigma^2$  devient constant. C'est le cas lorsque le glissement des dislocations est limité par des obstacles discrets.

## 1.2.2 Plasticité haute température

### 1.2.2.1 Fluage dislocation

A haute température, les dislocations glissent mais peuvent aussi monter lorsque la dislocation rencontre un obstacle. Ainsi, la vitesse de déplacement de la dislocation est limitée non plus par sa capacité à glisser mais par la diffusion des éléments permettant la montée, on parle de fluage dislocation (Fig. 1.5a). Dans ce cas, la vitesse de déformation s'exprime sous la forme :



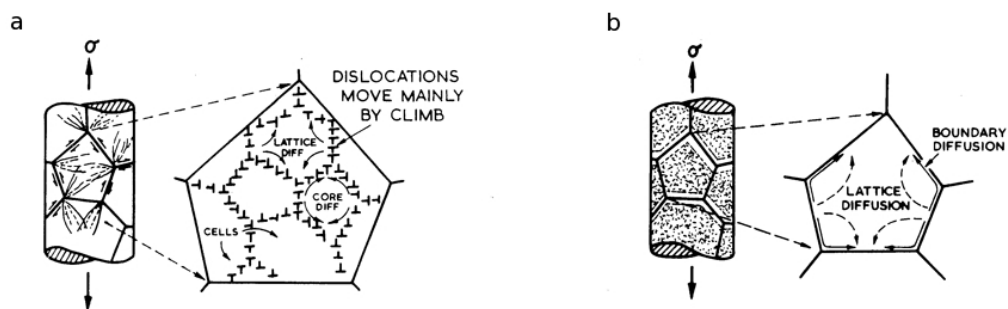
$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n \exp\left(-\frac{E^* + PV^*}{RT}\right), \quad (1.6)$$

avec une dépendance à la contrainte importante représentée par un exposant de contrainte  $n$  supérieur ou égal à 3.

La déformation par fluage dislocation ou plasticité fait intervenir des plans et des directions selon lesquels le glissement sera favorisé, on parle de systèmes de glissement. L'activation d'un ou de plusieurs de ces systèmes, pendant des déformation finies importantes, induit une texturation des échantillons ou orientations préférentielles de réseau (OPR).

### 1.2.2.2 Fluage diffusion

Contrairement aux mécanismes cités ci-dessus et qui font intervenir des dislocations, la déformation par fluage diffusion est accommodée par des phénomènes diffusifs, et notamment par la diffusion des défauts ponctuels dans l'agrégat. Lorsque l'on applique une contrainte uniaxiale compressive (Fig. 1.5b), un gradient de potentiel chimique induit la migration des défauts ponctuels tels que les lacunes vers les zones en compression et les atomes vers les zones en tension. La diffusion peut se faire au niveau des joints de grain (modèle de Coble) ou à l'intérieur du grain (modèle de Nabarro-Herring).



**Figure 1.5** – Représentation schématique des mécanismes de déformation à haute température : **a.** Fluage dislocation ; **b.** Fluage diffusion : par diffusion aux joints de grain (modèle de Coble) ou intracrystalline (modèle de Nabarro-Herring) (d'après [Frost et Ashby \(1982\)](#)). Dans les deux cas, l'échantillon subit une déformation en tension dans la direction verticale. Les flèches représentent la diffusion atomique induite par la contrainte.

Le mécanisme s'exprime sous la forme d'une loi d'Arrhénius avec un exposant de contrainte  $n$  égal à 1 et inclut une dépendance à la taille de grain moyenne  $d$  de l'agrégat avec un exposant  $m$  égal à 3 dans le cas d'une diffusion aux joints de grain et 2 si la diffusion est intracrystalline. Ainsi, la relation s'exprime sous la forme :

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n d^{-m} \exp\left(-\frac{E^* + PV^*}{RT}\right). \quad (1.7)$$

Le fluage diffusion est favorisé lorsque l'échantillon possède une petite taille de grain (particulièrement pour le modèle de Coble) et pour des contraintes faibles.

### 1.2.2.3 Glissement aux joints de grain

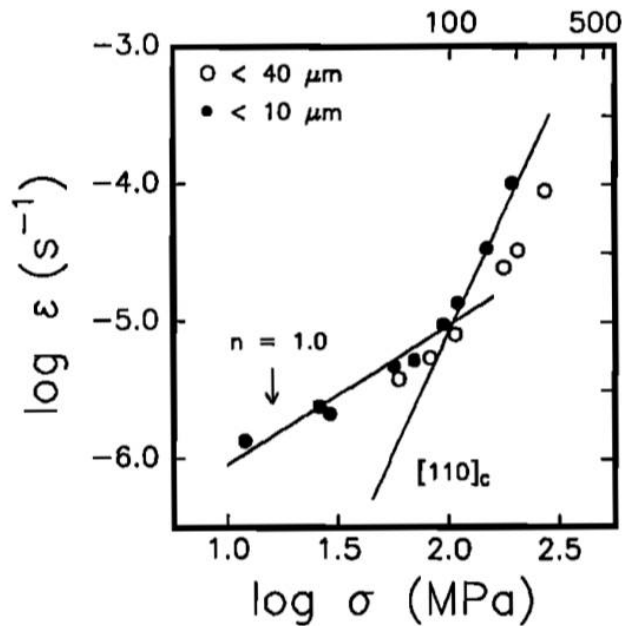
En théorie, le mécanisme de fluage dislocation ne dépend pas de la taille de grain de l'agrégat, cependant, lorsque la déformation opère à des conditions intermédiaires entre le fluage diffusion et dislocation, cette dépendance est constatée. Des expériences de déformation menées en presse Paterson sur des agrégats polyphasés contenant de l'olivine, du pyroxène et un liquide silicaté permettent de mettre en évidence ce mécanisme (Hirth et Kohlstedt, 1995a). Les résultats indiquent un changement de mécanisme entre le fluage diffusion pour des contraintes faibles vers du fluage dislocation (Fig. 1.6). Cependant, une différence de comportement est notable entre les échantillons présentant des tailles de grains fines (inférieures à 10  $\mu\text{m}$ ) à ceux dont la taille est plus élevée (grains autour de 40  $\mu\text{m}$ ).

Le mécanisme de glissement des joints de grain peut être représenté par les illustrations de la figure 1.7. Le résultat de ce mécanisme est un échange de grains voisins. En effet, avant le glissement, les grains gris partagent un joint de grain alors que c'est le cas des grains verts une fois le glissement effectué. Une évidence microstructurale est la présence de joints quadruples comme illustré sur la figure centrale. La loi s'exprime sous la même forme que celle du fluage dislocation, avec un exposant de contrainte  $n$  entre 2 et 3 et une dépendance à la taille de grain  $m$  entre 1 et 2 (Langdon, 1994; Hirth et Kohlstedt, 2003).

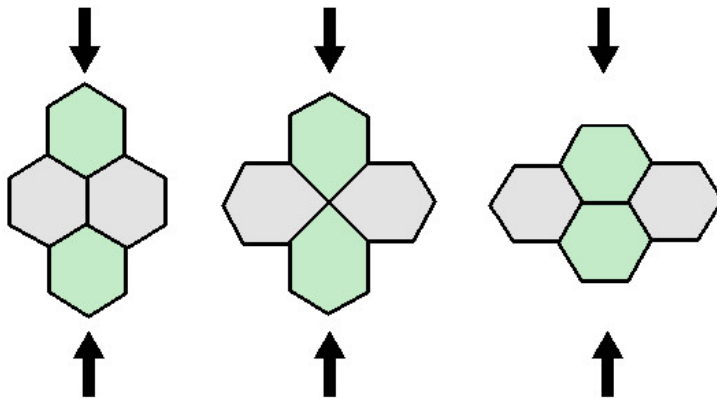
Des études récentes suggèrent que le glissement aux joints de grains peut contribuer à la déformation de manière significative même lorsque la roche se déforme principalement par fluage dislocation (Ohuchi *et al.*, 2015a) ou diffusion (Miyazaki *et al.*, 2013).

### 1.2.3 Cartes des mécanismes de déformation

Des expériences de déformation peuvent être réalisées en laboratoire sur des monocristaux ou des agrégats pour caractériser les différents mécanismes de déformation. Il existe une variété d'appareils qui permettent de réaliser ces expériences : à pression ambiante (les

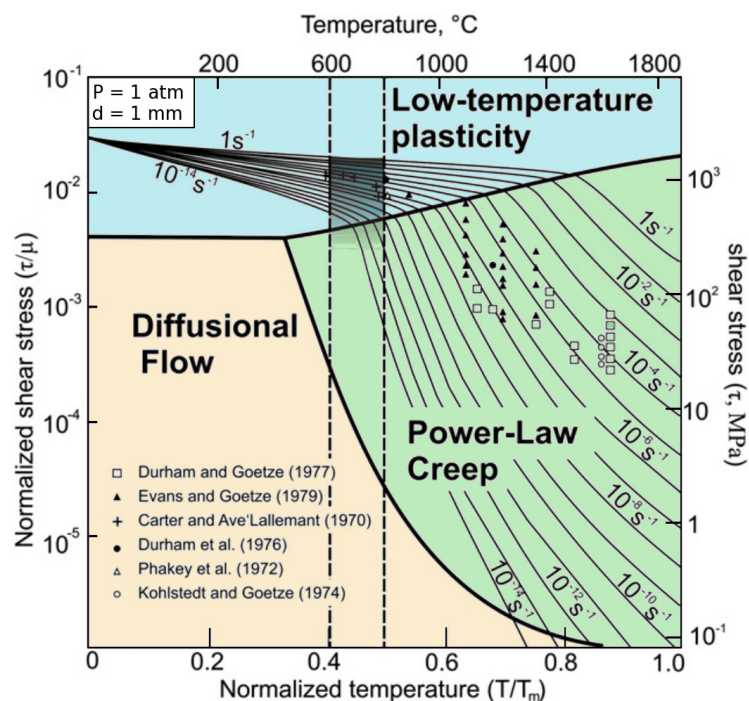


**Figure 1.6** – Vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée pour des expériences menées sur des agrégats d'olivine et de pyroxène avec des tailles de grains différentes (Hirth et Kohlstedt, 1995a) : inférieurs à 10  $\mu\text{m}$  (cercles noirs) et inférieurs à 40  $\mu\text{m}$  (cercles blancs) montrant la transition entre le fluage diffusion (pente correspondant à un exposant de contrainte  $n$  de 1) vers le fluage dislocation (pente plus élevée correspondant à un  $n$  autour de 3). A vitesse de déformation donnée, on constate une contrainte plus élevée pour les grains inférieurs à 40  $\mu\text{m}$  dans le domaine du fluage dislocation. Cela traduit un mécanisme de glissement aux joints de grain. La droite  $[110]_c$  correspond à la loi de déformation obtenue sur un monocristal d'olivine déformé selon l'axe  $[110]$  (Bai *et al.*, 1991).



**Figure 1.7** – Représentation schématique du mécanisme de glissement aux joints de grains ; La direction de compression, représentée par les flèches noires, est verticale.

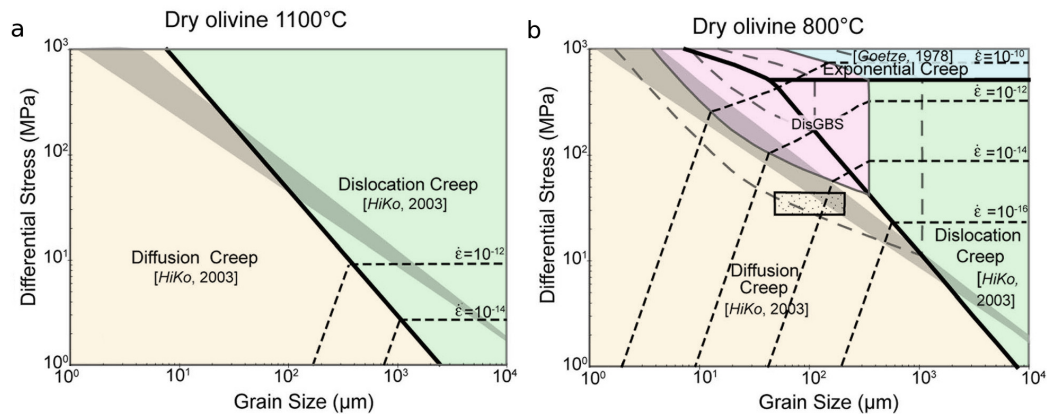
appareils de fluage, les expériences de torsion de monocristaux), à des pressions modérées de quelques centaines de MPa à quelques GPa (tests d'indentation, appareil de Griggs, presse Paterson, presses multi-enclumes) ou à des pressions de plusieurs dizaines de GPa (enclume diamant, expériences de chocs).



**Figure 1.8** – Carte des mécanismes pour une olivine avec une taille de grain moyenne de 1 mm et à pression ambiante en fonction de la température, contrainte et vitesse de déformation (d’après Frost et Ashby (1982)). En bleu, domaine pour lequel la plasticité basse température domine, en vert, celui du fluage dislocation et en jaune, celui du fluage diffusion. Les symboles font références à des expériences menées à basse pression sur des monocristaux (Phakey *et al.*, 1972; Kohlstedt et Goetze, 1974; Durham et Goetze, 1977; Durham *et al.*, 1977; Evans et Goetze, 1979) ou des agrégats (Carter et Avé Lallemand, 1970) d’olivine.

Afin d’identifier le(s) mécanisme(s) actif(s) pendant l’expérience, une étude microstructurale est souvent nécessaire (microscope électronique à balayage ou à transmission) pour visualiser la forme des grains, l’orientation préférentielle de réseau (si elle existe), les dislocations, *etc.* L’objectif de ces études est de caractériser chaque mécanisme en paramétrant les différentes dépendances de celui-ci. Lorsque différents mécanismes de déformation sont actifs simultanément mais indépendants, le mécanisme dominant est celui dont la vitesse de déformation est la plus élevée, pour une même contrainte appliquée. De cette façon, des cartes de mécanisme de déformation permettent de délimiter les régions dans lesquelles opèrent les différents mécanismes en fonction de la température, vitesse de déformation, pression, taille de grain (Fig. 1.8 et 1.9). Sur la figure 1.9b réalisée par Linckens *et al.* (2011) pour une température de 800°C, on voit apparaître un domaine situé à l’intersection entre les domaines du fluage dislocation, diffusion et celui de la plasticité basse température, il s’agit de celui du glissement aux joints de grain.

Les expériences de déformation menées sur des roches du manteau terrestre ne prétendent pas refléter les déformations subies dans le manteau terrestre mais sont des modèles simplifiés qui permettent de mettre en évidence les mécanismes aux conditions du labora-



**Figure 1.9** – Carte des mécanismes représentant la contrainte en fonction de la taille de grain pour une olivine en condition anhydre, à pression ambiante et pour une température de : **a.** 1100°C ; **b.** 800°C (d’après Linckens *et al.* (2011)). En bleu, domaine pour lequel la plasticité basse température domine, en vert, celui du fluage dislocation, en jaune celui du fluage diffusion. Le domaine rose correspond au domaine au sein duquel le glissement aux joints de grain est dominant. Les lois de déformation correspondent à celles de Goetze et Poirier (1978) pour la plasticité basse température et Hirth et Kohlstedt (2003) pour le fluage dislocation, fluage diffusion et le glissement aux joints de grain. Le domaine en gris correspond au paléo-piezomètre de l’olivine (Van der Wal *et al.*, 1993).

toire (dans nos expériences, la vitesse de déformation tourne autour de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ) et d’extrapoler les lois déterminées aux vitesses de déformation mantelliques, soit en moyenne  $10^{-14} \text{ s}^{-1}$  (Fig. 1.8). Les résultats permettent, entre autre, de retracer l’histoire de la déformation enregistrée par des roches naturelles *i.e.* dans des mylonites (Skemer et Karato, 2008; Vauchez *et al.*, 2012) ou encore d’estimer la viscosité effective  $\eta_E$  en fonction de la contrainte  $\sigma$  et de la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  (Karato *et al.*, 1986) selon la relation :

$$\eta_E = \frac{\sigma}{\dot{\epsilon}} . \quad (1.8)$$

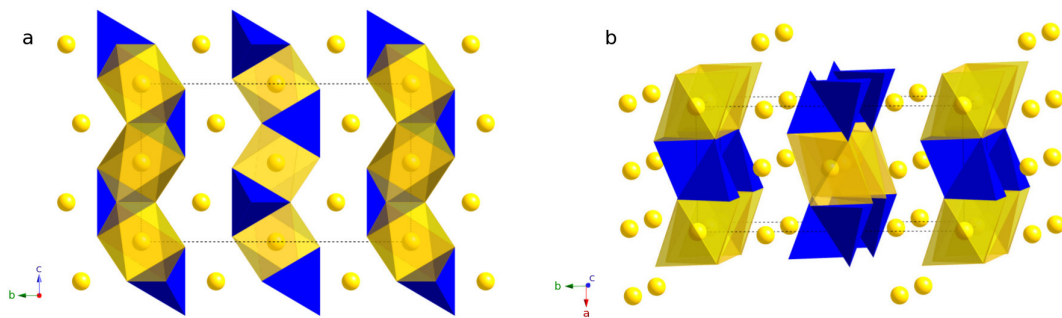
## 1.3 Olivine

### 1.3.1 Cristallographie de l’olivine

L’olivine est un silicate de fer et magnésium de la famille des péridots dont la structure cristallographique est formée de tétraèdres isolés de  $\text{SiO}_4$  ; on parle de nésosilicate (Fig. 1.10). La structure cristallographique permet de déterminer les systèmes de glissement possibles de l’olivine (évoqués plus loin dans le texte). Ce minéral, de formule générale  $(\text{Mg,Fe})_2\text{SiO}_4$ ,

crystallise dans le système orthorhombique (groupe d'espace Pbnm). Il forme une solution solide complète entre le pôle magnésien, la forstérite, et ferreux, la fayalite. Le diagramme binaire dans le système forstérite-fayalite est représenté figure 1.11. La composition d'une olivine est désignée par son rapport molaire  $X_{Mg}$  :

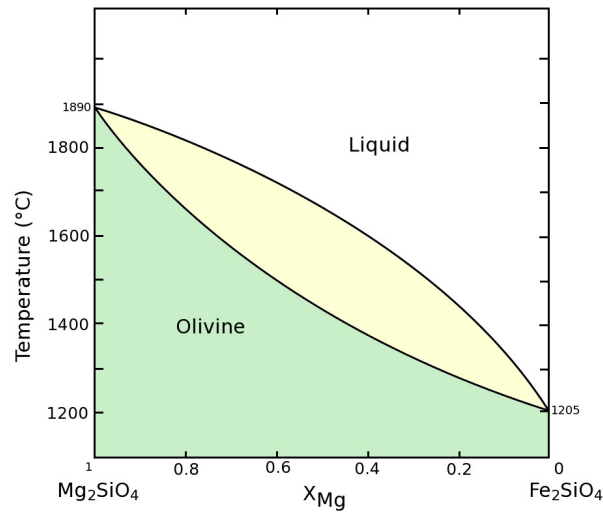
$$X_{Mg} = 100 \times \frac{n_{Mg}}{n_{Mg} + n_{Fe}} . \quad (1.9)$$



**Figure 1.10** – Projections de la structure de l'olivine (système cristallographique Pbnm) : **a.** dans le plan bc ; **b.** projection 3D, dans le plan ab. Les cations de Mg et Fe sont représentés par les sphères jaunes. Les tétraèdres sont en bleu et les sites octaédriques M1 en jaune (les octaèdres M2 ne sont pas représentés). La maille élémentaire est représentée en noir.

Le rapport  $X_{Mg}$  moyen dans le manteau terrestre est de 0.9. Celui-ci est un héritage de la formation des planètes du système solaire. En effet, au moment de la formation des planètes, il existait un gradient d'oxydoréduction dans le système solaire ( $f_{O_2}$  augmente en s'éloignant du soleil). Par conséquent, le rapport entre le FeO dans le manteau et le Fe dans le noyau augmente lorsque la distance entre la planète et le soleil augmente. Ainsi, en s'éloignant du soleil, le rapport  $X_{Mg}$  au sein du manteau augmente au détriment d'un noyau ferreux plus petit. Pour la suite, le terme olivine désignera une olivine avec un  $X_{Mg}$  de 0.9. Comme énoncé précédemment, l'olivine présente des polymorphes de haute pression : la wadsleyite et la ringwoodite. Les pressions pour lesquelles les transformations ont lieu sont fonction de la teneur en fer de l'olivine. Pour le manteau terrestre, elles se situent au niveau de la zone de transition, entre 410 et 670 km de profondeur.

Les paramètres de maille et les propriétés élastiques de l'olivine sont reportés en annexe B.



**Figure 1.11** – Diagramme binaire de la solution solide forstérite-fayalite en fonction du  $X_{Mg}$ . Les courbes représentent le solidus et le liquidus du système à pression ambiante.

### 1.3.2 Etudes rhéologiques sur l'olivine

Au cours des 50 dernières années, la rhéologie de l'olivine et de son pôle magnésien, la forstérite, a fait l'objet d'un nombre très important d'études.

Dans les années 65-80, des expériences de déformation ont été réalisées sur des échantillons naturels de dunite ou de péridotite dans des presses à confinement solide ou appareils de Griggs (Raleigh, 1965; Carter et Avé Lallemant, 1970; Ross *et al.*, 1979; Green II et Borch, 1987). Ces expériences menées à des pressions inférieures à 3 GPa s'intéressent surtout à l'influence de la température sur le mécanisme de fluage dislocation, avec des énergies d'activation autour de  $500 \text{ kJ.mol}^{-1}$  et des exposants de contrainte compris entre 3 et 5. Sur cette gamme restreinte de pression, le volume d'activation est peu contraint. Les premières études l'estiment à  $13.4$  (Ross *et al.*, 1979) et  $27 \text{ cm}^3.\text{mol}^{-1}$  (Green II et Borch, 1987).

Le développement de la presse Paterson offre la possibilité de déformer des matériaux tout en ayant une précision très fine sur la contrainte, au détriment d'une gamme en pression réduite à 500 MPa. Les études de Chopra et Paterson (1981, 1984) sur des dunites se sont penchées sur l'influence de la taille de grain et de la teneur en eau.

Face à l'hétérogénéité des roches naturelles : en termes de composition, taille de grain, présence éventuelle de liquide silicaté, *etc.*, les études ultérieures ont principalement été menées sur des échantillons synthétiques formés à partir du broyage de standards minéralogiques de composition connue comme l'olivine de San Carlos (Karato *et al.*, 1986) ou à partir



d'oxydes par mélange mécanique ou par des processus chimiques comme la méthode sol-gel (Faul et Jackson, 2007; Faul *et al.*, 2011). Ces échantillons possèdent des tailles de grain beaucoup plus petites (entre 10 et 50  $\mu\text{m}$ ) en comparaison avec les échantillons naturels (tailles de grain entre 100 et 900  $\mu\text{m}$ ). Cette différence a permis d'étudier la déformation par fluage diffusion (Karato *et al.*, 1986; Hirth et Kohlstedt, 1995b; Mei et Kohlstedt, 2000a) et la transition vers le fluage dislocation (Mei et Kohlstedt, 2000b). En fluage diffusion, l'exposant de contrainte est égal à 1 et l'exposant de taille de grain est estimé à 3 par Mei et Kohlstedt (2000a) et entre 2 et 3 par Karato *et al.* (1986) en fonction de la teneur en eau dans les échantillons. L'énergie d'activation déterminée par Mei et Kohlstedt (2000a) de  $290 \text{ kJ.mol}^{-1}$  est cohérente avec les estimations de Karato *et al.* (1986) basées sur les coefficients de diffusion du Mg-Fe (Buening et Buseck, 1973) et de O (Jaoul *et al.*, 1980) dans l'olivine.

Comme évoqué dans la section 1.2.2.3, l'étude de Hirth et Kohlstedt (1995a) met en évidence un effet de la taille de grain sur des échantillons déformés et dont les microstructures et les données mécaniques suggèrent l'implication de dislocations. Le mécanisme impliqué est le glissement aux joints de grain (Hirth et Kohlstedt, 2003). L'exposant de contrainte, recalculé à partir de ces résultats par Hirth et Kohlstedt (2003), est estimé à 3.5 et la dépendance à la taille de grain  $m$ , autour de 1.8 (Kohlstedt et Wang, 2001). Des études récentes considèrent le glissement aux joints de grain comme un mécanisme dominant, accommodé par le fluage dislocation ou le fluage diffusion. Dans le cas d'un glissement aux joints de grain accommodé par le fluage dislocation (abrégé en "Dis-GBS" dans la littérature), les études récentes suggèrent une énergie d'activation de  $420\text{-}445 \text{ kJ.mol}^{-1}$ , un volume d'activation de  $17.6 \text{ cm}^3.\text{mol}^{-1}$  pour un exposant de contrainte de 3 et un exposant de taille de grain entre 0.7 et 1 (Hansen *et al.*, 2011; Ohuchi *et al.*, 2015b). Le glissement aux joints de grain accommodé par le fluage diffusion permet de générer des orientations préférentielles de réseau dans des expériences où le fluage diffusion semble être le mécanisme dominant (Miyazaki *et al.*, 2013).

En parallèle de ces expériences sur des agrégats polycristallins, des études sur des monocristaux d'olivine de San Carlos révèlent l'activité des principaux systèmes de glissement :  $[100](010)$ ,  $[001](010)$  et le duplex  $[100](001)$  et  $[001](100)$ . Certains travaux ont été menés à pression ambiante dans des appareils de fluage, qui permettent de contrôler parfaitement les conditions de fugacité en oxygène,  $f_{O_2}$ , en utilisant différents mélanges gazeux. Ainsi, l'équation [1.6] de fluage dislocation devient, en tenant compte de l'effet de la  $f_{O_2}$  :

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n f_{O_2}^q \exp\left(-\frac{E^* + PV^*}{RT}\right), \quad (1.10)$$

avec  $q$ , l'exposant de  $f_{O_2}$ , compris entre 0 et 0.4 (Bai *et al.*, 1991).



| Etude                     | Matériel de départ                       | d <sub>i</sub> (µm) | f(H <sub>2</sub> O) | Appareil | Conditions de déformation |             | Mécanismes                             | Systèmes de glissement                           | log(A) (s <sup>-1</sup> .MPa <sup>-n</sup> ) | n                          | m                     | E* (kJ.mol <sup>-1</sup> )   | V* (cm <sup>3</sup> .mol <sup>-1</sup> ) | Remarques  |
|---------------------------|--|---------------------|---------------------|----------|---------------------------|-------------|--|--|--|----------------------------|-----------------------|------------------------------|--|--|
|                           |  |                     |                     |          | P (GPa)                   | T(°C)       |  |  |  |                            |                       |                              |  |  |
| Carter & Lallemand [1970] | Dunite et Périodite                      | 500 - 1000          | dry<br>wet          | Griggs   | 0.5 - 3                   | 300 - 1400  | Fluage dislocation                     | [001][110] (BT)<br>[100][010]<br>[100][010] (HT) | -  | 4.8<br>2.4                 | -                     | 502<br>335                   | -  | -  |
| Ross et al. [1979]        | Dunite                                   | -                   | dry                 | Griggs   | 0.5 - 1.5                 | 1100 - 1350 | Fluage dislocation                     | -  | -  | -                          | -                     | 13.4                         | -  | -  |
| Chopra & Paterson [1981]  | Dunite                                   | 100<br>900          | wet                 | Paterson | 0.3                       | 1000 - 1300 | Fluage dislocation                     | -  | 2.62 (0.18)<br>3.98 (0.17)                   | 3.35 (0.17)<br>4.48 (0.31) | -                     | 444 (24)<br>498 (98)         | -  | -  |
| Chopra [1984]             | Dunite                                   | 100 - 900           | dry<br>wet          | Paterson | 0.3                       | 1200 - 1400 | Fluage dislocation                     | -  | 4.46 (0.18)<br>2.62 - 3.98                   | 3.6 (0.22)<br>3.35 - 4.48  | -                     | 535 (33)<br>444 - 498        | -  | -  |
| Karato et al. [1986]      | poudre d'olivine de San Carlos           | 10 / 30             | dry / wet           | Paterson | 0.3                       | 1200 - 1300 | Fluage dislocation<br>Fluage diffusion | -  | 5.4* / 5.3**<br>-1.1* / -2.8**               | 3.5* / 3**<br>1* / 1**     | 0* / 0**<br>2* / 3**  | 540* / 420**<br>290* / 250** | -  | * en conditions anhydres<br>** en conditions hydratées |
| Green & Borch [1987]      | -  | -                   | -                   | Griggs   | 1 - 3                     | 1100 - 1300 | Fluage dislocation                     | -  | -  | -                          | -                     | 380                          | 27                                       | -  |
| Hirth & Kohlstedt [1995a] | Poudre de SC Ol + Bainite Px +Liq (MORB) | < 10                | dry                 | Paterson | 0.3                       | 1100 - 1300 | Fluage diffusion                       | -  | -  | 1 (0.1)                    | 3 (0.5)<br>3.2 (1.2)* | 315 (95)<br>575 (60)*        | -  | * en présence de liquide silicaté (MORB)               |
| Hirth & Kohlstedt [1995b] | Poudre Ol + Px +Liq (MORB)               | < 10                | dry                 | Paterson | 0.3                       | 1300        | Glissement des joints de grain         | [100][010]                                       | -  | -                          | -                     | -                            | -  | -  |
| Mei & Kohlstedt [2000a]   | Poudre Ol + Px                           | 12 - 17             | dry<br>wet          | Paterson | 0.1 - 0.45                | 1200 - 1300 | Fluage diffusion                       | -  | -  | 1.1                        | 3                     | 295                          | -  | -  |
| Mei & Kohlstedt [2000b]   | Poudre Ol + Px                           | 15                  | dry<br>wet          | Paterson | 0.1 - 0.45                | 1200 - 1300 | Fluage dislocation                     | [100][010]                                       | -  | 3                          | -                     | 470                          | -  | -  |
| Li et al. [2006]          | poudre d'olivine de San Carlos           | 0.5 (f)<br>5 (c)    | dry                 | D-DIA    | 3.5 - 9.6                 | 800 - 1200  | Fluage dislocation                     | [001][010] dominant                              | -  | 3*                         | -                     | 470*                         | 0 ± 5                                    | * d'après Mei & Kohlstedt [2000b]                      |
| Faul & Jackson [2007]     | Sol-gel et Dunite                        | 2.7 - 5.7           | dry                 | Paterson | 0.3                       | 1150 - 1360 | Fluage diffusion                       | -  | 10.3 (10.6)                                  | 1.37 (0.06)                | 3                     | 484 (30)                     | -  | -  |
| Durham et al. [2008]      | poudre d'olivine de San Carlos           | 10                  | dry                 | D-DIA    | 2.7 - 4.9                 | 1200        | Fluage dislocation                     | -  | -  | 3.5*                       | -                     | 500*                         | 9.5 (7)                                  | * d'après Hirth & Kohlstedt [2003]                     |
| Faul et al. [2011]        | Sol-gel                                  | 5                   | dry                 | Paterson | 0.3                       | 1200 - 1350 | Fluage dislocation                     | [100][001] (sol-gel)<br>[100][010] (SC)          | -  | -                          | -                     | -                            | -  | -  |
| Faria et al. [2011]       | Poudre de SC                             | 4<br>13             | dry                 | Paterson | 0.3                       | 1250        | Fluage dislocation                     | -  | -  | -                          | -                     | -                            | -  | -  |
| Keefner et al. [2011]     | Dunite                                   | 900                 | dry                 | Paterson | 0.3                       | 1150 - 1277 | Fluage dislocation                     | [100][010]<br>[001][010]                         | 2.6 (0.3)                                    | 3.59 (0.05)                | -                     | 449 (7)                      | -  | -  |
| Hilairet et al. [2012]    | poudre d'olivine de San Carlos           | 5 - 10              | - dry               | D-DIA    | 2.8 - 7.8                 | 880 - 1400  | Fluage dislocation                     | [100][010] - P < 4GPa<br>[001][010] - P > 4GPa   | -23.3 (2.5)                                  | 3.5                        | -                     | 133 (34)                     | 6.7 (1.8)                                | -  |
| Nishihara et al. [2014]   | Mélange d'oxydes frittés sous vide       | 1                   | dry                 | D-DIA    | 3 - 5.4                   | 1200 - 1300 | Fluage diffusion<br>GBS                | [100][010]                                       | 10.75 (1.13)<br>6.13 (1.82)                  | 1<br>3                     | 2<br>1                | 506 (34)<br>519 (63)         | 8.2 (0.9)<br>7.5 (1)                     | -  |
| Bollinger et al. [2014]   | poudre d'olivine de San Carlos           | 10                  | wet                 | D-DIA    | 3.8 - 8.1                 | 1100 - 1400 | Fluage dislocation                     | -  | -  | 3.5                        | -                     | -                            | 12.8 (5)                                 | -  |

Table 1.1 – Résumé des résultats publiés des expériences de déformation par compression uniaxiale menées sur des agrégats d'olivine.

| Etude                     | Matériau de départ | f <sub>h2o</sub> (wt ppm) | Appareil    | Conditions de déformation |             | Orientation du cristal   | Systèmes de glissement étudiés                      | f <sub>o2</sub> (atm)                  | log(A) (s <sup>-1</sup> .MPa <sup>n</sup> )  | n                                    | E* (kJ.mol <sup>-1</sup> )                 | V* (cm <sup>3</sup> .mol <sup>-1</sup> )         | Remarques  |
|---------------------------|--------------------|---------------------------|-------------|---------------------------|-------------|--|---|--|--|--------------------------------------|--|--|--|
|                           |                    |                           |             | P (GPa)                   | T (°C)      |  |   |  |  |                                      |  |  |  |
| Kohlstedt & Goetze [1974] | Fo92               | dry                       | Fluage 1atm | 1 atm                     | 1430 - 1650 | -  | -   | 10 <sup>-10</sup> - 10 <sup>-8</sup> * | -  | 527 (8)                              | -  | * Effet de la f <sub>o2</sub> non pris en compte |  |
| Durham & Goetze [1977a]   | Fo92               | dry                       | Fluage 1atm | 1 atm                     | 1150 - 1600 | [110] <sub>c</sub><br>[101] <sub>c</sub><br>[011] <sub>c</sub> | [100](010)<br>[001](100) + [100](001)<br>[001](010) | non constante *                        | 4.92<br>4.45<br>3.8                          | 3.6 (0.3)<br>3.7 (0.2)<br>3.5 (0.3)  | 523  | -  | * Mélange gazeux H <sub>2</sub> /CO <sub>2</sub> fixé                                    |
| Durham & Goetze [1977b]   | Fo100              | dry                       | Fluage 1atm | 1 atm                     | 1460 - 1650 | [101] <sub>c</sub>   | [100](001)<br>[001](100)                            | -                                      | 5.85   | 3.5 (0.5)                            | 565 (63)                                   | -  | -  |
| Darot & Gueguen [1981]    | Fo100              | -                         | Fluage 1atm | 1 atm                     | 1400 - 1650 | [110] <sub>c</sub><br>[101] <sub>c</sub><br>[011] <sub>c</sub> | [100](010)<br>[001](100) + [100](001)<br>[001](010) | -                                      | 6.02<br>6.30<br>7.04                         | 2.6 (0.2)<br>3.6 (0.4)<br>2.7 (0.3)  | 460 (59)<br>574 (63)<br>599 (54)           | -  | -  |
| Bai et al. [1991]         | Fo91               | -                         | Fluage 1atm | 1 atm                     | 1200 - 1500 | [110] <sub>c</sub><br>[101] <sub>c</sub><br>[011] <sub>c</sub> | [100](010)<br>[001](100) + [100](001)<br>[001](010) | 10 <sup>-12</sup> - 10 <sup>-3</sup>   | voir papier                                  | 3.6 (0.3)                            | voir papier                                | -  | -  |
| Raterron et al. [2011]    | Fo100              | dry                       | D-DIA       | 6 - 10                    | 1400        | [110] <sub>c</sub><br>[011] <sub>c</sub>                       | [100](010)<br>[001](010)                            | -                                      | 6.2*<br>7.0*                                 | 2.6*<br>2.7*                         | 460*<br>598*                               | 15 (3)<br>0 (1.2)                                | * d'après Darot & Gueguen [1981]   |
| Raterron et al. [2012]    | Fo100<br>Fo89      | dry                       | D-DIA       | 6 - 10                    | 1200 - 1400 | [101] <sub>c</sub>   | [100](001)<br>[001](100)                            | 10 <sup>-12</sup> - 10 <sup>-6</sup>   | 6.3 <sup>a</sup><br>-0.2 & 11.7 <sup>b</sup> | 3.6 <sup>a</sup><br>3.5 <sup>b</sup> | 573 <sup>a</sup><br>250 & 690 <sup>b</sup> | 9.1 (1.6)*<br>10.7 (5)**                         | a : d'après Darot & Gueguen [1981]<br>b : d'après Bai et al. [1991]<br>* Fo100 ; ** Fo89 |

| Etude                   | Matériau de départ                         | di (µm) | f <sub>h2o</sub> (wt ppm) | Appareil | Conditions de déformation |             | Mécanismes                          | Systèmes de glissement   | log(A) (s <sup>-1</sup> .MPa <sup>n</sup> ) | n         | m           | E* (kJ.mol <sup>-1</sup> ) | V* (cm <sup>3</sup> .mol <sup>-1</sup> ) |
|-------------------------|--|---------|---------------------------|----------|---------------------------|-------------|-------------------------------------|--|---|-----------|-------------|----------------------------|--|
|                         |  |         |                           |          | P (GPa)                   | T (°C)      |                                     |  |   |           |             |                            |  |
| Bystricky et al. [2000] | Poudre d'olivine de San Carlos             | 20      | dry                       | Paterson | 0.3                       | 1200        | Fluage dislocation                  | [100](0k) dont (010)   | -   | -         | -           | -                          | -  |
| Karato & Jung [2003]    | Poudre d'olivine de San Carlos             | -       | dry<br>wet                | Griggs   | 1 - 2                     | 1200 - 1300 | Fluage dislocation                  | -  | 6.1 (0.2)<br>2.9 (0.1)                      | 3 (0.1)   | -           | 510 (30)<br>470 (40)       | 14 (2)<br>24 (3)                         |
| Couvy et al. [2004]     | poudre de Mg <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub> | 10 - 15 | wet                       | D-DIA    | 11                        | 1400 - 1500 | Fluage dislocation                  | [001](100) et [001](010)   | -   | -         | -           | -                          | -  |
| Jung et al. [2006]      | Poudre d'olivine de San Carlos             | 20      | dry<br>wet                | Griggs   | 0.5 - 2.1                 | 1200 - 1300 | Fluage dislocation                  | (010)[100] type A<br>(010)[001] type B<br>(100)[001] type C<br>(001)[100] type E | -   | -         | -           | -                          | -  |
| Kawazoe et al. [2009]   | Poudre d'olivine de San Carlos             | 2 - 3   | dry                       | RDA      | 5 - 10                    | 1030 - 1600 | Fluage dislocation et plasticité BT | -  | 5.04  | 3.5       | -           | 530                        | 15 - 20                                  |
| Hansen et al. [2012]    | Mélange d'oxydes et d'olivine de SC (Fo50) | 40      | -                         | Paterson | 0.3                       | 1200        | Glissement des joints de grain      | [100](010)   | -11.2 (0.2)                                 | 4.1 (0.1) | 0.73 (0.06) | -                          | -  |
| Demouchy et al. [2012]  | Poudre d'olivine de San Carlos             | 7 - 15  | wet                       | Paterson | 0.3                       | 1200        | Fluage dislocation                  | [100](0k) dont (010)<br>[001](010)   | -   | -         | -           | -                          | -  |
| Ohuchi et al. [2015]    | Poudre d'olivine de San Carlos             | 15      | dry<br>wet                | D-DIA    | 1.3 - 3.8                 | 950 - 1300  | Fluage dislocation                  | [100](010) (type A)<br>[001](010) (type B)                                       | -   | -         | -           | -                          | -  |

**Table 1.2** – Résumé des résultats publiés des expériences de déformation menées sur des monocristaux d'olivine (en haut) et sur des agrégats pour des déformations finies importantes (en bas).

Ainsi, une augmentation de la fugacité en oxygène diminue la résistance de l'olivine. Cet effet, longtemps négligé dans les travaux sur polycristaux, a été étudié en presse Paterson par Keefner *et al.* (2011) sur une dunite, entre 1150 et 1280°C. L'énergie d'activation de  $449 \text{ kJ.mol}^{-1}$  est légèrement plus faible que celle déterminée par d'autres études (Carter et Avé Lallemant, 1970; Chopra et Paterson, 1984; Karato *et al.*, 1986) car obtenue à  $f_{\text{O}_2}$  constante et non à tampon constant (comme par exemple les tampons Ni-NiO ou Fe-FeO).

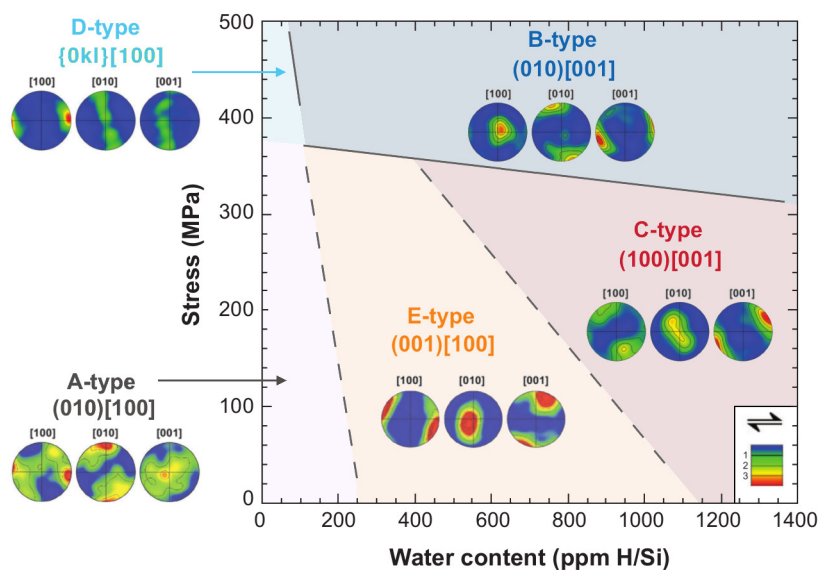
L'influence de l'activité des oxydes est aussi étudiée (Bai *et al.*, 1991) en contrôlant l'activité de  $\text{SiO}_2$  par ajout d'OPx ou l'activité de FeO et MgO, en présence de magnésioiwüstite.

A partir des années 2000, le développement des presses D-DIA (Wang *et al.*, 2003) et RDA (Yamazaki et Karato, 2001), offre la possibilité de déformer des matériaux à des pressions allant jusqu'à 20 GPa soit environ 600 km de profondeur, permettant d'atteindre les conditions de la zone de transition du manteau terrestre. Ces presses ont ainsi permis d'étudier les polymorphes de haute pression de l'olivine, la wadsleyite (Nishihara *et al.*, 2008) ou la ringwoodite (Wenk *et al.*, 2005; Kawazoe *et al.*, 2010), ou l'effet de la pression sur les mécanismes de déformation de l'olivine (Li *et al.*, 2006; Durham *et al.*, 2008; Hilairet *et al.*, 2012; Bollinger *et al.*, 2014; Nishihara *et al.*, 2014). Malgré la gamme de pression plus étendue des expériences citées ci-dessus par rapport aux travaux antérieurs, le volume d'activation reste encore mal contraint, avec des valeurs estimées comprises entre 0 et  $12.8 \text{ cm}^3.\text{mol}^{-1}$ .

L'activité des différents systèmes de glissement en fonction de la pression a été estimée par des études sur des monocristaux pour les systèmes [100](010), [001](010) (Raterron *et al.*, 2011) et le duplex [100](001) et [001](100) (Raterron *et al.*, 2012). Avec des volumes d'activation différents pour chaque système de glissement, les expériences prédisent un changement de système de glissement de [100] vers [001] dans le plan (010) autour de 200 km de profondeur, en relation avec la baisse d'anisotropie sismique observée à cette profondeur. Ce changement est aussi constaté par des études sur polycristaux comme celle de Hilairet *et al.* (2012).

Les études évoquées jusqu'à maintenant sont toutes des expériences de déformation par compression uniaxiale. L'expérience est alors limitée à des déformations finies relativement faibles (autour de 30 %). Cependant, les roches mantellaires subissent des déformations finies beaucoup plus élevées. Afin d'observer l'évolution de la texture pour des déformations importantes, des expériences de déformation en torsion ont été réalisées dans les presses Paterson et RDA (Bystricky *et al.*, 2000; Kawazoe *et al.*, 2009; Hansen *et al.*, 2012). En modifiant les assemblages utilisés sur les presses Griggs et D-DIA, des expériences de déformation en cisaillement simple peuvent également être réalisées (Karato et Jung, 2003; Couvy *et al.*, 2004; Ohuchi *et al.*, 2015b). Les différentes orientations préférentielles de réseau permettent de déterminer les systèmes de glissement actifs en fonction des conditions de pression et

température ou encore de la teneur en eau. Les études de *Katayama et al. (2004)*; *Jung et al. (2006)*; *Karato et al. (2008)* définissent 5 types de textures. Une représentation des systèmes dominants en fonction de la teneur en eau et des contraintes appliquées est proposée par *Karato et al. (2008)* (Fig. 1.12). En plus des systèmes principaux étudiés sur les monocristaux, un ensemble de systèmes de glissement est observé pour des contraintes élevées et une teneur en eau faible dans la direction [100] et dans différents plans {0kl} (*Bystricky et al., 2000*).



**Figure 1.12** – Orientations préférentielles de réseau observées dans l'olivine à haute température (1200 - 1300°C) en fonction de la teneur en eau et des contraintes appliquées. Le sens de cisaillement est horizontal. L'échelle de couleurs représente le MUD ou "multiple of uniform distribution" qui correspond à un écart local de densité de points mesurés dans une direction avec celle d'une distribution théorique de grains aléatoirement orientés (d'après *Karato et al. (2008)*).

Les résultats des principales études menées sur l'olivine sont reportés dans les tables 1.1 et 1.2.

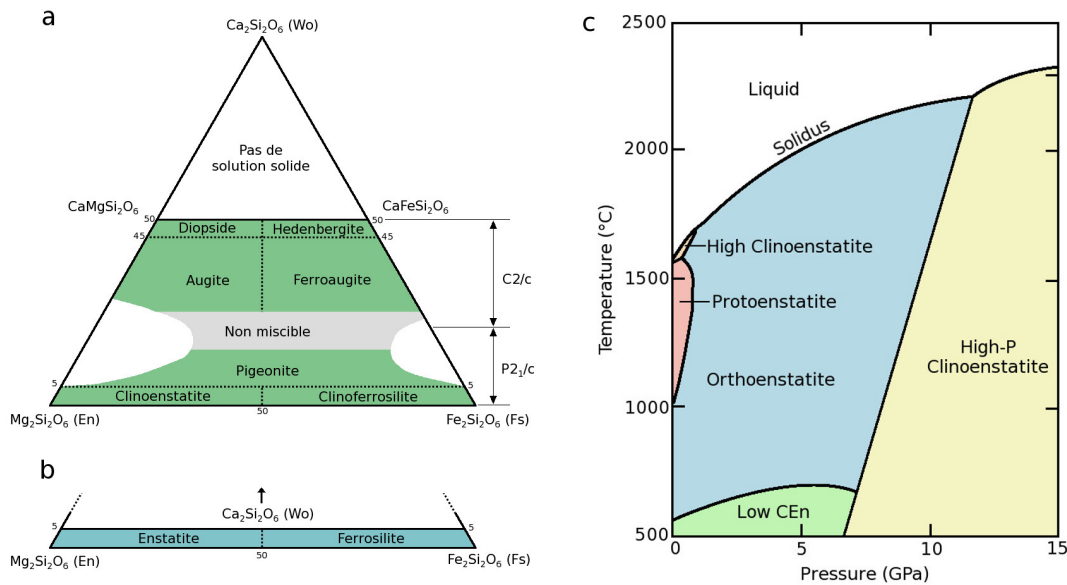
## 1.4 Orthopyroxène

### 1.4.1 Cristallographie de l'orthopyroxène

Les pyroxènes sont des inosilicates à chaîne simple, *i.e.* formés par des chaînes de tétraèdres de  $\text{SiO}_4$  alignés selon l'axe  $\vec{c}$  du cristal. On distingue deux types de pyroxènes en fonction du système dans lequel ils cristallisent : les orthopyroxènes dans le système ortho-

rhombique (Pbca ou Pbcn) et les clinopyroxènes dans le système monoclinique (C2/c, P2<sub>1</sub>/c ou P2/n). La formule générale des pyroxènes est M<sub>2</sub>M<sub>1</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>6</sub> où M<sub>1</sub> et M<sub>2</sub> sont des sites cationiques en coordination octaédrique et peuvent être occupés par les ions : Al<sup>3+</sup>, Fe<sup>3+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, Fe<sup>2+</sup>, Mn<sup>2+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Na<sup>+</sup>, *etc.*

La classification des pyroxènes est basée sur le remplissage des sites M<sub>1</sub> et M<sub>2</sub>. On distingue principalement les pyroxènes ferromagnésiens ou quadrilatéraux, les pyroxènes calcosodiques et sodiques (Morimoto, 1989).



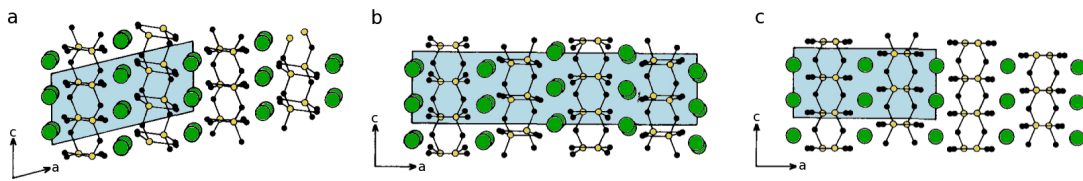
**Figure 1.13** – Domaine de composition : **a** pour les clinopyroxènes quadrilatéraux (en vert) ; **b**. pour les orthopyroxènes quadrilatéraux (en bleu). En = Enstatite, Fs = Ferrosilite et Wo = Wollastonite (d’après Morimoto (1989)) ; **c**. Diagramme de phase en fonction de la pression et de la température pour le système MgO-SiO<sub>2</sub> montrant le polymorphisme de l’orthopyroxène (d’après Gasparik (1990)).

Les clinopyroxènes ferro-magnésiens forment des solutions solides incomplètes entre le pôle Mg (clinoenstatite), Fe (clinoferrosilite) et Ca (wollastonite). La forme quadrilatérale du domaine de composition (Fig. 1.13a, en vert) donne son nom à ce type de pyroxène.

Les orthopyroxènes ferro-magnésiens possèdent une gamme de compositions beaucoup plus restreinte, avec moins de 5 % de Ca dans la formule structurale. Ils forment une solution solide complète entre le pôle Mg (orthoénstatite) et Fe (orthoferrosilite) (Fig. 1.13b, en bleu).

Le pôle magnésien MgSiO<sub>3</sub> est un pyroxène possédant de nombreux polymorphes (Fig. 1.13c) : monocliniques à pression et température ambiantes (low-clinoenstatite) et à haute pression (high-P clinoenstatite) ou orthorhombique : orthoenstatite pour des pressions et des températures modérées et protoenstatite à haute température. Les changements de phase entre l’orthoénstatite, la protoenstatite et le low-clinoenstatite sont des transformations

martensitiques *i.e.* instantanées et qui peuvent être favorisées par une contrainte déviatorique (Lee et Heuer, 1987; Raleigh *et al.*, 1971). Ces transformations, qui résultent de translations le long de l'axe  $\vec{c}$  du minéral, induisent des changements de volume (Fig. 1.14). Ce polymorphisme est aussi observé pour des pyroxènes avec la composition étudiée dans cette étude :  $(\text{Mg}_{0.9}\text{Fe}_{0.1})\text{SiO}_3$ . Pour la suite, le terme pyroxène fera référence à un pyroxène possédant cette composition chimique. Les paramètres de maille et les propriétés élastiques de l'orthopyroxène sont donnés en annexe B.



**Figure 1.14** – Projection selon l'axe  $\vec{b}$  de la structure des polymorphes de basse pression de l'enstatite : a. low-clinoenstatite ( $P2_1/c$ ) ; b. orthoenstatite ( $Pbca$ ) ; c. protoenstatite ( $Pbcn$ ). Les oxygènes sont représentés en noir, les cations Mg et Fe sont en vert, Si en jaune et les mailles de chaque phase sont en bleu (d'après Zussman (1968)).

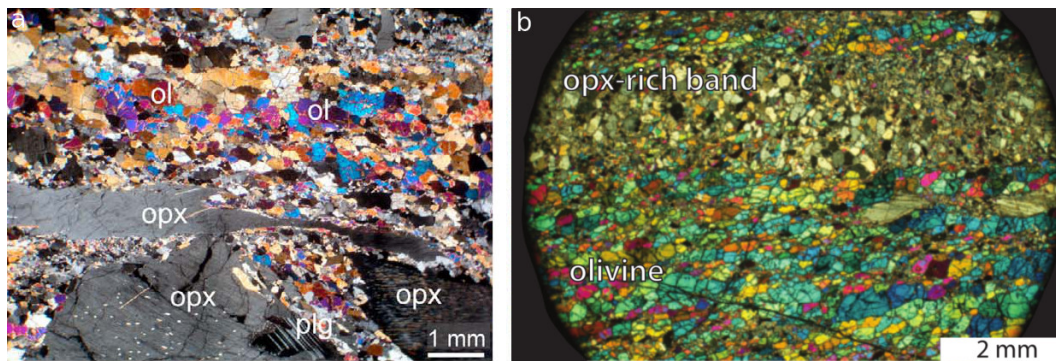
#### 1.4.2 Etudes rhéologiques sur l'orthopyroxène

Malgré l'abondance de l'orthopyroxène dans le manteau supérieur terrestre (Fig. 1.2), sa rhéologie reste encore très mal contrainte. En plus de son important polymorphisme qui complique son étude, ce minéral est souvent considéré comme une phase rigide, ne participant pas à la déformation du manteau. Cependant certaines études de roches mantellaires déformées naturellement suggèrent quant à elles que le pyroxène se déforme intensément (Fig. 1.15a) et peut conduire à une localisation de la déformation (Fig. 1.15b).

Les premiers travaux menés sur des monocristaux remontent aux années 60 avec l'étude en cisaillement de monocristaux naturels (Bamble, Norvège) et d'agrégats synthétiques déformés à 5 GPa et 1000°C (Riecker et Rooney, 1967). Les microstructures après déformation suggèrent un mécanisme de fluage dislocation, avec l'activation du système de glissement sur le plan (100) et selon la direction [001] à ces conditions expérimentales. Par ailleurs, une étude pilote en torsion à haute température et pression ambiante a été réalisée sur des monocristaux d'enstatite de Bamble (Schloessin et Ranalli, 1988).

Mackwell (1991) a déformé entre 1400 et 1500°C et à pression ambiante, dans un appareil de fluage, des cristaux orientés d'enstatite contenant entre 0.5 et 7.6 % en poids de FeO. A ces conditions, pour lesquelles la phase stable est la protoenstatite, le système de glissement





**Figure 1.15** – Images optiques : **a.** d'une proto-mylonite du massif Lanzo (Italie) montrant l'élongation d'un orthopyroxène (d'après [Kaczmarek et Tommasi \(2011\)](#)); **b.** d'une péridotite déformée (péridotite de Joséphine, Oregon, USA) contenant une bande riche en orthopyroxène. Ces régions, constituées de grains fins, induisent un changement de mécanisme de déformation, de fluage dislocation en fluage diffusion et provoquent une baisse locale de résistance de la roche et une localisation de la déformation (d'après [Skemer et al. \(2010\)](#)).

favorable observé est le système [001](100). L'exposant de contrainte  $n$ , estimé à 3.8, est cohérent avec une déformation par fluage dislocation, avec une énergie d'activation de 820  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ . Contrairement à l'olivine, la fugacité en oxygène ne semble pas influencer sur la rhéologie du pyroxène. Ainsi, pour des conditions réductrices, l'olivine peut devenir plus dure que le pyroxène.

A plus haute pression, [Ohuchi et al. \(2010\)](#) s'est intéressé à l'activité des systèmes de glissement [001](100) et [001](010) en orientant des cristaux d'enstatite (Kilosa, Tanzanie) et en les déformant en cisaillement dans une presse Griggs à 1.3 GPa et entre 700 et 1100°C (dans le champ de stabilité de l'orthoénstatite). L'exposant de contrainte et l'énergie d'activation pour le système de glissement [001](100) sont de 3 et 459  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  respectivement (4.2 et 114  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  pour le système [001](010)). Les résultats suggèrent que les cristaux d'orthopyroxène ont une résistance beaucoup plus faible que celle de l'olivine. Ainsi, une fraction importante de pyroxène pourrait induire une baisse de la résistance des roches mantelliques.

Les premières études sur des agrégats ont été menées sur des pyroxénites naturelles déformées dans une presse Griggs en conditions anhydres ([Raleigh et al., 1971](#)) et hydratées ([Ross et Nielsen, 1978](#)). La déformation par fluage dislocation (en compétition avec la transformation martensitique de l'OPx en CPx, favorisée par la présence de contraintes) fait intervenir principalement le système [001](100) et, pour des déformations finies importantes ( $\epsilon > 40\%$ ) le système [001](010). Les données mécaniques entre les deux études donnent des résultats similaires, avec  $n = 2.4$  et une énergie d'activation de 270  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  pour [Raleigh et al. \(1971\)](#) contre 2.8 et 290  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  pour [Ross et Nielsen \(1978\)](#). Cela implique un effet de l'eau négligeable ou que la teneur en eau des agrégats de l'étude de [Raleigh et al. \(1971\)](#) a été sous-estimée.

## 1.4 Orthopyroxène

| Etude                            | Echantillon  | X <sub>wg</sub> | Matériau de départ                       | di (µm) | df (µm) | f <sub>sc</sub> (wt ppm) | Appareil            | Expérience                            | Conditions de déformation |             | Mécanismes  | Systèmes de glissement   | n                   | m   | E* (kJ.mol <sup>-1</sup> ) |
|----------------------------------|--|-----------------|--|---------|---------|--------------------------|---------------------|---------------------------------------|---------------------------|-------------|---|--|---------------------|-----|----------------------------|
|                                  |  |                 |  |         |         |                          |                     |                                       | P (GPa)                   | T (°C)      |   |  |                     |     |                            |
| Recker & Rooney [1967]           | OPx (monocristal)  | 0.9 - 1         | Monocristaux (Bamble) Mélange d'oxydes   | -       | -       | -                        | Presse en torsion   | Cisaillement                          | 5                         | 1000        | Fluage dislocation  | [001](100)   | -                   | -   | -                          |
| Raleigh et al. [1971]            | OPx (polycristallin)   | -               | Orthopyroxénite naturelle                | > 100   | > 100   | dry                      | Griggs              | Relaxation                            | 1 - 2                     | 1100        | Fluage dislocation  | -  | 2.4                 | -   | 290                        |
| Ross et Nielsen [1978]           | OPx (polycristallin)   | 0.9             | Erstatite naturelle                      | 1000    | 1000    | wet                      | Griggs              | Def uniaxiale σ constant & relaxation | 1                         | 800 - 1300  | Fluage dislocation  | [001](100) dominant [001](010) pour ε > 40%                                    | 2.8                 | -   | 270                        |
| Deighan et al. [1981, 1982]      | OI + OPx (polycristallin)  | 0.9             | Monocristaux (Bamble) broyés             | -       | -       | -                        | Machine de fluage   | Déformation uniaxiale                 | 1 atm                     | -           | -   | -  | 2.9 - 3.6           | -   | -                          |
| Scobessin & Ranalli [1988]       | OPx (monocristal)  | 0.85            | Monocristaux (Bamble)                    | -       | -       | -                        | Appareil de torsion | Torsion                               | 1 atm                     | 1050        | Fluage dislocation  | [001](100)   | -                   | -   | -                          |
| Hitchings et al. [1988]          | OI + OPx (polycristallin)  | 0.9             | Lherzolitite broyée                      | 10 - 40 | 10 - 40 | -                        | Paterson            | Déformation uniaxiale                 | 0.3                       | 1227        | -   | -  | 3                   | -   | -                          |
| Mackwell [1991]                  | OPx (monocristal)  | 0.9 - 1         | Monocristal                              | -       | -       | -                        | Machine de fluage   | Déformation uniaxiale                 | 1 atm                     | 1400 - 1500 | Fluage dislocation  | [001](100)   | 3.8                 | -   | 820                        |
| McDonnell et al. [2000]          | OI + OPx (polycristallin)  | 1               | Méthode sol-gel                          | 1 - 2   | 1 - 2   | wet                      | Griggs              | Déformation uniaxiale                 | 0.6                       | 900 - 1000  | Glissement des joints de grain                                      | -  | 1.2 - 2.7           | 3   | 160 - 450                  |
| Ji et al. [2001]                 | OI + OPx (polycristallin)  | 1               | Mélange d'oxydes                         | 15 - 30 | 15 - 30 | -                        | Machine de fluage   | Déformation uniaxiale                 | 1 atm                     | 1150 - 1320 | Fluage dislocation  | -  | 2                   | -   | 584                        |
| Sundberg & Cooper [2008]         | OI + OPx (polycristallin)  | 0.9             | Monocristaux broyés                      | 5 - 7   | 3 - 7   | -                        | Griggs Paterson     | Cisaillement Def uniaxiale            | 1.6 0.3                   | 1150 - 1250 | Fluage diffusion limité par des réactions interphases               | -  | 1 (OI)<br>2 (OI+Px) | 1   | -                          |
| Ohuchi et al. [2011]             | OPx (monocristal)  | 0.9             | Monocristaux (Kilosa)                    | -       | -       | dry (50 - 900)           | Griggs              | Cisaillement                          | 1.3                       | 700 - 1100  | Fluage dislocation Plasticité BT limité par la résistance du réseau | A : [001](100)<br>B : [001](010)   | A : 3<br>B : 4.2    | -   | A : 459<br>B : 114         |
| Tasaka et al. [2013]             | OI + OPx (polycristallin)  | 1               | Mélange d'oxydes puis frittage sous vide | 1       | 1       | -                        | Machine de fluage   | Déformation uniaxiale                 | 1 atm                     | 1260 - 1360 | GBS accommodé par fluage dislocation ou fluage diffusion            | -  | 1.3                 | 2.3 | 420                        |
| Manthilake et al. [2013]         | OPx (polycristallin) + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + H <sub>2</sub> O | 1               | Mélange d'oxydes                         | 5 - 10  | 3 - 6   | dry & wet (0 - 4000)     | D-DIA               | Cisaillement                          | 1.5                       | 1100        | Fluage dislocation  | [001](100) pr En<br>[001](010) pour Al-En<br>Variation avec [H <sub>2</sub> O] | -                   | -   | -                          |
| Bystricky et al., <i>in prep</i> | OPx (polycristallin)   | 0.9             | Mélange SC OI + OPx                      | 3 - 10  | 3 - 10  | dry                      | Paterson            | Déformation uniaxiale                 | 0.45                      | 1200 - 1300 | Fluage dislocation  | [001](100)   | 3                   | -   | 600                        |

**Table 1.3** – Résumé des expériences de déformation menées sur des échantillons d'orthopyroxène dans la littérature.



Dehghan *et al.* (1981, 1982) a étudié l'effet de la fugacité en oxygène sur la déformation, à pression ambiante, de monocristaux de Bamble broyés. Ces résultats préliminaires indiquent un exposant de contrainte compris entre 2.9 (pour des conditions oxydantes) et 3.4 (en milieu réducteur).

Une étude en presse Paterson a été menée entre 1200 et 1300°C et pour une pression de 300 MPa (dans le champ de stabilité de la protoenstatite) et 450 MPa (champ de stabilité de l'orthoénstatite) (Lawlis, 1998). Les microstructures obtenues sur les échantillons déformés à 450 MPa et les données mécaniques ( $n = 3$ ) indiquent une déformation par fluage dislocation avec activation du système [001](100). Les résultats sont reportés dans l'étude de Bystricky *et al.* (*in prep*).

Manthilake *et al.* (2012) observe un changement de système de glissement du pyroxène en présence d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  : [001](010) au lieu du système classiquement observé, [001](100). Les expériences ont été menées en cisaillement dans une presse de type D-DIA à 1.5 GPa et à 1100°C.

### 1.4.3 Influence de la proportion de pyroxène sur la rhéologie de l'olivine

L'effet d'une seconde phase a été étudié par les études listées ci-dessous, pour des échantillons d'olivine contenant une fraction variable de pyroxène.

Hitchings *et al.* (1989) a déformé des agrégats d'olivine et pyroxène, provenant d'une lherzolite broyée, dans une presse Paterson à 300 MPa et 1227°C pour différentes conditions d'oxydoréduction. Pour les expériences menées au niveau du tampon IW (Fe-FeO), les échantillons biphasés ont une résistance plus faible que les pôles purs d'olivine (dunites) ou de pyroxène (pyroxénites). La pyroxénite est quant à elle légèrement plus dure que la dunité. Dans tous les cas, des conditions oxydantes ont pour effet une diminution nette de la résistance.

Des agrégats biphasés d'olivine et pyroxène synthétisés par la méthode sol-gel et présentant des tailles de grain entre 1 et 2  $\mu\text{m}$  ont été déformés en conditions hydratées dans une presse Griggs (McDonnell *et al.*, 2000). A 600 MPa et pour des températures comprises entre 900 et 1000°C, la dépendance en taille de grain du mécanisme et les microstructures après déformation suggèrent une déformation par glissement des joints de grain. L'exposant de contrainte est compris entre 1.2 et 2.7 en fonction de la proportion de pyroxène et l'exposant de taille de grain  $m$  est égal à 3. L'énergie d'activation varie elle aussi avec la fraction de pyroxène, entre 160 et 450  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ .

Ji *et al.* (2001) s'est intéressé à l'influence de la fraction de pyroxène sur la déformation d'échantillons biphasés Ol+Px. Les résultats obtenus à pression ambiante et haute température (entre 1150 et 1320°C) ne montrent pas de dépendance en  $f_{O_2}$ . Les échantillons de pyroxène ont une résistance faible avec un exposant de contrainte de 2 et une énergie d'activation de 584 kJ.mol<sup>-1</sup>.

L'étude de Sundberg et Cooper (2008) sur des agrégats biphasés Ol+Px obtenus par broyage de monocristaux, et déformés en cisaillement dans une presse Griggs (à 1.6 GPa) et en compression uniaxiale dans une presse Paterson (300 MPa) suggère une déformation par fluage diffusion accompagnée du développement d'une orientation préférentielle de réseau. Dans le modèle proposé, la diffusion est limitée par les réactions entre les deux phases. De plus, une baisse de la résistance est constatée si la proportion de pyroxène augmente.

Tasaka *et al.* (2013b) a étudié la déformation à pression ambiante d'échantillons biphasés (forstérite + enstatite) frittés sous vide et déformés entre 1260 et 1360°C. Le mécanisme impliqué pendant la déformation de ces échantillons dont la taille de grain initiale est d'environ 1 µm, est le glissement aux joints de grain avec un  $n$  de 1.3 et un exposant de taille de grain de 2.3. La variation de résistance entre les systèmes monophasés (Fo ou En) et biphasés peut s'expliquer par une différence de taille de grain (inhibition de la croissance cristalline pendant la synthèse par épinglage ou "Zener pinning").

Les conditions expérimentales et les principaux résultats des études menées sur l'orthopyroxène et les systèmes biphasés d'olivine et pyroxène sont reportés dans la table 1.3.



# Chapitre 2

## Techniques

### Sommaire

---

|   |           |
|---|-----------|
| <b>2.1 Techniques expérimentales</b>                                  | <b>33</b> |
| 2.1.1 Fours basse pression  | 33        |
| 2.1.1.1 Four à mélange gazeux Ar/H <sub>2</sub> + Ar/H <sub>2</sub> O | 33        |
| 2.1.1.2 Four sous vide  | 34        |
| 2.1.1.3 Four à mélange gazeux CO/CO <sub>2</sub>                      | 35        |
| 2.1.2 Spark Plasma Sintering (SPS)                                    | 35        |
| 2.1.3 Presse de type D-DIA  | 38        |
| 2.1.3.1 Les différents appareils de déformation                       | 38        |
| 2.1.3.2 Description de la presse D-DIA et des expériences             | 39        |
| <b>2.2 Techniques analytiques</b>                                     | <b>42</b> |
| 2.2.1 Diffraction des rayons X  | 42        |
| 2.2.1.1 Principe de la diffraction                                    | 42        |
| 2.2.1.2 Diffraction en dispersion angulaire (ESRF)                    | 44        |
| 2.2.1.3 Diffraction en dispersion en énergie (NSLS)                   | 46        |
| 2.2.1.4 Calcul de la contrainte et de la pression                     | 46        |
| 2.2.2 Radiographie  | 50        |
| 2.2.3 Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)                  | 50        |

---



## 2.1 Techniques expérimentales

### 2.1.1 Fours basse pression

#### 2.1.1.1 Four à mélange gazeux Ar/H<sub>2</sub> + Ar/H<sub>2</sub>O

Un four horizontal a été utilisé pour les synthèses minérales (*cf.* section 3.2). Il est constitué de 4 résistances chauffantes en chromite de lanthane (LaCrO<sub>3</sub>) qui entourent un tube en alumine (Fig. 2.1). L'échantillon (poudre ou solide), placé dans une barquette en alumine, est inséré au centre du tube où le gradient thermique est minimal. Afin d'éviter toute contamination en alumine, l'échantillon est, au préalable, enveloppé dans une feuille de platine saturée en fer pour assurer que la teneur en fer de l'échantillon reste constante. Le tube d'alumine est ensuite fermé de façon étanche par des bouchons. Un mélange gazeux composé d'argon et de dihydrogène bullant dans l'eau permet de se placer dans des conditions d'oxydoréduction pour lesquelles l'olivine et l'orthopyroxène, avec un  $X_{Mg}$  de 0.9, sont stables (Fig. 2.2).

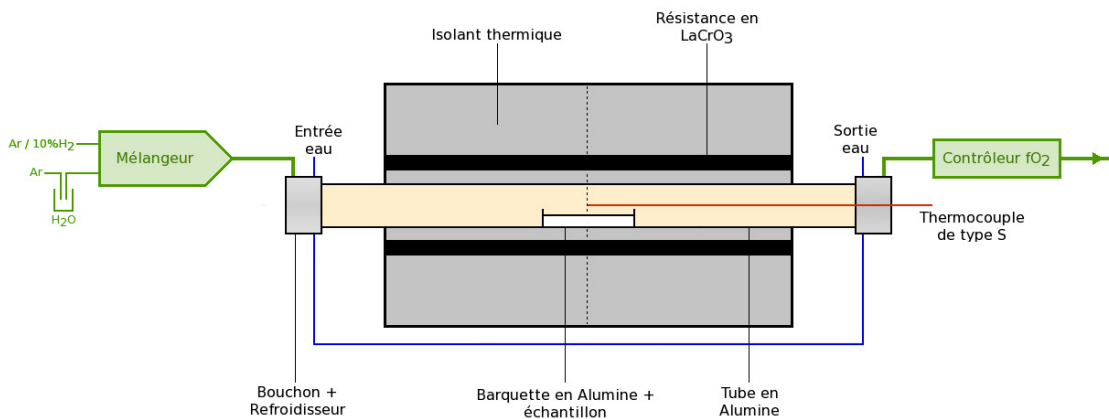
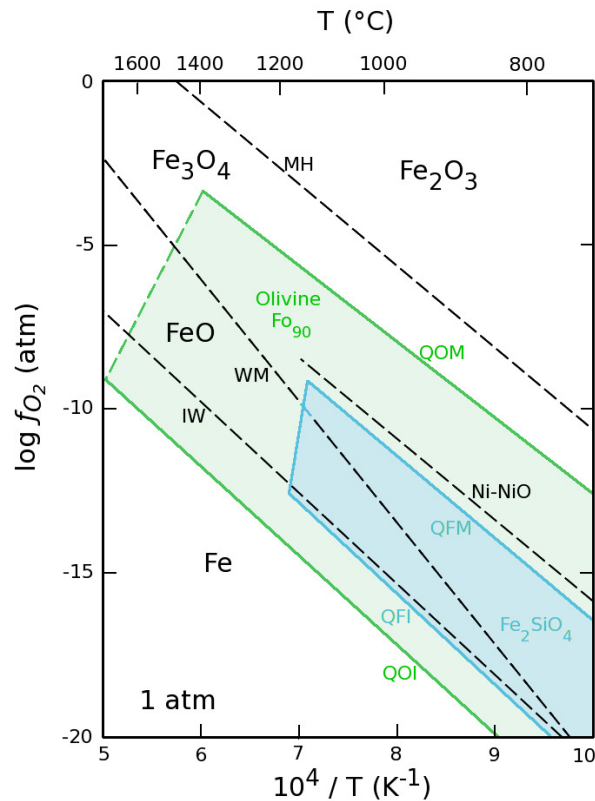


Figure 2.1 – Schéma du four horizontal Ar/H<sub>2</sub> + Ar/H<sub>2</sub>O.

La fugacité en oxygène est mesurée en sortie du four par une sonde en zircon à une température fixe de 650°C. La figure A.1 (en annexe) présente la fugacité en oxygène en fonction de la température et du rapport entre la pression partielle de H<sub>2</sub> et H<sub>2</sub>O. Cette abaque permet d'extrapoler la fugacité en oxygène à la température de l'expérience à partir de celle

lue à 650°C. La température de l'expérience est mesurée par un thermocouple de type S (Pt / Pt+10%Rh) positionné au-dessus de la barquette. Les synthèses ont été réalisées entre 900 et 1100°C et pour une pression partielle entre l'équilibre fer/wüstite IW et IW+2 (Annexe Table A.1).



**Figure 2.2** – Domaine de stabilité T- $f_{O_2}$  d'une fayalite  $Fe_2SiO_4$  (en bleu), d'une olivine de composition  $(Mg_{0.9}Fe_{0.1})_2SiO_4$  (en vert) et localisation des tampons solides : MH = Magnétite-Hématite ; WM = Wüstite-Magnétite, IW= Fer-Wüstite ; QFM = Quartz-Fayalite-Magnétite ; QFI = Quartz-Fayalite-Fer ; QOM = Quartz-Olivine-Magnétite ; QOI = Quartz-Olivine-Fer, d'après Nitsan (1974). L'orthopyroxène de composition  $(Mg_{0.9}Fe_{0.1})SiO_3$  coexiste avec l'olivine sur la quasi-totalité de son domaine de stabilité (si l'on ne considère pas la phase protoenstatite).

### 2.1.1.2 Four sous vide

Le même four horizontal a également été utilisé pour faire des expériences de frittage sous vide (*cf.* section 3.3). Dans ce cas, le tube en alumine est connecté à une pompe turbomoléculaire permettant d'atteindre des pressions de  $5 \times 10^{-9}$  mbar. Le *green body*, réalisé avec une presse à main, est entouré par de la poudre de NiO et d'une feuille de Ni afin d'obtenir les conditions de fugacité du tampon Ni-NiO. Le frittage sous vide a été réalisé à des

températures comprises entre 1100 et 1320°C (Annexe Table A.3).

### 2.1.1.3 Four à mélange gazeux CO/CO<sub>2</sub>

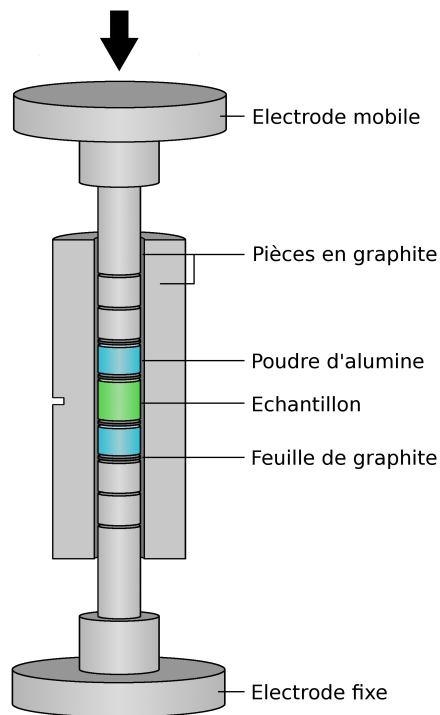
Un second four a été utilisé pour les synthèses et le frittage d'échantillons. Il s'agit d'un four vertical avec un tube central en alumine et 4 résistances en disiliciure (MoSi<sub>2</sub>). L'échantillon est placé dans un creuset en platine saturé en fer et suspendu à une canne en alumine contenant un thermocouple de type S. La fugacité en oxygène est contrôlée par un mélange gazeux de CO et CO<sub>2</sub>. La pression partielle des deux gaz est ajustée par des vannes de régulation. La figure de l'annexe A.2 indique la fugacité en oxygène en fonction de la température et de la composition du mélange gazeux. Les conditions expérimentales sont similaires à celles du four horizontal (Annexe Table A.1).

### 2.1.2 Spark Plasma Sintering (SPS)

Le Spark Plasma Sintering (SPS) ou frittage flash est une technique de frittage très utilisée en sciences des matériaux. Le principe est similaire au frittage à chaud traditionnel à la différence qu'ici l'échantillon est chauffé par effet Joule en faisant passer un courant pulsé dans la chemise conductrice contenant les échantillons. Les caractéristiques du courant et le fait que le courant passe directement par l'assemblage, permettent une montée en température très rapide. La densification des échantillons se fait en quelques minutes, limitant ainsi la croissance cristalline pendant le frittage. Le mécanisme de densification lors d'une expérience de frittage flash reste encore mal connu. Selon certains auteurs (*e.g.* Marder *et al.* (2014)), l'efficacité du SPS serait due à la génération d'un plasma qui traverserait l'échantillon. Celui-ci produirait des liaisons entre les grains qui favoriseraient la densification.

L'échantillon, sous forme de poudre, est situé au centre d'un assemblage en graphite composé de pistons, galets et d'une chemise (Fig. 2.3). Il est séparé des galets en graphite par de la poudre d'alumine afin de diminuer les gradients de pression et d'obtenir une microstructure plus homogène. L'ensemble est inséré dans une chambre sous vide (environ 10 Pa) purgée à l'argon ou à l'azote. La pression sur la poudre est exercée par le rapprochement de deux électrodes qui servent de pistons. La température est estimée à l'aide d'un thermocouple de type K (Chromel / Alumel) ou avec un pyromètre, dans une encoche située au centre de la matrice en graphite. A noter que la mesure par pyromètre surestime de 80°C la température mesurée avec le thermocouple, écart qui a été pris en compte pour



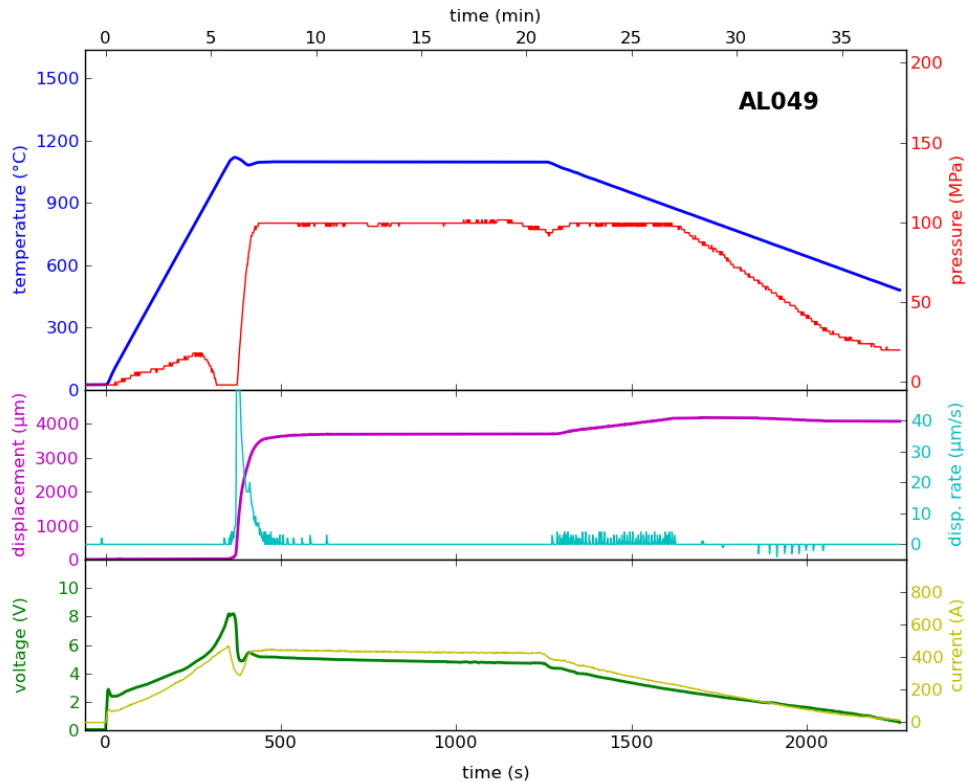


**Figure 2.3** – Vue en coupe de l'assemblage de frittage flash (l'échantillon mesure 8 mm de diamètre). La colonne centrale est enrobée par une feuille de graphite. De haut en bas, le montage se compose de : une électrode, un piston, deux galets, une feuille de graphite, de la poudre d'alumine, deux feuilles de graphite et enfin l'échantillon. La température est mesurée avec un thermocouple de type K ( $T < 1100^{\circ}\text{C}$ ) et à l'aide d'un pyromètre ( $T > 1100^{\circ}\text{C}$ ) dans une encoche située au centre de la matrice en graphite, au niveau de l'échantillon. Les électrodes ne sont pas représentées à l'échelle.

les expériences. Le chemin pression-température (PT) d'une expérience classique (Fig. 2.4) est composé d'une phase de montée à la température de frittage en quelques minutes puis de la montée en pression (environ une minute). Pression et température sont maintenues une quinzaine de minutes puis abaissées simultanément jusqu'aux conditions ambiantes en trente minutes.

Les expériences ont été réalisées à la plateforme nationale de frittage flash (PNF<sup>2</sup>, laboratoire CIRIMAT, Toulouse) à des températures comprises entre  $900^{\circ}\text{C}$  et  $1400^{\circ}\text{C}$ , des temps de paliers entre 15 minutes et deux heures et une pression exercée sur l'échantillon de 100 MPa. Pour certaines expériences, le frittage a été réalisé en deux étapes avec un premier palier à une température  $T_1$  suivie d'un second palier à la température  $T_2$ . La densité  $d$  de l'agrégat après frittage est estimée à l'aide d'une balance d'Archimède en mesurant la masse de l'échantillon dans l'air  $m_a$  et immergée dans de l'eau  $m_e$  selon la relation :

$$d = \frac{m_a - m_e}{m_a} \times 100 . \quad (2.1)$$



**Figure 2.4** – Evolution des paramètres au cours d'une expérience de frittage flash (AL049) : Pression (MPa), température (°C), déplacement de l'électrode mobile et sa dérivée ( $\mu\text{m}$  et  $\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$  respectivement) ainsi que tension (V) et intensité (A) du courant.

L'expérience AL049 (Fig. 2.4) a été réalisée à  $1000^{\circ}\text{C}$  et 100 MPa. Pendant la montée en température, après un temps d'expérience d'environ 5 minutes, on peut observer une chute de la pression correspondant à un retour à la consigne (0 MPa) suite à l'augmentation de la pression résultant de l'expansion thermique de l'assemblage. La hausse de pression qui suit correspond à la pressurisation de l'assemblage. L'augmentation de la vitesse de déplacement du piston traduit une densification de l'échantillon. Pendant le palier, aucun mouvement de l'électrode n'est visible, ainsi la densification se déroule majoritairement en début d'expérience.

Les microstructures obtenues après frittage sont présentées dans la section 3.3 et le résumé des expériences en annexe, dans la table A.2.

### 2.1.3 Presse de type D-DIA

#### 2.1.3.1 Les différents appareils de déformation

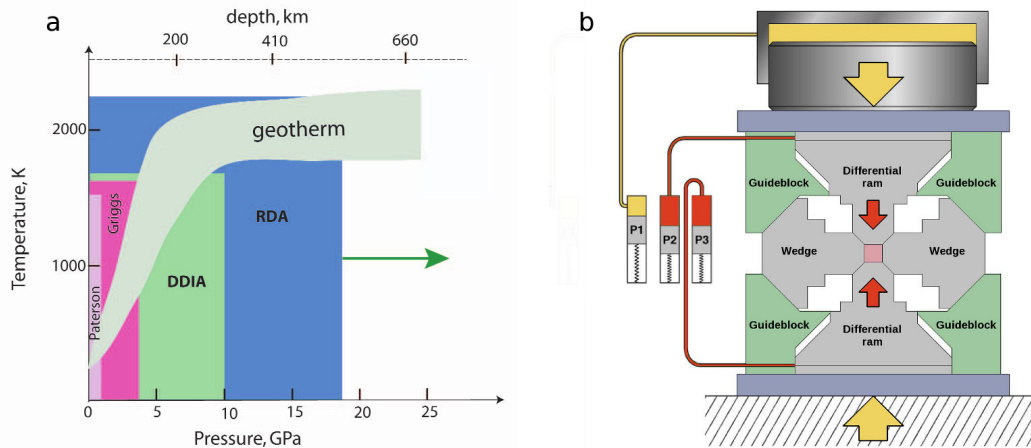
Les expériences de déformation à haute pression ont pour objectif l'étude des propriétés mécaniques des roches aux conditions régnant à l'intérieur des corps planétaires. L'enjeu de ces expériences est de pouvoir appliquer une contrainte différentielle aux échantillons tout en contrôlant les conditions de l'expérience : pression, température, fugacité en oxygène, teneur en eau, *etc.* Le dispositif expérimental doit aussi permettre d'estimer la contrainte appliquée ainsi que la déformation subie par l'échantillon. Les techniques employées ont considérablement évolué au cours du siècle dernier. Une des premières expériences menées a été la déformation de marbre sous confinement solide avec l'étude de [Adams et Nicolson \(1900\)](#). [Griggs \(1967\)](#) modifie un appareil existant, le piston-cylindre, initialement dédié aux expériences en conditions hydrostatiques. Cet appareil à confinement solide permet de déformer des échantillons cylindriques en compression jusqu'à des pressions de 5 GPa et des températures de 1200°C (Fig. 2.5a). Parallèlement, [Paterson \(1970\)](#) développe une presse à confinement gazeux avec un meilleur contrôle de la contrainte mais une pression maximale de 0.5 GPa.

Dans les années 2000, deux presses viennent augmenter considérablement la gamme de pression disponible pour la déformation, il s'agit de la "Rotational Drickamer Apparatus" ou RDA ([Yamazaki et Karato, 2001](#)) et de la "Deformation DIA" ou D-DIA ([Wang \*et al.\*, 2003](#); [Durham \*et al.\*, 2002](#)) (Fig. 2.5a). La pression maximale disponible avec ce type d'appareil est possible par la diminution de la surface de contact entre l'enclume et l'échantillon et donc de la taille de ce dernier. Il en résulte des problèmes de friction entre l'échantillon millimétrique et le reste de l'assemblage. Ce problème empêchant toute mesure externe de la contrainte, implique la nécessité d'un rayonnement synchrotron afin de l'estimer *in situ*.

La RDA est une modification de l'appareil de Drickamer développé par [Balchan et Drickamer \(1961\)](#). Il s'agit d'une presse composée de deux enclumes opposées, une fixe et l'autre en rotation. Cette rotation induit une déformation en cisaillement de l'échantillon et est opérable jusqu'à des pressions de 20 GPa. Les difficultés d'une telle géométrie sont les gradients de contrainte et de déformation existants, en fonction de la distance à l'axe de rotation.

La D-DIA est une presse multi-enclumes de type DIA constituée de six enclumes et deux systèmes hydrauliques indépendants : un circuit principal (P1, en jaune sur la figure 2.5b) permet la mise sous pression hydrostatique d'un assemblage cubique par avancée simultanée des six enclumes et un circuit secondaire (P2 et P3, en rouge) permet de contrôler l'avan-

cée des enclumes verticales appelées enclumes différentielles. Afin de tenter de maintenir une pression constante au niveau de l'échantillon, les enclumes latérales se rétractent pendant la déformation. Des expériences de déformation triaxiale ( $\sigma_1, \sigma_2 = \sigma_3$ ) peuvent alors être menées jusqu'à 10 GPa, voire au-delà.

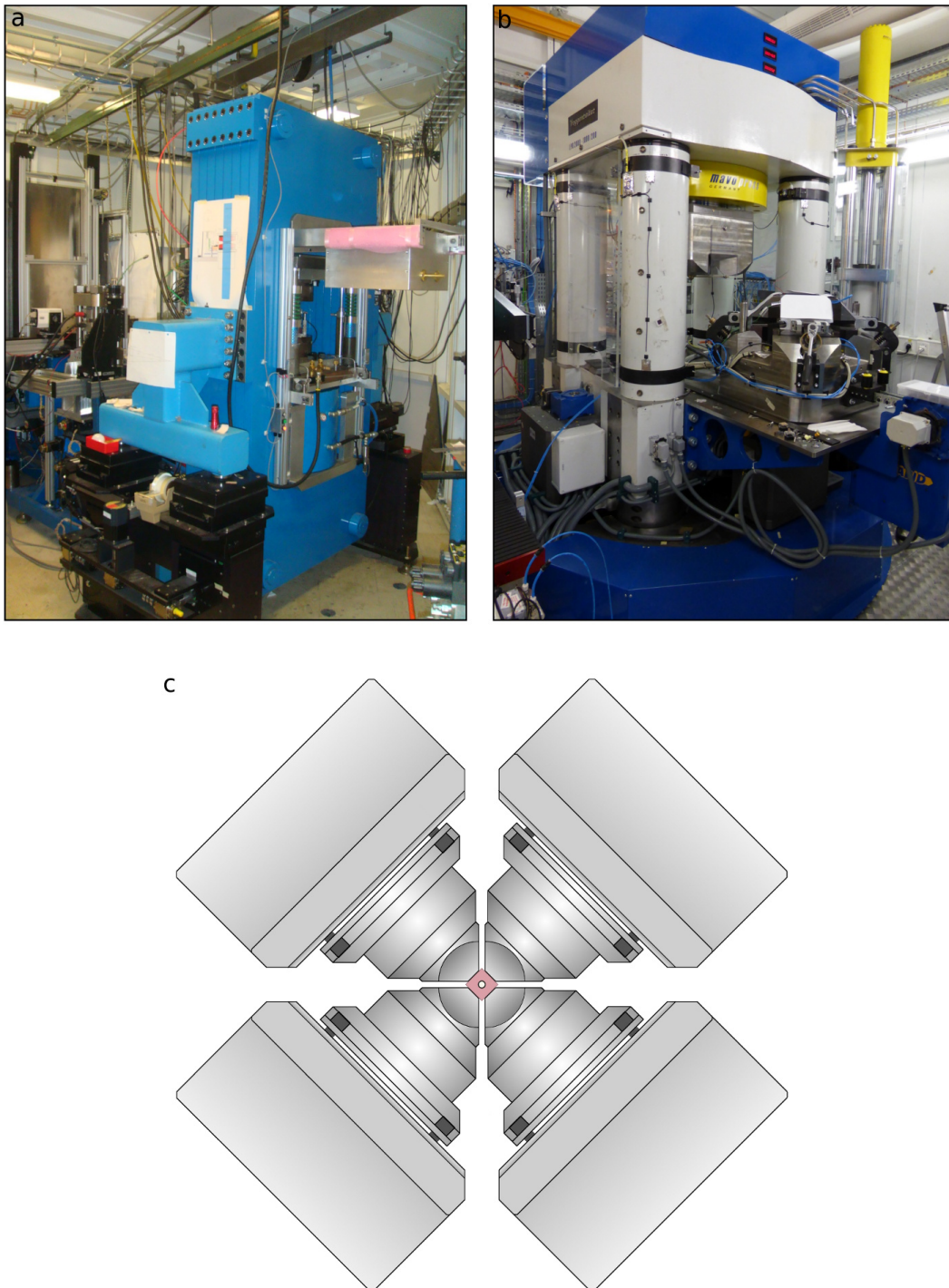


**Figure 2.5** – a. Gamme de pression et température des appareils de déformation (d'après Karato et Weidner (2008)). L'ensemble des géothermes terrestres possibles est localisé par l'enveloppe verte. ; b. Représentation schématique du circuit hydraulique de la presse de type D-DIA (d'après Wang *et al.* (2003)).

### 2.1.3.2 Description de la presse D-DIA et des expériences

Au cours de cette étude, deux presses de types D-DIA ont été utilisées, toutes deux installées sur une ligne de synchrotron : à NSLS (*cf.* chapitre 4) et à l'ESRF (*cf.* chapitres 5 et 6).

La ligne X17B2 du synchrotron NSLS (National Synchrotron Light Source, Brookhaven National Laboratory, New York) était équipée d'une presse D-DIA de poussée maximale uniaxiale de 1000 tonnes (Fig. 2.6a). Les enclumes utilisées sont toutes en carbure de tungstène sauf une enclume latérale en diamant fritté (liant en cobalt ou carbure de silicium SiC), transparente aux rayons X (*cf.* section 2.2). Ces enclumes ont une troncature de 4 mm et les assemblages sont des cubes de 6 mm de côté (Fig. 2.6c). Différents types d'assemblages ont été utilisés. Concernant la nature du milieu de confinement cubique, on peut citer l'époxy de bore, la mullite, la pyrophyllite recuite et les assemblages hybrides développés par Durham *et al.* (2008) constitués d'une sphère en mullite et d'assises en pyrophyllite. Chacun de ces assemblages possède des qualités et des défauts : l'époxy de bore est un bon transmetteur de pression mais contient beaucoup d'eau (Li *et al.*, 2003; Long *et al.*, 2011) qui peut changer les propriétés mécaniques, la mullite a l'avantage d'être un matériau très sec mais est assez fra-



**Figure 2.6** – Vue générale des presses D-DIA utilisées : **a.** ligne X17B2 du synchrotron NSLS ; **b.** ligne ID06 du synchrotron ESRF ; **c.** Vue de dessus des enclumes latérales et de l'assemblage cubique (en rose) dans le D-DIA de NSLS avant déformation (le cube mesure 6 mm de côté).

gile, ce qui peut engendrer de petites pertes de pression liées à la microfracturation pendant les expériences. Les assemblages en pyrophyllite recuite et les hybrides sont des transmetteurs de pression moins efficaces mais restent des assemblages relativement secs. Ces deux derniers sont donc les assemblages qui ont été les plus utilisés (Annexe Table A.4).

L'assemblage peut contenir deux échantillons (cylindres de 1.2 mm de diamètre et une hauteur similaire) encapsulés par des feuilles de fer ou de nickel (Fig. 2.7a). Ces feuilles sont des tampons solides qui permettent de contrôler la fugacité en oxygène autour de Fe/FeO ou Ni/NiO respectivement et des repères pour déterminer la longueur des échantillons par radiographie (*cf.* section 2.2). L'ensemble est placé dans une chemise en nitrure de bore. Des pistons en alumine poreuse viennent s'insérer de part et d'autre. La densification de l'alumine pendant la compression diminue ainsi les contraintes en début d'expérience. Un four tubulaire en graphite, de diamètre interne 2.1 mm et de 130  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, permet de chauffer l'assemblage par effet Joule en faisant passer par les enclumes verticales un courant électrique. Enfin, un thermocouple de type D (W+3%Re / W+25%Re) est inséré par une arête du cube perpendiculaire à la direction du faisceau et mesure la température au plus près des échantillons, dans le nitrure de bore.

Nos expériences de déformation à haute pression et haute température se composent tout d'abord d'une phase de pressurisation au tonnage souhaité et à température ambiante (à 800°C pour quelques expériences). La température est ensuite augmentée jusqu'à une valeur supérieure à la température de déformation et est maintenue pendant quelques heures afin de relaxer les contraintes accumulées pendant la pressurisation et faire croître les grains. Enfin, la phase de déformation débute en amenant la température à la valeur souhaitée et en démarrant l'avancée des vérins hydrauliques secondaires à une vitesse donnée. Pendant la phase de déformation, les paramètres expérimentaux comme la vitesse des vérins, la température (Annexe table A.4, expérience OLI45) ou la pression (Annexe table A.4, expérience OLI48) peuvent être modifiés. Une fois les échantillons déformés autour de 30 % de déformation finie, les moteurs des vérins différentiels sont stoppés et la température est abaissée très rapidement en quelques minutes afin de conserver la microstructure de fin d'expérience. Une fois à température ambiante, la dépressurisation et le retrait des enclumes différentielles sont effectués simultanément.

La ligne ID06 du synchrotron ESRF (European Synchrotron Radiation Facility, Grenoble) est équipée d'une presse D-DIA de poussée uniaxiale maximale de 2000 tonnes (Fig. 2.6b). Elle est composée de cinq enclumes en carbure de tungstène et une en diamant fritté. La tronçure des enclumes est de 6 mm pour un assemblage cubique de 10 mm de côté (Fig. 2.7b). Ce dernier est un cube en époxy de bore. Au centre de celui-ci, deux échantillons de

1 mm de diamètre et des pistons d'alumine dense positionnés de part et d'autre sont placés dans une chemise en nitrure de bore. De part et d'autre de la colonne, de l'alumine poreuse permet d'absorber les contraintes en début de pressurisation. Le four en graphite n'est pas utilisé pour l'expérience, réalisée à température ambiante. Des feuilles de nickel sont placées à l'interface entre les échantillons comme marqueurs pour les radiographies (*cf.* section 2.2).

L'expérience de déformation réalisée sur la ligne de l'ESRF est décrite plus en détails dans le chapitre 4. Elle est constituée de quatre cycles de déformation composés d'une phase de compression, avec l'avancée des enclumes verticales à une vitesse de 100  $\mu\text{m}$  par heure. Une fois l'échantillon suffisamment déformé, les enclumes sont rétractées à la même vitesse. Une fois le cycle achevé, la pression est augmentée avant d'en démarrer un nouveau. En début de chaque cycle, les enclumes sont rétractées de manière à étudier les propriétés mécaniques de l'échantillon en extension.

## 2.2 Techniques analytiques

### 2.2.1 Diffraction des rayons X

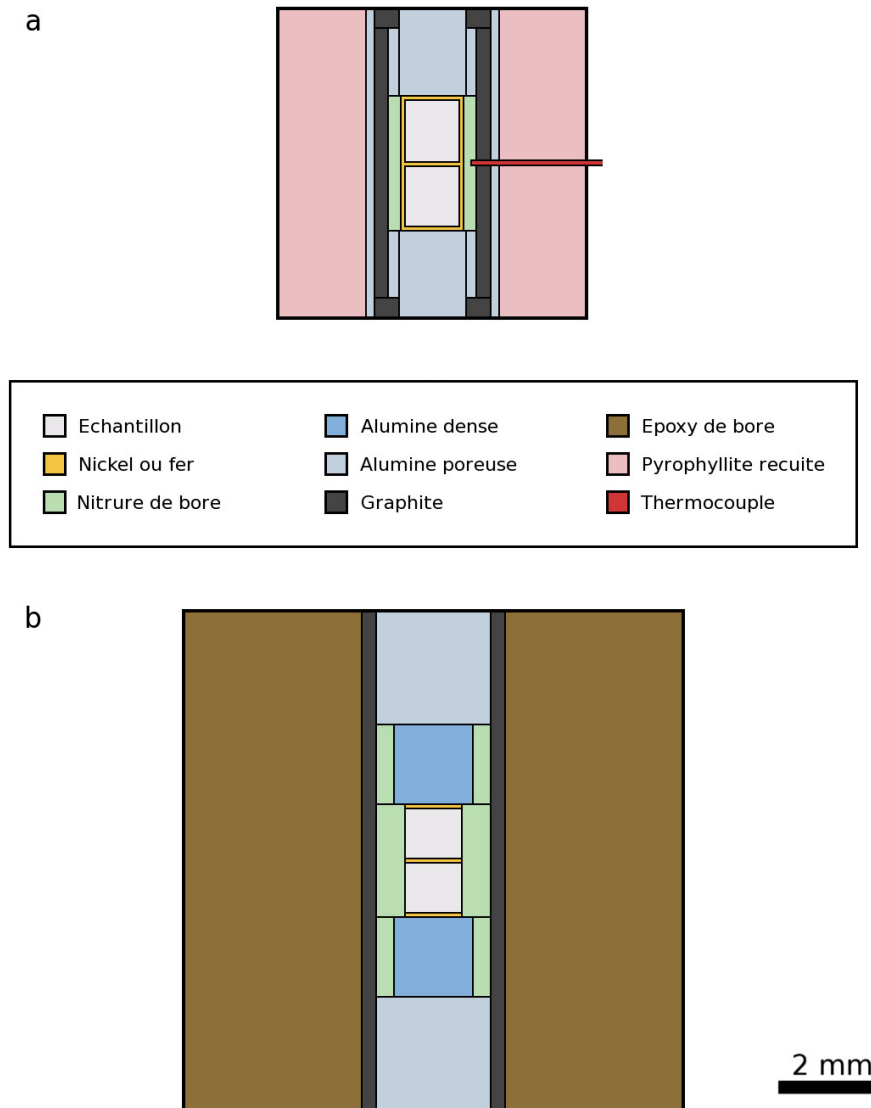
#### 2.2.1.1 Principe de la diffraction

La diffraction est une technique ubiquiste dans cette étude : elle est utilisée avec les rayons X pour caractériser les poudres après synthèse (*cf.* section 3.2), pour estimer la contrainte et la pression des expériences NSLS (*cf.* chapitres 5 et 6) et ESRF (*cf.* chapitre 4). Enfin, la diffraction des électrons est utilisée en microscopie électronique par la technique EBSD ("Electron backscatter diffraction" ou diffraction des électrons rétrodiffusés).

Les rayons X, tout comme la lumière visible, sont des ondes électromagnétiques. Ces ondes interagissent avec les électrons constitutifs de la matière par diffusion élastique. Dans ce cas là, le rayon est dévié et conserve la même longueur d'onde. Dans le cas d'un cristal, les rayons diffusés vont générer des interférences destructives dans toutes les directions de l'espace mais aussi positives dans des conditions particulières : les conditions de Bragg. On parle alors de diffraction. Un plan réticulaire (hkl) (de distance interréticulaire  $d_{hkl}$ ) est en condition de Bragg lorsque l'angle  $\theta$  que forme ce plan avec le faisceau incident satisfait la relation :

$$n\lambda = 2d_{hkl} \times \sin\theta , \quad (2.2)$$

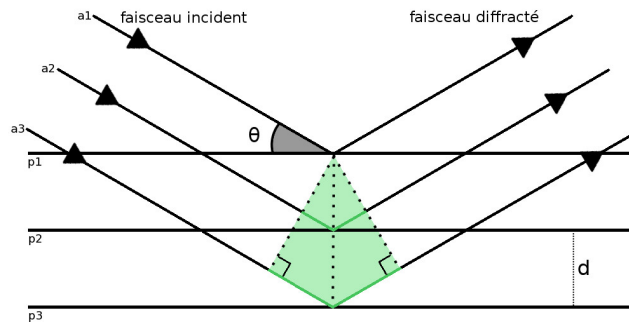




**Figure 2.7** – Représentation schématique des assemblages de déformation utilisés au synchrotron de : **a.** NSLS ; **b.** ESRF.

avec  $\lambda$  la longueur d'onde du faisceau et  $n$  un nombre entier positif. Sur la figure 2.8, la distance parcourue par le rayon  $a_2$  (diffractant sur le plan  $p_2$ ) est égale à celle du rayon  $a_1$  (diffractant sur  $p_1$ ) avec un délai (trajet en vert) correspondant à une distance de  $2d_{hkl} \times \sin \theta$ . Lorsque ce décalage est proportionnel à la longueur d'onde  $\lambda$ , les rayons diffractés  $a_1$  et  $a_2$  sont en phase et vont générer une interférence positive. Il en va de même pour l'ensemble des rayons  $a_i$  diffractant sur l'ensemble des plans réticulaires  $p_i$ . L'étude des distances interréticulaires pour différents plans (hkl) permet d'obtenir des informations sur la cristallographie d'un cristal ou d'un agrégat polycristallin. Il existe deux types de configuration, la diffraction par dispersion angulaire ou en énergie.





**Figure 2.8** – Schéma illustrant le principe de diffraction. Les plans réticulaires  $p_i$  sur lesquels diffractent les rayons  $a_i$  sont séparés d'une distance interréticulaire  $d$ . L'angle  $\theta$  correspond à l'angle entre le faisceau incident et les plans réticulaires.

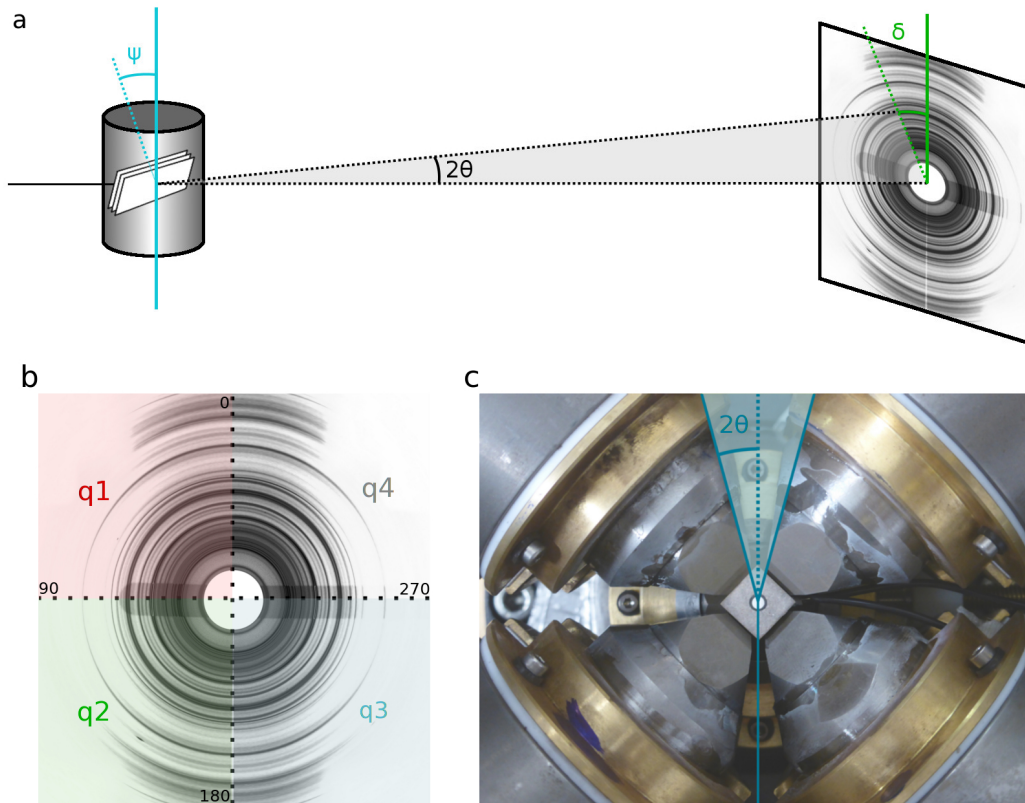
### 2.2.1.2 Diffraction en dispersion angulaire (ESRF)

La presse D-DIA installée sur la ligne ID06 de l'ESRF (*cf.* chapitre 4) utilise la diffraction en dispersion angulaire. Elle est traversée par un faisceau de rayons X monochromatiques, avec une énergie fixée à 55 keV pour cette étude. Dans le cas d'un agrégat polycristallin formé de grains aléatoirement orientés, le faisceau diffracté forme pour chaque plan (hkl) un cône de diffraction d'angle solide  $2\theta$  (Fig. 2.9c). L'intersection entre ce cône et une plaque image produit des ellipses ou des cercles de Bragg suivant que l'échantillon est sous contrainte ou non (Fig. 2.9a). Les données de diffraction sont collectées par un détecteur 1D monté sur un bras en rotation, qui permet d'obtenir un spectre de diffraction en fonction de l'angle  $2\theta$  pour chaque degré d'angle azimuthal  $\delta$ . L'azimuth  $\delta$  est défini comme étant l'angle entre le détecteur et l'axe de compression supposé vertical. L'angle  $\psi$  est l'angle entre la normale des plans de diffraction et la verticale. La relation entre  $\theta$ ,  $\delta$  et  $\psi$  est la suivante :

$$\cos \psi = \cos \delta \times \cos \theta . \quad (2.3)$$

Dans l'expérience, l'angle  $2\theta$  maximal pour les plans (hkl) étudiés étant autour de  $6^\circ$ ,  $\cos \theta$  est très proche de 1. Pour la suite et dans les calculs, nous avons considéré que la contrainte maximale  $\sigma_1$  était verticale, donc les angles  $\psi$  et  $\delta$  sont confondus. La figure 2.9b est une image formée à partir des 360 spectres de diffraction 1D obtenus sur un échantillon d'olivine avant déformation. Ce spectre en 2D correspond à celui que l'on obtiendrait si le détecteur situé à l'arrière de la presse était une plaque image. L'espace de diffraction est divisé en quatre quadrants comme indiqué sur la figure.

Avant chaque expérience, la calibration est réalisée avec un standard, l'hexaborure de



**Figure 2.9** – Montage expérimental de la ligne ID06 de l'ESRF : **a.** Représentation schématique du trajet des rayons X diffractés (d'après Merkel (2006)). Le détecteur 1D en rotation est ici représenté comme une plaque image.  $\psi$  représente l'angle entre la normale des plans de diffraction et la verticale,  $\delta$  celui entre la verticale et le vecteur de diffraction ; **b.** Spectre de diffraction obtenu sur un échantillon d'olivine avant déformation en fonction de l'angle  $\delta$ . On définit quatre quadrants, nommés q1 à q4, en fonction de l'angle  $\delta$  ; **c.** Vue de dessus des quatre enclumes latérales enserrant l'assemblage cubique (10 mm de côté) et du cône de diffraction.

lanthane ( $\text{LaB}_6$ ) afin de déterminer la géométrie du montage (distance entre l'échantillon et le détecteur, centre de rotation du détecteur, son axe, *etc.*). De plus, connaissant l'énergie du faisceau  $E$ , la longueur d'onde  $\lambda$  est déduite de la relation de Planck-Einstein :

$$E = \frac{hc}{\lambda}, \quad (2.4)$$

avec  $h$  la constante de Planck et  $c$  la célérité de la lumière dans le vide. Ici, une énergie de 55 keV correspond à une longueur d'onde de 0.22542 Å. Ainsi, d'après la relation 2.2, les distances interréticulaires  $d_{hkl}$  peuvent être extraites pour tout plan  $(hkl)$  et tout angle  $\delta$ .

Les données de diffraction sont analysées par le logiciel *fit2d* (version 17.002) développé par Hammersley (1997). Les pics d'olivine (système Pbnm) étudiés correspondent aux plans  $(hkl)$  : (021), (130), (131) et (112). Le pic (002) du nitrure de bore hexagonal a également été

analysé pour déterminer la pression de confinement.

### 2.2.1.3 Diffraction en dispersion en énergie (NSLS)

La ligne X17B2 de NSLS (*cf.* chapitres 5 et 6) était équipée d'un faisceau blanc et utilisait donc la diffraction en dispersion en énergie. Un jeu de fentes coniques permet de ne sélectionner que les rayons diffractés provenant de l'échantillon, éliminant ainsi toutes les diffractions des matériaux constituant l'assemblage. Les détecteurs du montage expérimental sont positionnés en cercle afin de recueillir les diffractogrammes en fonction de l'énergie pour un même angle  $2\theta$ , autour de  $6.5^\circ$  (Fig. 2.10). Chaque spectre est collecté sur 2046 canaux. La relation entre un canal  $x$  et l'énergie du faisceau  $E$  s'exprime sous la forme d'un polynôme (ici de degré 3) :

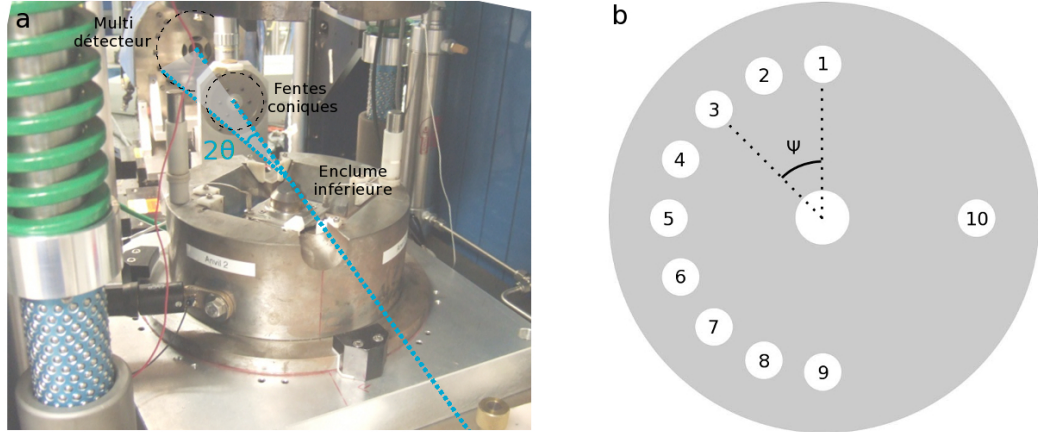
$$E = ax^3 + bx^2 + cx + d . \quad (2.5)$$

La relation 2.4 permet de passer d'une énergie  $E$  à la longueur d'onde  $\lambda$  correspondante. Enfin, pour passer de la longueur d'onde aux distances interréticulaires  $d_{hkl}$ , l'angle  $\theta$  doit être connu précisément pour chacun des détecteurs. Ainsi, avant chaque expérience, une calibration en énergie et une calibration angulaire sont réalisées à l'aide de la fluorescence du cobalt (14.41 et 122.06 keV) présent dans les détecteurs mais aussi d'un standard d'alumine (plans (hkl) 021, 104, 110, 113, 024 et 116).

Une fois la diffraction dans l'alumine effectuée, l'échantillon est placé dans la presse. Une diffraction est réalisée dans chacun des échantillons aux conditions PT ambiantes afin d'obtenir les paramètres de maille de référence. Pendant l'expérience de déformation, des spectres de diffraction sont collectés dans les deux échantillons au plus près du centre de la colonne ainsi que dans un piston d'alumine. La calibration et le traitement des données de diffraction ont été réalisées avec le logiciel plot85.

### 2.2.1.4 Calcul de la contrainte et de la pression

Lorsqu'un échantillon polycristallin est soumis à un champ de contrainte à symétrie radiale (de composante axiale  $\sigma_1$  et de composante radiale  $\sigma_2 = \sigma_3$ ), le tenseur des contraintes  $\sigma_{ij}$  s'exprime sous la forme de la somme d'un tenseur isotrope  $\sigma_p$  et d'un tenseur déviato-



**Figure 2.10** – Montage expérimental de la presse sur la ligne X17B2 de NSLS : **a.** Représentation schématique du trajet des rayons X diffractés. Au premier plan, on peut voir la presse et l'enclume inférieure, les autres enclumes ayant été retirées. Le faisceau diffracté qui traverse les fentes coniques pour arriver jusqu'aux détecteurs en arrière-plan est indiqué en bleu (ainsi que le faisceau direct) ; **b.** Schéma du réseau de dix détecteurs positionnés en cercle (d'après Weidner *et al.* (2010)). L'angle  $\psi$  est l'angle entre le détecteur (ici le détecteur 3) et la direction de compression verticale. L'angle entre deux détecteurs consécutifs est de  $22.5^\circ$ .

rique  $D_{ij}$  :

$$\sigma_{ij} = \sigma_P + D_{ij} = \begin{bmatrix} \sigma_P & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_P & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_P \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \frac{2t}{3} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{-t}{3} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{-t}{3} \end{bmatrix}, \quad (2.6)$$

avec  $\sigma_P$ , la pression de confinement de l'échantillon et  $t = \sigma_1 - \sigma_3$ , la contrainte différentielle.

Le calcul de la contrainte moyenne ressentie par un échantillon soumis à un tel champ de contrainte à partir des contraintes estimées pour différents plans (hkl) est basée sur les propriétés élastiques des matériaux (Singh, 1993; Singh et Balasingh, 1994; Singh *et al.*, 1998; Uchida *et al.*, 1996).

La distance interréticulaire mesurée  $d_m(hkl)$  est fonction de l'angle  $\psi$  entre la contrainte axiale  $\sigma_1$  supposée verticale et le vecteur de diffraction selon la relation :

$$d_m(hkl) = d_p(hkl) [1 + (1 - 3 \cos^2 \psi) Q_{hkl}] , \quad (2.7)$$

avec  $d_p(hkl)$ , la distance interréticulaire à la pression P en supposant des conditions hydrostatiques. Le terme  $Q_{hkl}$  est dépendant de la contrainte différentielle  $t$  et du module de cisaillement selon que l'on se place dans les conditions de Reuss ( $G_R(hkl)$ ) ou de Voigt ( $G_V$ ) :

$$Q_{hkl} = \frac{t}{3} \left[ \frac{\alpha}{2G_R(hkl)} + \frac{1-\alpha}{2G_V} \right] . \quad (2.8)$$

Lorsque l'on s'intéresse à la contrainte ressentie par un agrégat polycristallin, on peut se

placer dans deux situations hypothétiques : dans le cas de Reuss, on considère que tous les grains de l'agrégat ressentent la même contrainte et dans le cas de Voigt, la déformation élastique du réseau est uniforme dans tout l'agrégat. En réalité, ces deux conditions ne sont pas vérifiées, mais elles permettent de définir deux limites pour la contrainte moyenne ressentie par l'échantillon, une limite inférieure (en conditions de Voigt) et supérieure (en conditions de Reuss). La constante  $\alpha$ , avec  $0 \leq \alpha \leq 1$ , permet de définir un compromis (si besoin) entre ces deux extrêmes. L'approximation de Reuss semble être celle qui est la plus robuste pour déterminer la contrainte (Chen *et al.*, 2006), nous nous sommes donc placés dans le cas de celle-ci. L'équation 2.8 se réduit alors à :

$$Q_{hkl} = \frac{t}{3} \times \frac{1}{2G_R(hkl)} . \quad (2.9)$$

L'expression des modules de cisaillement en fonction du système cristallin est donné dans Singh *et al.* (1998). Elle est fonction des termes du tenseur de souplesse  $S_{ijkl}$  et des paramètres de maille.

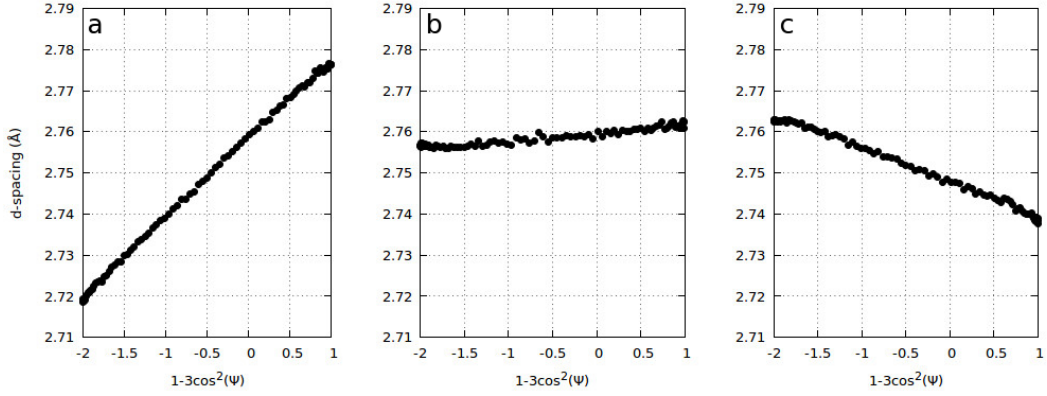
La loi de Hooke permet de relier les tenseurs de contrainte  $\sigma_{ijkl}$  et de déformation  $\varepsilon_{ijkl}$  par l'intermédiaire du tenseur de souplesse  $S_{ijkl}$  ou du tenseur de raideur  $C_{ijkl}$  selon les relations suivantes :

$$\sigma_{ij} = \sum_{ij} C_{ijkl} \varepsilon_{kl} , \quad (2.10)$$

$$\varepsilon_{ij} = \sum_{ij} S_{ijkl} \sigma_{kl} . \quad (2.11)$$

D'après la relation 2.7, les valeurs de  $d_{hkl}$  mesurées en fonction de  $(1 - 3 \cos^2 \psi)$  s'alignent sur une droite dont l'ordonnée à l'origine (pour un angle  $\psi$  de  $55^\circ$ ) est  $d_P(hkl)$ , valeur de  $d_{hkl}$  à la pression hydrostatique et la pente est proportionnelle à la contrainte différentielle  $t$ . Par convention, les contraintes en compression sont positives et celles en extension sont négatives. Ainsi, une pente positive témoigne d'un échantillon en compression uniaxiale verticale, une pente nulle à un échantillon en condition hydrostatique et une pente négative à un étirement selon la verticale (Fig. 2.11).

Les étapes du calcul de la contrainte et de la pression sont schématisées sur la figure 2.12. Pour chaque spectre de diffraction, on mesure un  $d_m(hkl)$ ,  $d_P(hkl)$  et  $Q_{hkl}$  pour différents plans interréticulaires. Les valeurs de  $d_P(hkl)$  obtenues permettent de recalculer les paramètres de maille  $(a, b, c)_P$  et le volume correspondant  $V_P$  aux conditions expérimentales. Le volume de référence  $V_0$  est obtenu par la même méthode ou, lorsque cela n'est pas possible, des valeurs de la littérature sont utilisées (Annexe B). Connaissant la température grâce au thermocouple et le rapport  $\frac{V_P}{V_0}$ , on peut calculer la pression  $P$ . Pour cela, on utilise l'équation



**Figure 2.11** – Evolution des distances interréticulaires en fonction de  $(1-3\cos^2\psi)$  pour le pic (130) de l'olivine et pour le quadrant 1, au cours de l'expérience OL5 de l'ESRF : **a.** en compression ; **b.** en condition quasi-hydrostatique ; **c.** en extension.

d'état de Birch-Murnaghan du troisième ordre :

$$P = \frac{3}{2}K_0(T) \left[ \left( \frac{V}{V_0(T)} \right)^{-\frac{7}{3}} + \left( \frac{V}{V_0(T)} \right)^{-\frac{5}{3}} \right] \left[ 1 + \frac{3}{4} \left( \frac{\partial K}{\partial P} - 4 \right) \left( \left( \frac{V}{V_0(T)} \right)^{-\frac{2}{3}} - 1 \right) \right]. \quad (2.12)$$

L'effet de la température est pris en compte dans le calcul. Ainsi, le volume  $V_0$  recalculé à la température  $T$  est obtenu selon :

$$V_0(T) = V_0(T_{ref}) \int_{T_{ref}}^T \alpha(T) dT. \quad (2.13)$$

avec  $T_{ref} = 25^\circ\text{C}$ .

L'expansion thermique  $\alpha(T)$  (en  $\text{K}^{-1}$ ) est définie par :

$$\alpha(T) = a_0 + a_1 T + a_2 T^{-2}, \quad (2.14)$$

avec  $a_0$ ,  $a_1$  et  $a_2$  des constantes en  $\text{K}^{-1}$ ,  $\text{K}^{-2}$  et  $\text{K}$  respectivement. De la même manière, le module de compressibilité isotherme  $K_0$  est recalculé à la température de l'expérience selon la relation :

$$K_0(T) = K_0(T_{ref}) + (T - T_{ref}) \frac{\partial K_0}{\partial T}. \quad (2.15)$$

Le tenseur de souplesse  $S_{ij}(P, T)$  est calculé à partir des  $C_{ij}(P, T)$  :

$$C_{ij}(P, T) = C_{ij} + \left( \frac{\partial C}{\partial T} \right) (T - T_{ref}) + \left( \frac{\partial C}{\partial P} \right) P + \frac{1}{2} \left( \frac{\partial^2 C}{\partial P^2} \right) P^2. \quad (2.16)$$

Le tenseur  $S_{ij}(P, T)$  est utilisé pour déterminer  $G_R(hkl)$ . On en déduit ainsi la valeur de la contrainte différentielle de l'agrégat  $t$  grâce à la relation 2.9. L'ensemble des propriétés élas-

tiques utilisées pour l'alumine, l'olivine et l'orthopyroxène est reporté en annexe B.

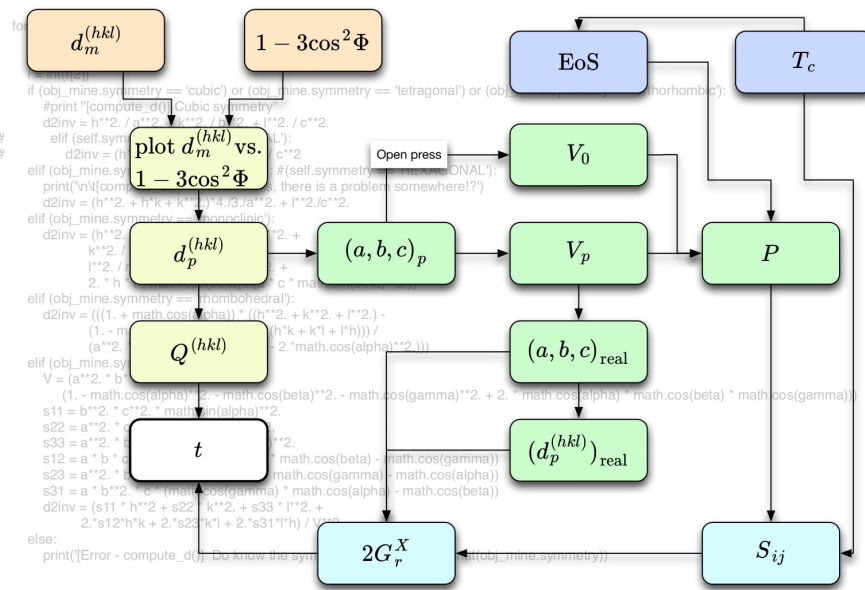


Figure 2.12 – Principe du calcul de la contrainte et de la pression.

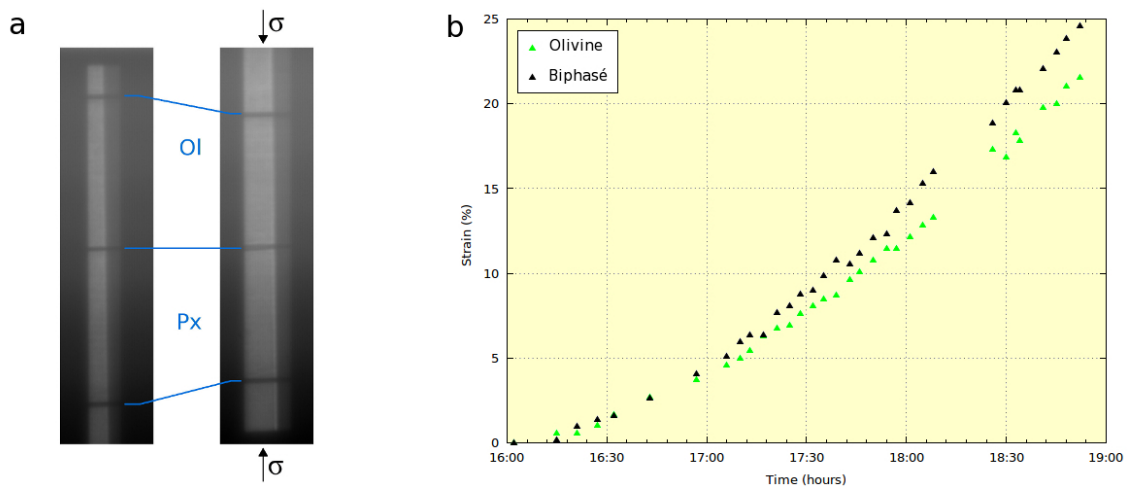
### 2.2.2 Radiographie

A l'arrière des presses D-DIA, un cristal en YAG (grenat d'yttrium et aluminium), phosphorescent lorsqu'il est éclairé par les rayons X, permet de radiographier les échantillons *in situ*. L'émission lumineuse est collectée par une caméra CCD. Sur la figure 2.13a, les régions sombres correspondent à l'absorption des rayons X par les feuilles de métal (fer ou nickel) qui permettent de délimiter les échantillons afin de mesurer précisément (épaisseur des feuilles de 25  $\mu\text{m}$ ) les variations de longueur au cours de la déformation. Au cours des expériences, des radiographies ont été prises alternativement avec des clichés de diffraction puis analysées pour déterminer la déformation  $\varepsilon(\%)$  et la vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}(\text{s}^{-1})$  de chaque échantillon (Fig. 2.13b).

### 2.2.3 Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)

La technique EBSD ou diffraction des électrons rétrodiffusés mesurée par microscopie électronique à balayage est utilisée pour obtenir des informations sur l'orientation cristallographique des grains. Le principe est similaire à la diffraction des rayons X, à la différence





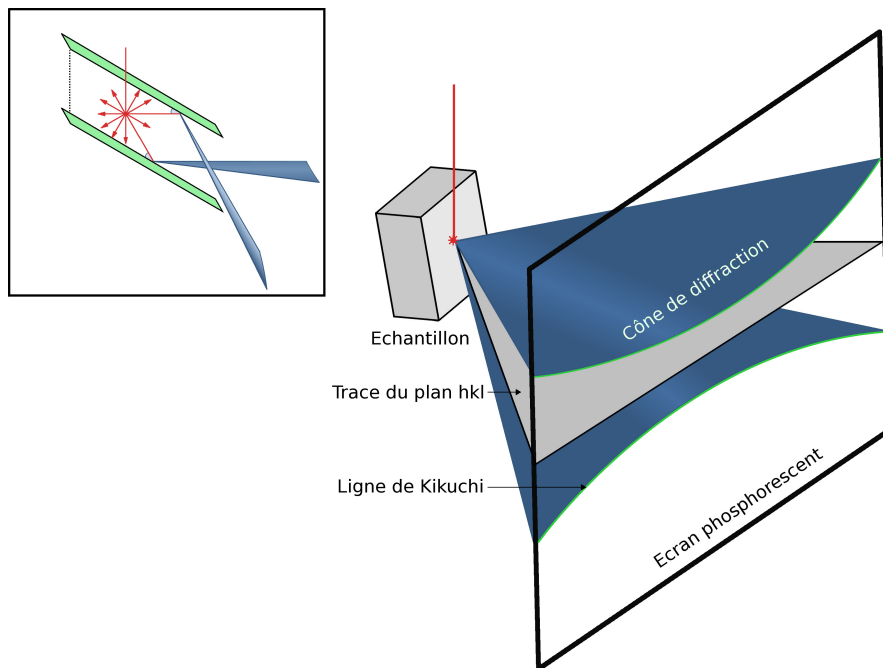
**Figure 2.13** – a. Radiographie d'un échantillon d'olivine et de pyroxène avant déformation (à gauche) et pendant la déformation (à droite). Les lignes foncées correspondent aux marqueurs de fer. La zone radiographiée est limitée latéralement par les enclumes (le retrait des enclumes latérales pendant la déformation est visible par l'élargissement de la radiographie entre les deux images). ; b. Mesure de la déformation d'un agrégat d'olivine et d'un agrégat biphasé d'olivine et de pyroxène au cours du temps pour l'expérience OLI49.

qu'ici on éclaire l'échantillon avec un angle d'incidence de  $20^\circ$  (l'échantillon est incliné de  $70^\circ$  par rapport à l'horizontale lorsque le faisceau est vertical) avec un faisceau d'électrons. Ce faisceau électronique interagit avec la surface de l'échantillon et produit des électrons rétrodiffusés dans toutes les directions de l'espace. Les électrons diffractent sur les plans interréticulaires (hkl) selon les conditions de Bragg (encadré de la figure 2.14). Les interférences constructives forment deux cônes symétriques par rapport au plan (hkl) (Fig. 2.14). L'intersection entre ce cône et le détecteur, équipé d'un écran phosphorescent plan, forme des lignes, légèrement courbes et symétriques par rapport à la trace du plan (hkl), appelées lignes de Kikuchi. L'espace entre la paire de lignes, pour un plan donné, est fonction de la distance entre l'échantillon et le détecteur et de la distance interréticulaire  $d_{hkl}$ . Le cliché de diffraction est composé de l'ensemble des lignes de Kikuchi qui diffractent sur le grain. Lorsque les lignes de Kikuchi sont suffisamment contrastées, l'indexation automatique permet de différencier les phases minérales et leur orientation (Fig. 2.15). La qualité des lignes de Kikuchi dépend énormément de la préparation de surface de l'échantillon.

L'orientation cristallographique est décrite à l'aide des angles d'Euler  $\phi_1$ ,  $\Phi$  et  $\phi_2$  qui correspondent à des rotations successives de l'échantillon (cf. Fig. A.3 en annexe pour la présentation des trois angles d'Euler ainsi que le code couleur utilisé par les logiciels de traitement de Channel15, Mambo et Tango). Ces données ont servi à réaliser des cartographies d'orientation et des figures de pôles ou de pôles inverses.

L'étude a été réalisée sur le microscope électronique à balayage JEOL JSM 7100F TTLS LV de la plateforme Castaing (centre de microcaractérisation Raimond Castaing, Toulouse)



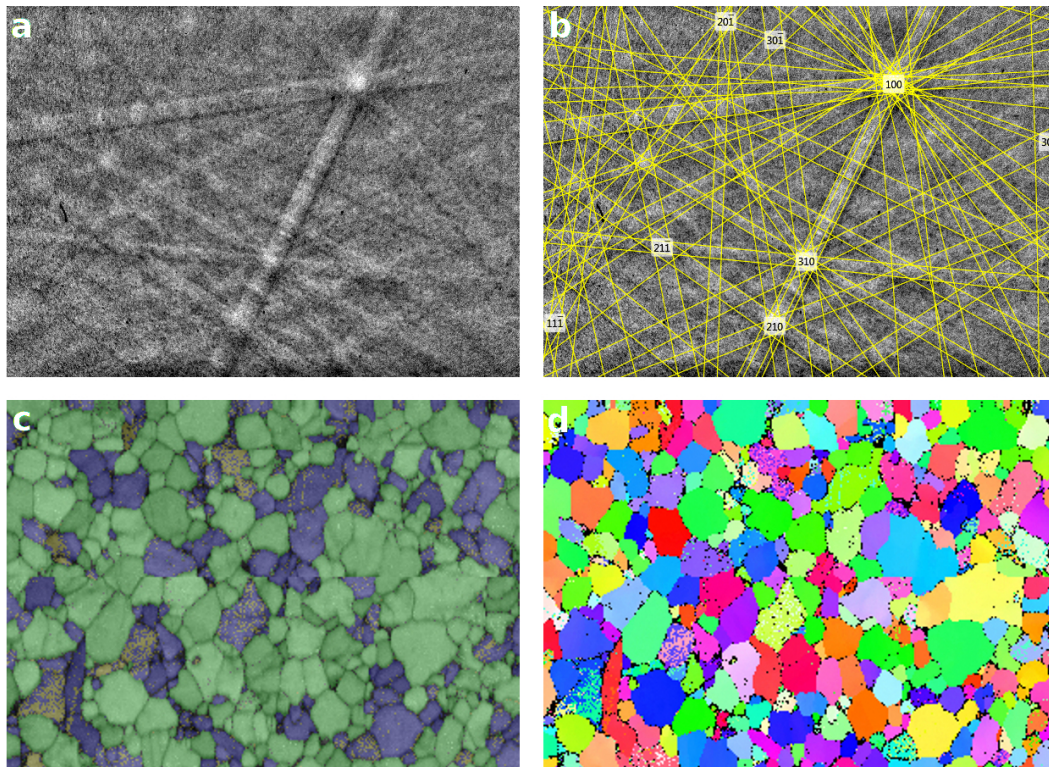


**Figure 2.14** – Formation des lignes de Kikuchi par EBSD. Le faisceau diffracte sur les plans atomiques de l'échantillon (incliné de  $70^\circ$ ) selon deux cônes. L'intersection de ces cônes avec l'écran phosphorescent produit les lignes de Kikuchi. Sur cette représentation, la courbure des lignes de Kikuchi est exagérée. L'encadré en haut à gauche est une vue détaillée de la diffraction des électrons sur un plan (hkl). Les électrons rétrodiffusés sont émis dans toutes les directions de l'espace. Les faisceaux qui sont en condition de Bragg vont diffracter selon un angle  $\theta$  et former deux cônes en fonction de l'incidence du faisceau par rapport au plan (hkl).

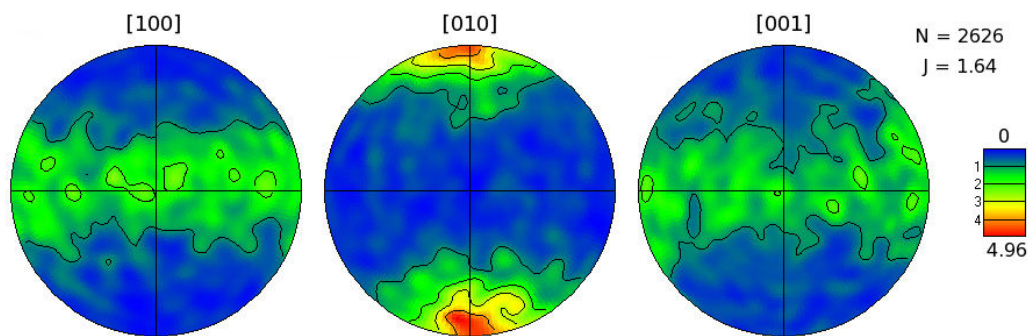
à une tension d'accélération de 20kV. Il permet d'atteindre une résolution d'analyse de 100 nm et révéler ainsi les désorientations intragranulaires ou l'orientation de grains sub-nanométriques. Le logiciel d'indexation automatique utilisé est AZtec, développé par Oxford Instruments.

Les échantillons ont été coulés dans une résine non conductrice. Le polissage a été réalisé manuellement avec des feuilles en SiC de granulométrie décroissante puis de façon semi-automatique avec de la poudre d'alumine de  $1\ \mu\text{m}$  pendant une heure puis  $0.3\ \mu\text{m}$  pendant 2 heures. Enfin, l'échantillon a été poli, toujours de façon semi-automatique, avec de la silice colloïdale pendant 3 heures.

Les cartographies permettent d'observer les caractéristiques de la microstructure comme la forme et la taille des grains, la désorientation à l'intérieur ou entre les grains, la formation de sous-joints de grain, la répartition des différentes phases dans l'échantillon, *etc.* Elles ont été réalisées avec un pas d'échantillonnage autour de 200 nm. Le grandissement est adapté, si possible, pour avoir au minimum 500 grains par image. Les joints de grains sont repérés automatiquement lorsque deux points consécutifs ont une désorientation supérieure à  $10^\circ$  et  $2^\circ$  pour les sous-joints de grain. Les pixels non indexés sont assignés à l'orientation des 8,



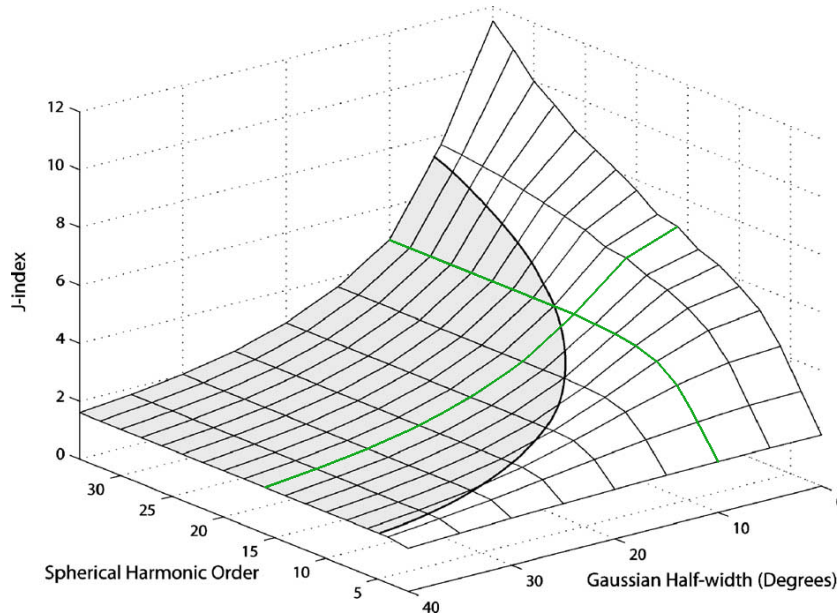
**Figure 2.15** – a. Cliché EBSD non traité obtenu avec un regroupement de pixel de 4x4 pour un grain d'olivine dans un échantillon polycristallin déformé (expérience OLI56) ; b. Indexation automatique des lignes de Kikuchi réalisée avec le logiciel AZtecHKL ; c. Calque contenant les contrastes de bandes superposé à la cartographie des phases présentes dans l'échantillon biphasé de l'expérience de déformation OLI65 avec en vert, l'olivine, en bleu l'orthopyroxène et en jaune le low-clinopyroxène ; d. Cartographie sur la même zone d'étude des angles d'Euler.



**Figure 2.16** – Figures de pôles d'un échantillon déformé d'olivine (OLI48) pour les trois axes cristallo-graphiques (100), (010) et (001). L'axe vertical correspond à la direction de la contrainte axiale  $\sigma_1$ . Les paramètres utilisés pour faire des iso-contours sont typiquement de  $10^\circ$  pour le "half width" et le "cluster size". Le MUD ou "multiple of uniform distribution" correspond à l'écart entre la densité de points mesurés pour une direction avec celle d'une distribution théorique de grains aléatoirement orientés. Les valeurs N et J correspondent au nombre de grains analysés et au J-index, respectivement.

7 puis 6 pixels adjacents.

Les figures de pôles sont des projections stéréographiques des axes cristallographiques dans le repère de l'échantillon (Fig. 2.16). L'axe vertical est la direction de compression pour les échantillons déformés ou la direction de charge pour les échantillons frittés par SPS. En général, pour une figure de pôles, le nombre de points utilisés est supérieur à 1000. Le pas d'échantillonnage est adapté pour être supérieur à la taille de grain maximale dans le polycristal. Ainsi chaque point décrit l'orientation d'un grain différent. De ce fait, on évite de sur-échantillonner des gros grains qui induisent des biais dans les résultats. Le MUD est un paramètre correspondant à l'écart de densité locale (nombre de grains) entre l'échantillon et la densité théorique d'un polycristal orienté aléatoirement, pour une orientation donnée. Ainsi, une échelle de couleur basée sur cette valeur renseigne sur le nombre de grains orienté selon une direction.



**Figure 2.17** – Evolution du J-index en fonction des paramètres utilisés pour réaliser le calcul de l'ODF (Skemer *et al.*, 2005) : le degré d'harmonique sphérique maximal  $L_{\max}$  (en degrés) et le GHW ou "Gaussian Half-width" (en degrés). Les valeurs utilisées pour les calculs dans cette étude ( $L_{\max} = 22^\circ$  et  $GHW = 10^\circ$ ) sont représentées en vert.

Le J-index,  $J$ , défini par Bunge (1982), correspond à :

$$J = \int [f(g)]^2 dg , \quad (2.17)$$

avec  $f(\phi_1, \Phi, \phi_2)$ , la fonction de distribution de l'orientation (ODF) intégrée selon un élément de volume  $g$ . Un J-index est égal à 1 pour un échantillon orienté aléatoirement et tend vers l'infini pour une fabrique formée par un monocristal. Le J-index est utilisé pour quantifier

une fabrique de réseau ou OPR. La fabrique est d'autant plus élevée lorsque le J-index augmente. Malgré tout, cette valeur est difficilement comparable d'une étude à une autre, car celle-ci est fortement dépendante du nombre de grain utilisés, ainsi que des paramètres choisis pour le calcul de l'ODF, comme le nombre maximal,  $L_{\max}$ , de degré d'harmoniques sphériques utilisé pour définir l'ODF (Fig. 2.17). Un autre paramètre est la largeur à mi-hauteur de la Gaussienne (GHW). En effet, dans le calcul, les données brutes discrètes sont assimilées à une Gaussienne. Un second indice nommé M-index (Skemer *et al.*, 2005) est utilisé dans la littérature (non utilisé ici). Celui-ci, compris entre 0 et 1, est basé sur la désorientation des grains.

Le détecteur EBSD est également équipé de quatre détecteurs FSD (Forward scatter detectors), deux sensibles à la topographie et deux pour la composition. Ceux-ci permettent d'obtenir des clichés de l'échantillon en corrigeant de l'inclinaison. Enfin, un détecteur EDS (en dispersion d'énergie) permet d'obtenir, pendant l'acquisition EBSD, des informations sur la composition élémentaire.



# Chapitre 3

## Synthèse des échantillons

### Sommaire

---

|  |           |
|--|-----------|
| <b>3.1 Matériel de départ</b>                    | <b>59</b> |
| <b>3.2 Synthèses minérales</b>                   | <b>60</b> |
| <b>3.3 Frittage</b>                              | <b>61</b> |
| 3.3.1 Frittage flash (SPS)                       | 62        |
| 3.3.1.1 Analyse des échantillons                 | 62        |
| 3.3.1.2 Recuit à une atmosphère des agrégats SPS | 68        |
| 3.3.2 Frittage sous vide                         | 69        |

---



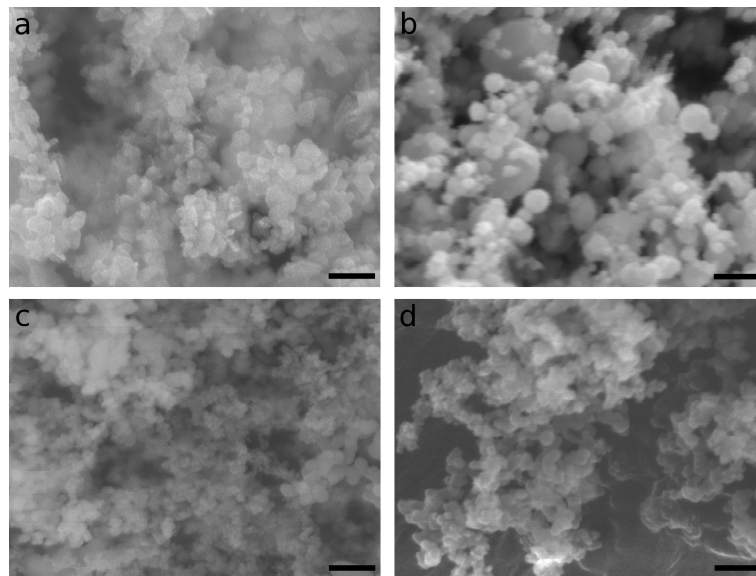


### 3.1 Matériel de départ

Les synthèses minérales d'olivine et de pyroxène ont été réalisées à partir de poudres nanométriques de MgO, SiO<sub>2</sub> et Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Les poudres de MgO et de SiO<sub>2</sub> (hydrophobe et hydrophile) sont commercialisées par PlasmaChem, la poudre de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> par Sigma Aldrich. Les caractéristiques fournies par les vendeurs en termes de taille de grain et de dispersion sont résumées dans la table 3.1. La surface spécifique est la superficie réelle de la poudre par unité de masse. Une valeur élevée témoigne d'une bonne dispersion d'une poudre, facteur important pour le processus de synthèse. Des analyses de surface spécifique ont été réalisées sur ces poudres par analyse BET (Table. 3.1) et sont en accord avec celles des fournisseurs. La microstructure des poudres a été observée par microscope électronique à balayage (Fig. 3.1). On peut remarquer que les tailles de grain des différents oxydes sont homogènes. Malgré la présence de quelques agglomérats, les différentes poudres semblent bien dispersées.

| Poudre                         | Taille de grain (nm) | Surface spécifique (m <sup>2</sup> .g <sup>-1</sup> ) |       |
|--------------------------------|----------------------|---|-------|
|                                |                      | Commerciale   | BET   |
| MgO                            | ~ 20                 | ~ 50  | 77.1  |
| SiO <sub>2</sub>               | 7 - 14               | > 200   | 206.5 |
| SiO <sub>2</sub> hydrophobe    | 7 - 14               | ~ 150   | -     |
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | < 50                 | 50 - 245  | 38.3  |

**Table 3.1** – Caractéristiques des poudres nanométriques utilisées.

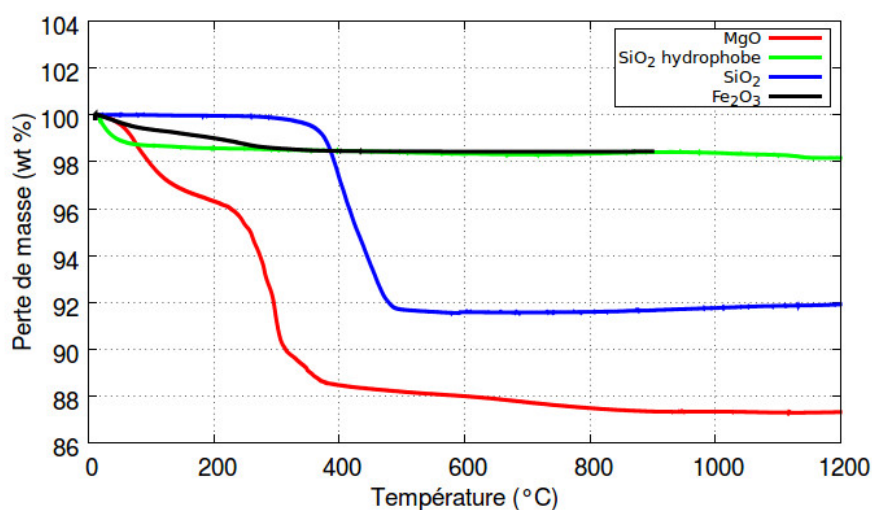


**Figure 3.1** – Images MEB des oxydes de départ : a. MgO ; b. Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ; c. SiO<sub>2</sub> ; d. SiO<sub>2</sub> hydrophobe. L'échelle (barre noire) correspond à une longueur de 100 nm.

La principale difficulté de travailler avec des poudres nanométriques est la teneur en eau



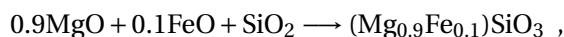
de celles-ci, la faible taille des grains favorisant l'adsorption. Pour les synthèses minérales, la masse des différents oxydes secs (après évaporation de l'eau) doit être déterminée de façon très précise pour respecter la stœchiométrie du mélange voulu. L'eau adsorbée est ensuite libérée à haute température. Pour déterminer cette perte de masse, une analyse thermogravimétrique (ATG) a été effectuée entre 0 et 1200°C, au laboratoire CIRIMAT (Toulouse) (Fig. 3.2). Le principe de l'analyse est de mesurer la variation de masse d'un échantillon pendant un cycle de montée en température. Les poudres de MgO et de SiO<sub>2</sub> perdent respectivement environ 13 et 8 % de leur poids entre 0 et 500°C tandis que la poudre de SiO<sub>2</sub> hydrophobe et de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, moins de 2 %. Ces valeurs ont été prises en compte pour les synthèses, lors de la pesée des différents oxydes.

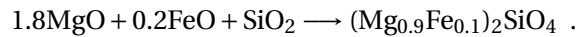


**Figure 3.2** – Analyse thermogravimétrique des oxydes nanométriques : MgO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub> et SiO<sub>2</sub> hydrophobe. L'analyse consiste à mesurer la perte de masse de la poudre placée dans un four, au cours d'une montée en température.

## 3.2 Synthèses minérales

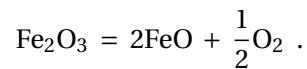
Les synthèses minérales ont été réalisées en mélangeant les nano-oxydes en proportions stœchiométriques (obtenues comme décrit ci-dessus) dans un mortier en agate, en présence d'eau ou d'éthanol puis en les faisant réagir à haute température pour former des poudres d'olivine ((Mg<sub>0.9</sub>Fe<sub>0.1</sub>)<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>), d'orthopyroxène (Mg<sub>0.9</sub>Fe<sub>0.1</sub>SiO<sub>3</sub>) ou un système biphasé contenant les deux phases selon les relations :





On considère que le coefficient de partage du Fe et Mg entre l'olivine et l'orthopyroxène est proche de 1 pour ces compositions (Medaris, 1969). Les échantillons d'olivine contiennent tous une faible fraction de pyroxène (entre 5 et 10 % vol.) afin de contrôler l'activité en silice. Il en va de même pour les échantillons de pyroxène ; l'olivine permet de contrôler l'activité en fer et magnésium.

Les synthèses ont été effectuées sous atmosphère contrôlée dans les fours présentés dans la section 2.1.1. Au cours de la synthèse, l'hématite  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  est réduite en wüstite  $\text{FeO}$  selon la relation :



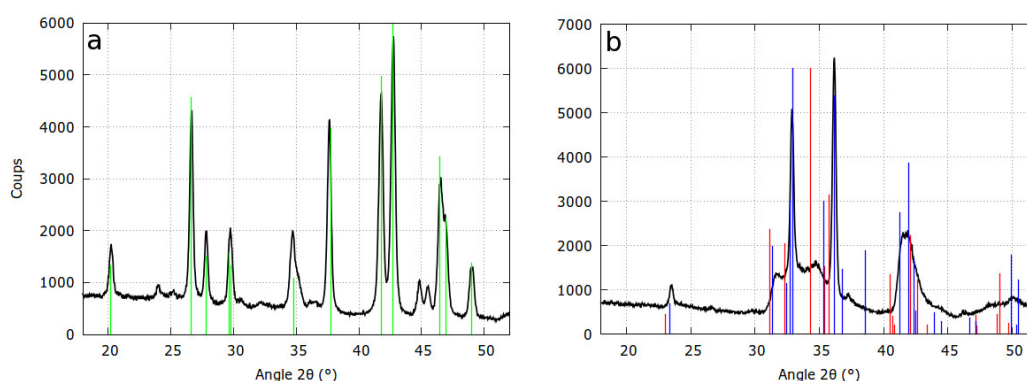
Cette réaction libère de l'oxygène qui modifie localement les conditions d'oxydoréduction qui peut empêcher la réaction de synthèse par re-oxydation du  $\text{FeO}$ . Pour cela, des feuilles de fer ont été placées en contact avec la poudre afin de capter l'oxygène dégagé par l'oxydation du fer. Après un recuit, les poudres sont à nouveau mélangées et recuites une seconde fois (dans la plupart des cas) afin de s'assurer que la réaction est complète et le mélange homogène. La diffraction des rayons X sur poudre permet de juger de la qualité des synthèses (Fig. 3.3). Comme on peut le voir sur le spectre d'olivine, les pics sont bien définis et correspondent aux positions théoriques attendues. Pour l'orthopyroxène, les pics sont beaucoup moins bien définis. Cela peut être dû à une taille de grain faible, à un mélange entre les phases présentes (orthopyroxène et low-clinopyroxène) ou encore à une mauvaise cristallinité de la poudre.

La figure 3.4 présente des images prises au MEB sur une poudre d'olivine et de pyroxène. La poudre d'olivine a été synthétisée à  $950^\circ\text{C}$  (deux recuits de 2h chacun). Elle est constituée de grains d'environ 50 nm rassemblés en grappes. La poudre de pyroxène a été synthétisée à  $1100^\circ\text{C}$  pendant 3h. Les grains ont une taille moyenne maximale autour de 100 nm. L'interface entre les grains suggère qu'un début de densification est visible.

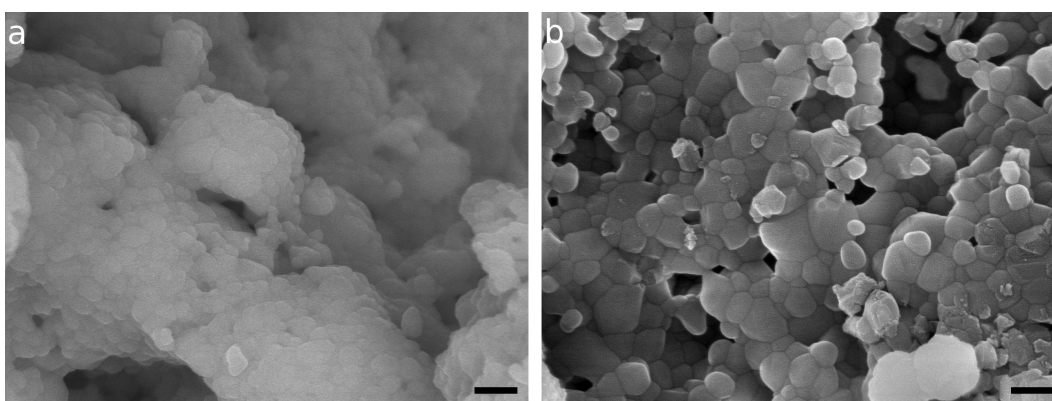
L'ensemble des conditions de synthèse est résumé en annexe, table A.1.

### 3.3 Frittage

Les expériences de déformation ont été réalisées en prenant des agrégats denses comme matériel de départ. Ainsi, la microstructure du début d'expérience est bien connue. Pour réaliser ces échantillons, deux techniques de frittage ont été utilisées : le frittage flash (SPS) et le frittage sous vide.



**Figure 3.3** – Exemples de spectres de diffraction RX en fonction de l'angle de diffraction  $2\theta$  (pour une longueur d'onde du faisceau de 1.7889 Å) après synthèse pour une poudre : **a.** d'olivine et **b.** d'orthopyroxène. Les positions des principaux pics sont représentées : l'olivine en vert, l'orthopyroxène en bleu et le low-clinopyroxène en rouge.



**Figure 3.4** – Images MEB des poudres après synthèse pour : **a.** une olivine synthétisée à 950°C pendant 2×2h ; **b.** un orthopyroxène synthétisé à 1100°C pendant 3h. L'échelle (barre noire) correspond à une longueur de 100 nm.

### 3.3.1 Frittage flash (SPS)

#### 3.3.1.1 Analyse des échantillons

Les échantillons frittés par SPS se présentent sous forme de pastilles de 8 mm de diamètre et environ 2 mm de hauteur. Une fois l'expérience de frittage réalisée, des lames de 1.2 mm d'épaisseur ont été prélevées au centre de la pastille, parallèlement à la direction de compression, afin d'étudier la microstructure au MEB. Un certain nombre d'agrégats d'olivine, d'orthopyroxène ou de systèmes biphasés ont été analysés afin de déterminer les conditions optimales pour obtenir une microstructure homogène et complètement densifiée. Des calques d'images électroniques, contenant les joints de grain et les différentes phases, ont été

réalisés à l'aide du logiciel ImageJ. Le traitement de ces images permet d'obtenir des informations sur la taille des grains et sa distribution, la forme des grains, la porosité, *etc.* Aucune correction n'a été effectuée pour corriger de l'effet de coupe et pour la suite le diamètre apparent d'un grain est considéré comme le diamètre réel. La densité de l'échantillon est calculée par la méthode de la balance d'Archimède et peut être comparée avec les mesures de porosité obtenues par traitement d'images. Le détail de ces expériences est reporté en annexe, table A.2.

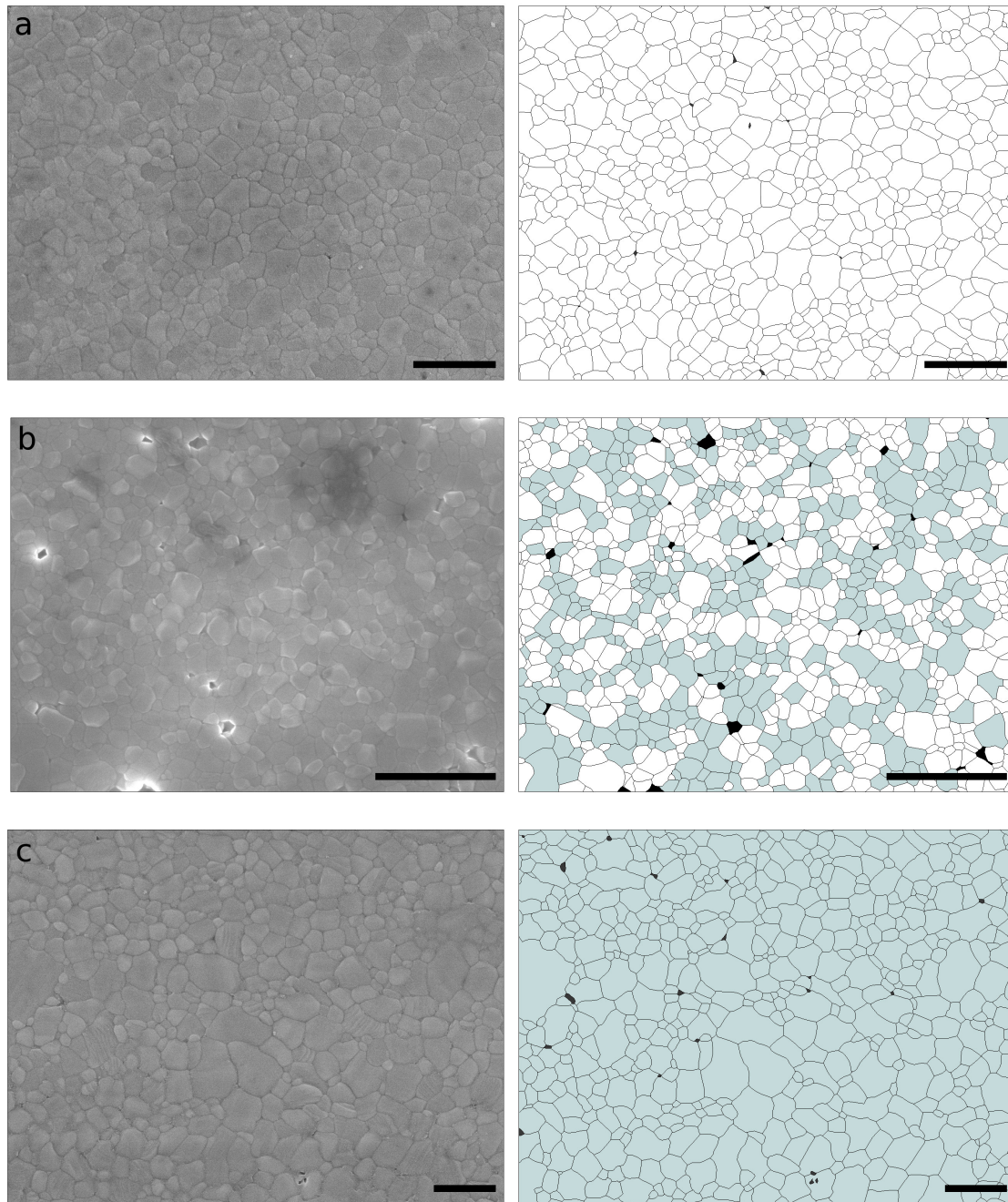
La figure 3.5 présente des exemples de microstructures obtenues par frittage flash pour une olivine (AN055), un échantillon biphasé composé de 50 % vol. d'olivine et d'orthopyroxène (AN286) et un orthopyroxène (AN054) avec leur calque des joints de grain (la direction de compression pendant le frittage est verticale). Les phases ont été déterminées manuellement par une différence de contraste entre l'olivine et le pyroxène visible par les électrons rétrodiffusés (l'olivine correspond à la phase claire). On peut noter que, pour les trois compositions, les échantillons sont très denses et que la porosité est localisée aux joints de grain. De plus, les phases sont bien distribuées dans l'échantillon biphasé ce qui témoigne d'un bon mélange des poudres avant la synthèse.

La porosité des échantillons est de l'ordre de 2 % maximum pour l'olivine et le pyroxène et 5 % pour le système biphasé (Table 3.2). Les tailles moyennes des grains dans les monophasés d'olivine et pyroxène sont estimées autour de 200 nm, et à 110 et 119 nm pour les grains d'olivine et de pyroxène dans le biphasé. Les grains de l'échantillon biphasé sont plus petits que ceux de l'olivine pour les mêmes conditions de frittage : 1000°C pendant 15 minutes. Cette différence s'explique par la force d'épinglage de la seconde phase (ou Zener pinning) qui s'oppose à l'augmentation de la taille moyenne des grains par croissance cristalline lors de la synthèse et du frittage.

|                       | Porosité estimée (%) | Porosité calculée (%) | Ol (%) | OPx (%) | dm (µm) | Nombre de grains |
|-----------------------|----------------------|-----------------------|--------|---------|---------|------------------|
| Olivine (AN055)       | 1.14                 | 2.04                  | -      | -       | 0.211   | 572              |
| Biphasé (Ol) (AN286)  | 4.97                 | 5.5                   | 54     | 46      | 0.110   | 486              |
| Biphasé (OPx) (AN286) |                      |                       |        |         | 0.119   | 369              |
| Orthopyroxène (AN054) | 0.15                 | 0.1                   | -      | -       | 0.268   | 730              |

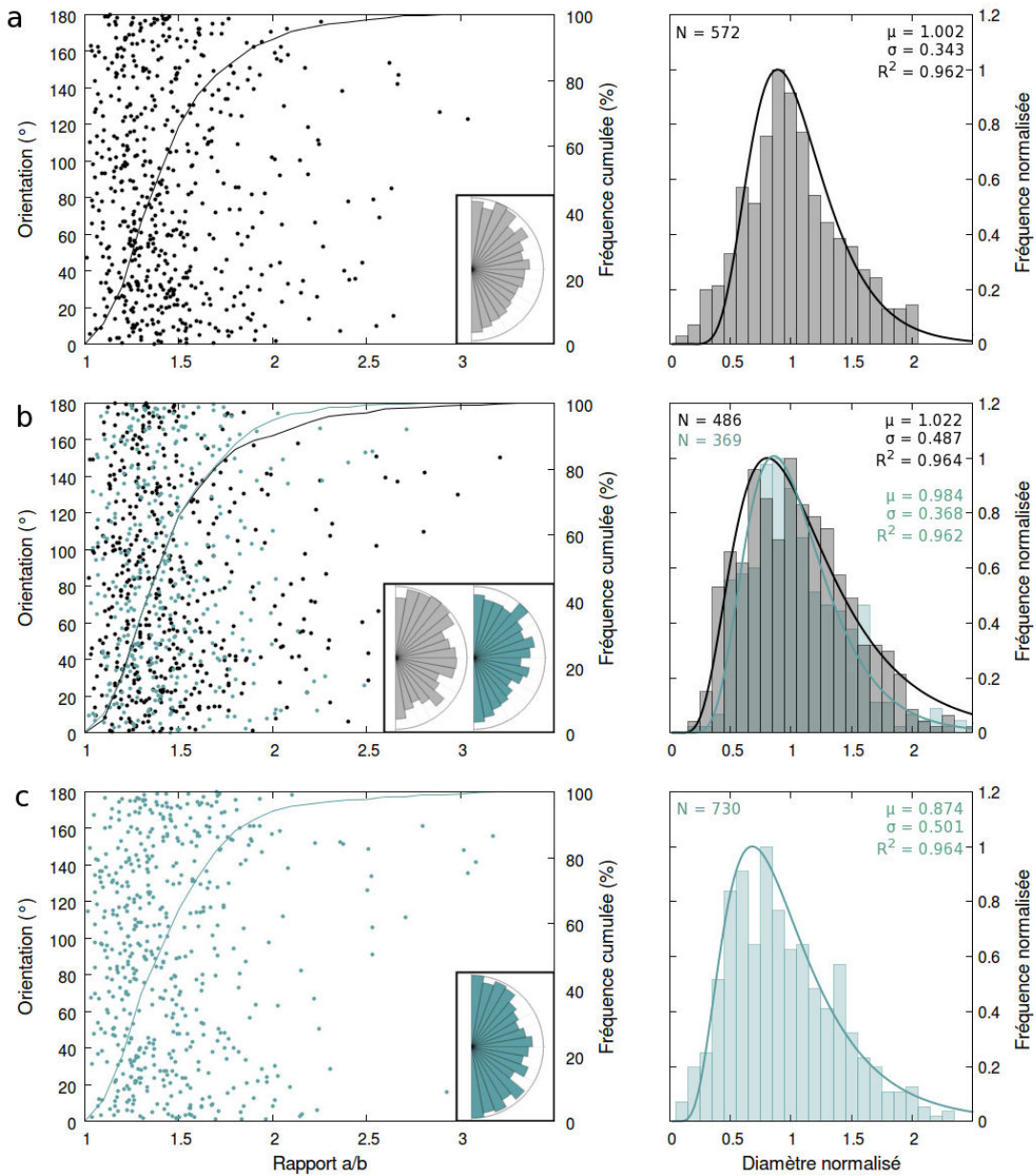
**Table 3.2** – Caractéristiques des céramiques frittées par SPS. La porosité est soit calculée par la méthode d'Archimède soit estimée à partir des calques des images MEB. Le nombre de grains utilisés pour déterminer la taille de grain moyenne dm est renseigné.

Comme on peut le voir sur la distribution normalisée de la taille de grain (Fig. 3.6, colonne



**Figure 3.5** – Images MEB des échantillons frittés par frittage flash (colonne de gauche) et calques interprétatifs correspondant contenant les joints de grain ainsi que les différentes phases présentes : l'olivine en blanc, l'orthopyroxène en bleu et la porosité en noir (colonne de droite) : **a.** Olivine (AN055) frittée à 1000°C pendant 15 minutes ; **b.** Système biphasé (AN286) composé de 50 % vol. d'olivine et 50 % vol. d'orthopyroxène fritté à 1000°C pendant 15 minutes ; **c.** Orthopyroxène (AN054) fritté à 1100°C pendant 15 minutes. L'échelle (barre noire) correspond à une longueur de 1 µm.





**Figure 3.6** – Caractéristiques des échantillons frittés par frittage flash. A partir du calque des joints de grain, le logiciel ImageJ approxime la forme du grain à une ellipse. La colonne de gauche représente l'orientation du grand axe de l'ellipse par rapport à la direction de compression en fonction du rapport entre le grand axe  $\vec{a}$  et le petit axe  $\vec{b}$  de l'ellipse (points) et la fréquence cumulée de ce dernier (courbe). L'encadré est un diagramme en rose des vents représentant l'orientation du grand axe  $\vec{a}$  (la verticale du diagramme correspond à la direction de compression). La colonne de droite est la distribution normalisée de la taille de grains (histogramme), la courbe est une fonction log-normale (Eq. 3.1) qui approxime au mieux la distribution. Les paramètres de la fonction et le nombre de grains utilisés sont indiqués. Sur les différents graphes, l'olivine et l'orthopyroxène sont représentés respectivement en noir et en bleu : **a.** Olivine (AN055) frittée à 1000°C pendant 15 minutes ; **b.** Système biphasé (AN286) composé de 50 % vol. d'olivine et 50 % vol. d'orthopyroxène fritté à 1000°C pendant 15 minutes ; **c.** Orthopyroxène (AN054) fritté à 1100°C pendant 15 minutes.

de droite), les grains les plus gros ont un diamètre compris entre 2 et 2.5 fois le diamètre de grain moyen. De plus, la distribution est unimodale, resserrée sur une valeur comprise autour du diamètre moyen et peut être représentée par une fonction log-normale d'équation :

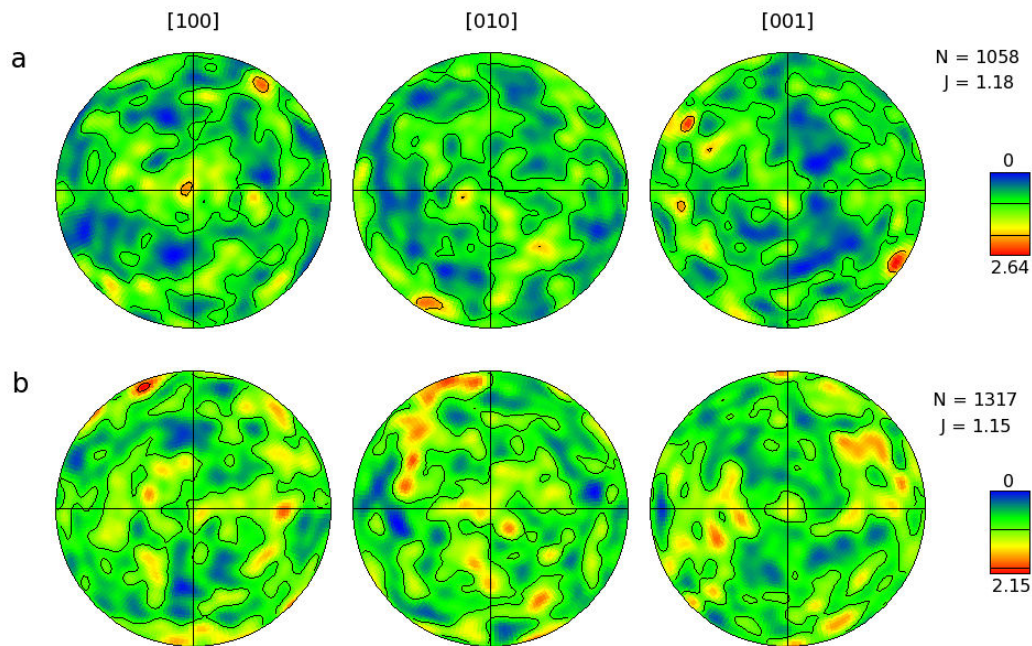
$$f = \frac{1}{x\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(\ln \frac{x}{\mu})^2}{2\sigma^2}}, \quad (3.1)$$

avec  $x$  le diamètre du grain normalisé,  $\mu$  la valeur moyenne de la distribution et  $\sigma$  est un paramètre empirique de forme de la courbe. La valeur moyenne  $\mu$  est proche de 1 pour l'agrégat d'olivine ainsi que pour les grains d'olivine et de pyroxène de l'échantillon biphasé. Pour le pyroxène, la valeur moyenne de la distribution est de 0.73. Le coefficient de corrélation  $R^2$  entre la courbe et les données est supérieur à 0.96 pour les différents échantillons, ce qui prouve que la distribution est bien log-normale. De telles distributions sont caractéristiques de l'évolution de la microstructure par croissance normale (Louat, 1974).

Le logiciel ImageJ assimile la forme d'un grain à une ellipse de grand axe  $\vec{a}$  et de petit axe  $\vec{b}$ . La colonne de gauche de la figure 3.6 présente l'angle entre l'axe  $\vec{a}$  et la direction de charge dans la presse SPS en fonction du rapport a/b (points) ainsi que la fréquence cumulée de ce dernier (courbe). L'insert, en bas à droite de l'image, est un diagramme en rose des vents de l'orientation du grand axe de l'ellipse (la verticale correspond à la direction de charge) normalisé par rapport à la surface. On remarque que l'orientation du grand axe est distribuée de façon uniforme pour tous les échantillons observés. Ainsi, les grains ne présentent pas d'orientation préférentielle de forme (OPF). De plus, le rapport a/b est compris entre 1 et 2 pour : 92.4 % des grains d'olivine, 94.1 % des grains de pyroxène, 90.1 et 94.8 % des grains d'olivine et de pyroxène du biphasé. Cela indique que la majorité des grains sont de forme globalement sphérique.

L'orientation préférentielle de réseau (OPR) des échantillons de départ a été déterminée par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD). Le protocole ne permet pas actuellement de réaliser des figures de pôles sur des échantillons frittés de pyroxène, la petite taille des grains est responsable de la mauvaise qualité des lignes de Kikuchi qui ne sont pas identifiables. Les figures de pôles ont été réalisées sur les grains d'olivine d'un échantillon biphasé composé de 70 % vol. d'olivine et 30 % vol. de pyroxène (AN368, Fig. 3.7a) ainsi que sur un échantillon d'olivine (AN369, Fig. 3.7b). Les valeurs de MUD maximales, 2.64 et 2.15 ainsi que les J-index de 1.18 et 1.15 pour le biphasé et l'olivine respectivement, sont toutes des valeurs proches de 1. Cela témoigne une fabrication de réseau très faible dans l'agrégat. On peut cependant noter une légère orientation préférentielle de l'axe (010) pour l'échantillon d'olivine dans la direction verticale.

Des analyses chimiques ont été réalisées par microsonde, par spectrométrie d'émission



**Figure 3.7** – Figures de pôles d'échantillons frittés par SPS pour les trois axes cristallographiques : **a.** pour les grains d'olivine d'un échantillon biphasé : AN368 (1058 points) ; **b.** pour une olivine : AN369 (1317 points). L'axe vertical correspond à la direction de charge. Le code couleur est associé à la valeur du MUD ou "multiple of uniform distribution". Les valeurs N et J correspondent au nombre de grains et au J-index.

optique par torche à plasma (ICP-OES) afin de déterminer la composition des éléments majeurs, et par analyseur carbone pour connaître la teneur en carbone dans les pastilles SPS (Table 3.3).

| Technique d'analyse | Echantillon | MgO (wt %) | FeO (wt %) | SiO <sub>2</sub> (wt %) | wt % Ol théorique | wt % Ol calculé | X <sub>Mg</sub> |
|---------------------|-------------|------------|------------|-------------------------|-------------------|-----------------|-----------------|
| ICP-OES             | AN056       | 37.94      | 7.88       | 54.06                   | 10                | 21              | 0.896           |
| Microsonde          | AL047       | 45.02      | 9.65       | 44.98                   | 77                | 74              | 0.893           |
|                     | AL112       | 45.74      | 9.92       | 44.56                   | 82                | 78              | 0.891           |

**Table 3.3** – Analyses chimiques réalisées sur les agrégats SPS par ICP-OES et microsonde électronique. Le pourcentage d'olivine théorique (en poids) est estimé à partir des valeurs d'analyses thermogravimétriques sur les nano-oxydes (Fig.3.2). Le pourcentage d'olivine (en poids) calculé ainsi que le X<sub>Mg</sub> sont déterminés à partir des analyses chimiques.

L'analyse par ICP-OES a été réalisée au laboratoire Géosciences Environnement Toulouse (GET). L'échantillon, initialement sous forme de poudre, a été préparé par fusion alcaline. Le principe consiste à faire fondre l'échantillon à 1100°C, en ajoutant un fondant, du tétraborate de lithium (Li<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>), et à le dissoudre dans de l'acide. Les analyses par microsonde électronique ont elles aussi été réalisées au laboratoire du GET sur des échantillons d'olivine contenant environ 20 % vol. de pyroxène et dont la taille de grain est inférieure à 500 nm. L'énergie et le rayon du faisceau incident permettent d'obtenir un spectre d'émission prove-



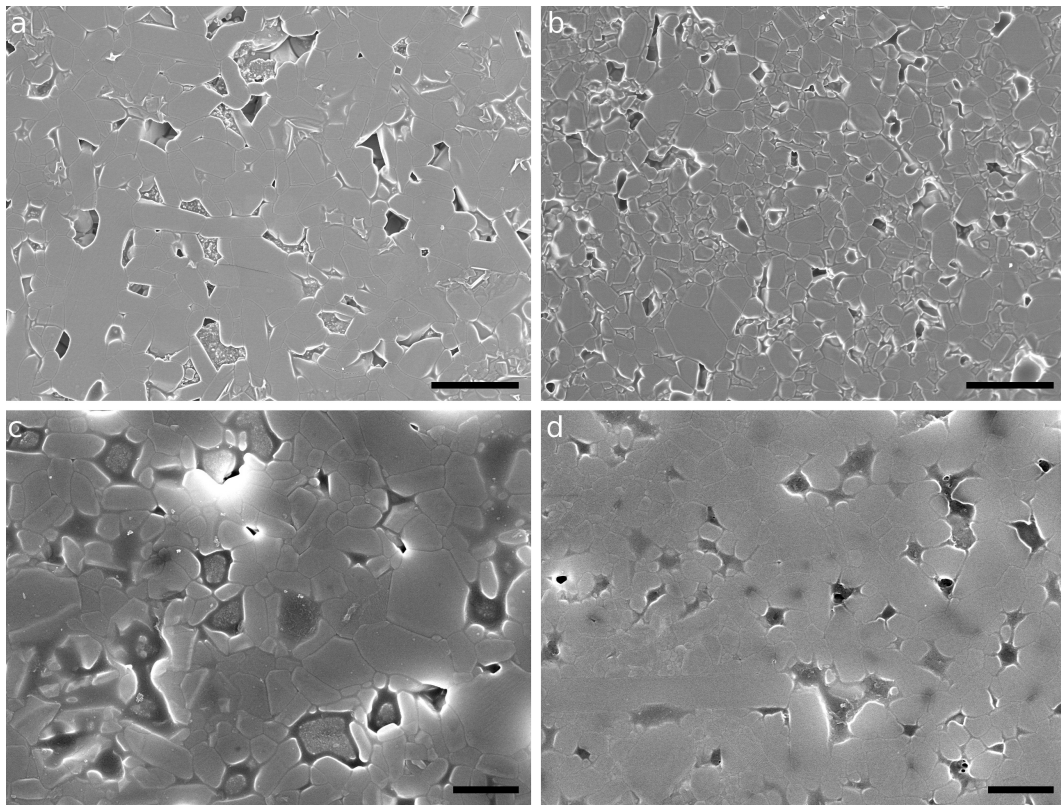
nant d'un nombre important de grains en raison de la taille de la poire d'interaction entre le faisceau et l'échantillon supérieure au micron. Cette composition peut donc être vue comme la composition moyenne de l'échantillon.

Lors du frittage flash, l'échantillon est placé au contact de feuilles de graphite qui peuvent diffuser dans l'échantillon. Une analyse de la teneur en carbone a donc été faite, au GET, sur un échantillon biphasé (AL711). Pour cela, on place l'échantillon sous forme de poudre dans un four à 850°C. Un flux d'oxygène permet d'oxyder le carbone en CO<sub>2</sub> afin de le doser. Les résultats témoignent d'une contamination très faible pendant le frittage avec une teneur en carbone de 0.074 wt % pour l'échantillon étudié.

### 3.3.1.2 Recuit à une atmosphère des agrégats SPS

La réalisation de céramiques possédant des tailles de grains aussi faibles offre la possibilité de contrôler la taille de grain en début d'expérience en faisant croître ou non les grains après frittage. Pour cela, une étude de croissance cristalline a été menée sur des échantillons SPS de forérite, enstatite et sur des systèmes biphasés pendant 24 heures entre 1200 et 1500°C, ainsi que sur une olivine et un pyroxène à 1100°C pendant 18h sous atmosphère contrôlée. Dans tous les cas, une porosité se développe jusqu'à inhiber totalement la croissance cristalline (Fig. 3.8). Ce comportement est similaire à celui observé par [Nichols et MacKwell \(1991\)](#) sur des échantillons d'olivine recuits à une atmosphère après frittage dans une presse Paterson à une pression de 300 MPa et 1200°C. La porosité est due à la présence de pores piégés à haute pression au cours du frittage SPS. Ceux-ci restent indétectables, autant au niveau des microstructures que lors du calcul de densité par la méthode d'Archimède. A haute température et basse pression (inférieure à la pression pendant le frittage), la mobilité des joints de grain devient suffisamment élevée pour dilater les pores. Pour empêcher le développement d'une telle porosité, l'échantillon doit rester à des pressions supérieures à la pression de frittage soit 100 MPa dans notre cas.

Face à ces difficultés, un second protocole de synthèse a été mis au point, le frittage sous vide.



**Figure 3.8** – Images MEB d'échantillons frittés par SPS et recuit à une atmosphère : **a.** Forstérite frittée à 1100°C pendant 5 minutes et recuite à 1400°C pendant 24 heures ; **b.** Echantillon biphasé (60 % forstérite et 40 % enstatite) fritté à 1100°C pendant 10 minutes et recuit à 1400°C pendant 24 heures ; **c.** Olivine (AN055) frittée à 1000°C pendant 15 minutes et recuit à 1100°C pendant 18h ; **d.** Pyroxène (AN054) fritté à 1100°C pendant 15 minutes et recuit à 1100°C pendant 18 heures. La barre noire représente 10 microns pour les deux premières images (a et b) et un micron pour les deux autres (c et d).

#### 3.3.2 Frittage sous vide

Le protocole de frittage sous vide a été largement inspiré par celui développé par [Koizumi \*et al.\* \(2010\)](#). Les échantillons synthétisés par cette équipe ont été utilisés pour différents types d'études : croissance cristalline à pression ambiante sur des échantillons de forstérite avec un pourcentage d'enstatite compris entre 0 et 42 % ([Hiraga \*et al.\*, 2010](#)), déformation uniaxiale à pression ambiante sur des échantillons de forstérite, enstatite et des biphasés ([Tasaka \*et al.\*, 2013a,b](#)).

La méthodologie utilisée au cours de la thèse est la suivante :

Les poudres de départ sont calcinées à une température plus faible que pour les expériences de frittage flash (entre 800 et 900°C) afin d'avoir des échantillons qui ont entièrement réagi mais qui conservent des tailles de grain les plus petites possibles et avec des surfaces

spécifiques élevées. Ces poudres sont ensuite pressées à froid à quelques MPa à l'aide d'une presse manuelle. Ces "green bodies" sont placés dans le four sous vide. La fugacité en oxygène est fixée en enrobant chaque échantillon dans une feuille de fer ou de nickel et en plaçant entre la feuille et l'échantillon de la poudre de FeO ou de NiO respectivement. Une fois l'enceinte sous vide, soit une pression dans le four autour de  $5 \times 10^{-3}$  Pa, la montée en température se fait en quelques heures jusqu'à la température de frittage. Durant cette montée, des dégazages sont repérés autour de 200 et 600°C par une légère hausse de la pression. La température de frittage est maintenue entre 5 et 12 heures puis abaissée en une dizaine d'heures. Une fois cette étape réalisée, l'échantillon est encore poreux (10 % de porosité en moyenne) contrairement aux échantillons frittés par Koizumi *et al.* (2010). Les échantillons frittés sous vide sont donc recuits une seconde fois à une atmosphère pour essayer de diminuer cette porosité.

Cette seconde étape est un recuit à haute température sous atmosphère contrôlée. La stratégie d'un tel recuit est de faire croître les grains à une pression plus importante que lors du frittage sous vide. En effet, les pores piégés lors du frittage sont des pores de basse pression. Pendant le recuit, la mobilité des joints de grain entraîne une diminution de volume de ces pores, ce qui augmente la densité de l'échantillon. Pour la suite, les échantillons frittés sous vide et recuits à une atmosphère seront appelés agrégats mixtes. Des échantillons d'olivine, pyroxène ainsi que des biphasés contenant 70 et 30 % vol. de pyroxène ont été frittés à différentes conditions. Les résultats obtenus sont décrits ci-dessous et renseignés dans l'annexe A.3. La figure 3.9 présente des exemples de microstructures d'agrégats mixtes pour une olivine, un système biphasé avec 70 % vol. d'olivine et un pyroxène. La figure 3.10 et la table 3.4 renseignent sur les principales caractéristiques obtenues sur ces derniers. De manière générale, les grains d'olivine et de pyroxène des trois frittés mixtes présentés ont une forme arrondie, avec un rapport a/b compris entre 1 et 2 pour la majorité des grains, et ne présentent pas d'orientation préférentielle de forme (orientation du grand axe  $\vec{a}$  de l'ellipse aléatoirement orientée). La distribution normalisée de la taille de grain peut être représentée par une distribution log-normale.

L'olivine (VRb15a-Ol, Fig. 3.9a, 3.10a et table 3.4) a été frittée à 1260°C pendant 5 heures sous vide puis recuite à 1300°C et 1420°C pendant 24 heures pour chaque température. La microstructure finale est composée de grains d'olivine et de pyroxène ayant une taille moyenne d'environ 3  $\mu\text{m}$ . En supposant que le nombre de grains étudiés est suffisamment élevé pour faire une étude statistique précise, on peut noter que la distribution de la taille des grains d'olivine est légèrement bimodale (avec une courbe log-normale qui présente un mauvais coefficient de corrélation  $R^2$ , de 0.895) avec deux populations de grains, une dont le diamètre normalisé est d'environ 0.5 et l'autre 1  $\mu\text{m}$ . Les grains d'olivine sont de forme sphérique, avec 92 % de grains qui peuvent être représentés par des ellipses avec un rapport a/b inférieur à 2.

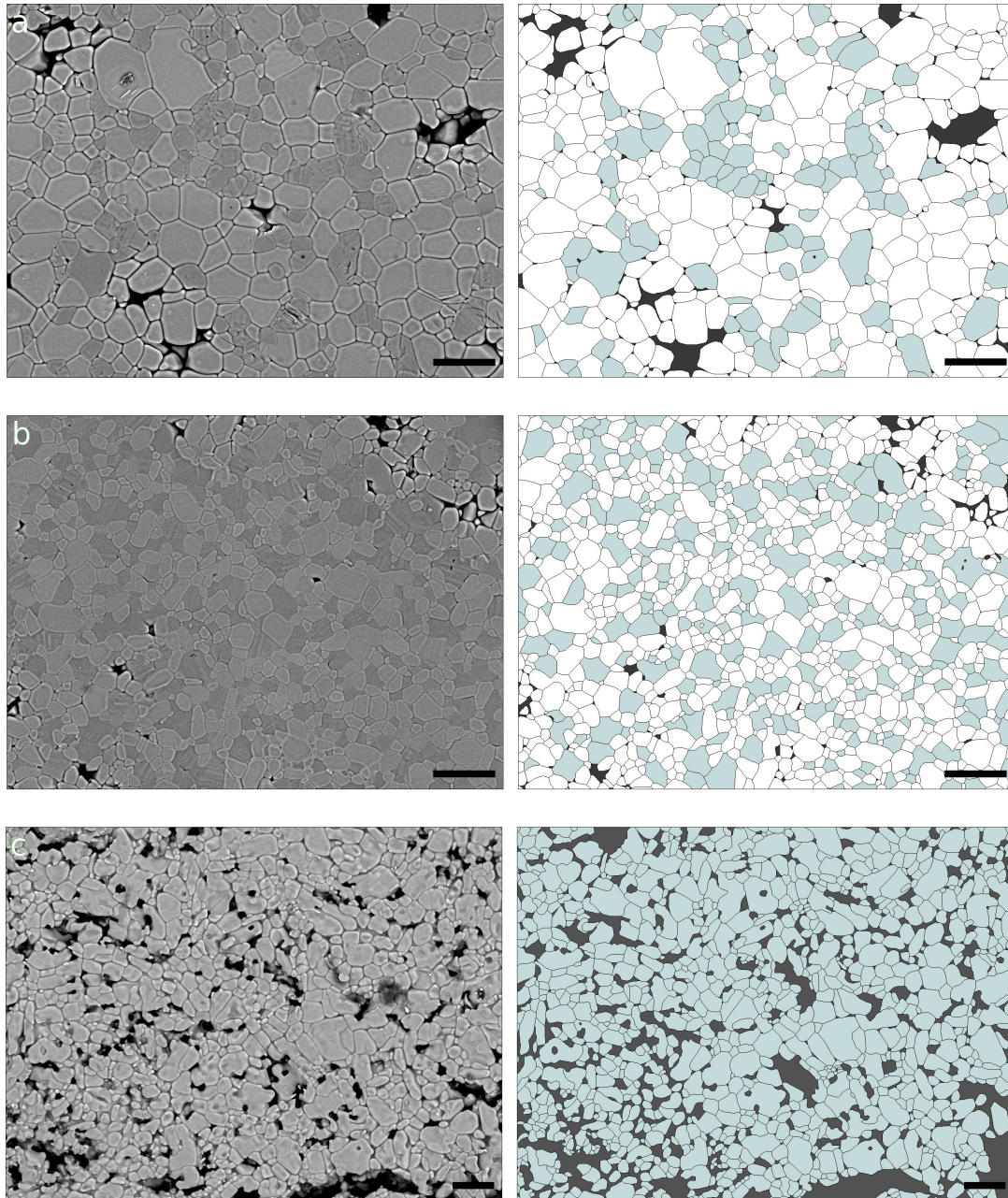
Le diagramme en rose des vents montre une légère orientation préférentielle de forme dans la direction verticale qui correspond à la direction de compression de la poudre. D'après les images MEB, l'échantillon contient environ 3 % vol. de porosité. Cette porosité est répartie de façon hétérogène dans la microstructure et reste limitée aux joints de grain. La densité de cet échantillon n'a pas pu être déterminée par la méthode d'Archimède car il a été utilisé entièrement pour les expériences de déformation (OLI63 et OLI64). Le pyroxène est présent à hauteur de 18 % vol. contrairement aux 10 % attendus. Cette différence peut s'expliquer par une évaporation du Mg durant le second palier du recuit à une atmosphère, à 1420°C pendant 24h également observée par Sano *et al.* (2006) lors de la synthèse sous vide de forstérite.

L'échantillon biphasé (VR19b-OI, Fig. 3.9b, 3.10b et table 3.4) composé de 70 % vol. d'olivine et 30 % de pyroxène a été fritté à 1260°C pendant 8h puis recuit à 1360 et 1420°C (12h pour chaque palier). La microstructure présente des grains de taille homogène, autour de 2 µm pour l'olivine et 2.5 µm pour le pyroxène. La porosité est estimée à 1.05 % vol. d'après les images MEB et à 7.6 % vol. d'après la méthode d'Archimède. Cette porosité est distribuée de façon hétérogène dans la microstructure. Le pourcentage de pyroxène présent dans l'assemblage, 67.9 % vol., correspond aux proportions attendues. Les deux phases sont bien distribuées au sein de l'échantillon. La distribution de la taille de grain normalisée est unimodale avec un diamètre normalisé entre 0 et 2.5 pour les deux phases. Les courbes log-normales qui approximent les deux distributions sont superposables avec une valeur moyenne de  $\mu$  autour de 0.93 et un coefficient de corrélation à 0.95. Concernant la forme des grains, 92.8 % et 94.4 % des grains ont un rapport a/b compris entre 1 et 2. Aucune orientation préférentielle de forme n'est visible.

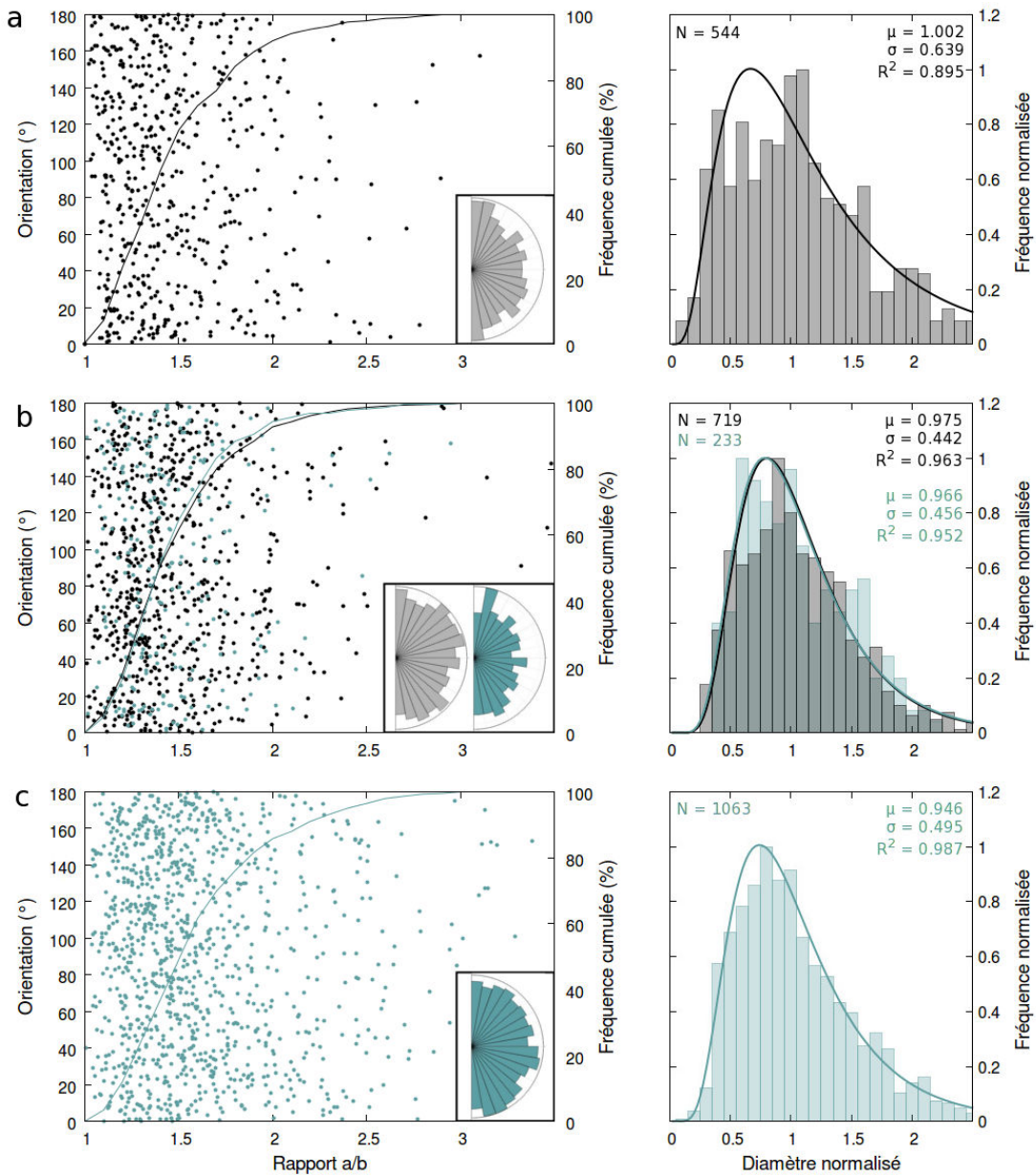
Le pyroxène (VR11b-Px, Fig. 3.9c, 3.10c et table 3.4) a été fritté à 1240°C pendant 5h puis recuit à 1360°C pendant 24h. L'agrégat obtenu est très poreux (porosité de 15.95 % vol. d'après les images MEB contre 8.7 % vol. d'après les mesures d'Archimède). Les grains ont une taille moyenne de 2.75 µm. En revanche, les tailles des grains montrent une distribution log-normale, avec une valeur moyenne  $\mu$  autour de 0.88 et un coefficient de corrélation très élevé (0.99). Les grains sont de forme légèrement aplatie en comparaison avec les autres échantillons (85.8 % des grains ont un rapport a/b inférieur à 2). En revanche, aucune direction préférentielle du grand axe  $\vec{a}$  n'est visible sur le diagramme en rose des vents. La difficulté de fritter de l'orthopyroxène vient de son polymorphisme. En effet, à pression ambiante, l'orthoestatite n'est stable qu'entre 550 et 1000°C, à plus basse température la phase stable est la low-clinoestatite et au-delà de 1000°C, la protoestatite (Carlson, 1985). Ces changements de phase induisent des changements structuraux, défavorables à la densification (Yang et Ghose, 1995).

L'orientation des grains d'olivine d'un échantillon biphasé contenant 70 % vol. de py-





**Figure 3.9** – Images MEB des échantillons frittés sous vide (colonne de gauche) et calques interprétatifs correspondant contenant les joints de grain ainsi que les différentes phases présentes : l'olivine en blanc, l'orthopyroxène en bleu et la porosité en noir (colonne de droite) : **a.** Olivine (VRb15a-OI) frittée à 1260°C pendant 5 heures sous vide et recuite à une atmosphère à 1300°C et 1420°C (24 heures pour chaque palier) ; **b.** Système biphasé (VR19b-OI) composé de 70 % d'olivine et 30 % d'orthopyroxène fritté à 1260°C pendant 8 heures sous vide et recuit à une atmosphère à 1360°C et 1420°C (12 heures pour chaque palier) ; **c.** Orthopyroxène (VR11b-Px) fritté à 1240°C pendant 5 heures sous vide et recuit à une atmosphère à 1360°C pendant 24 heures. L'échelle (barre noire) correspond à une longueur de 10 µm.

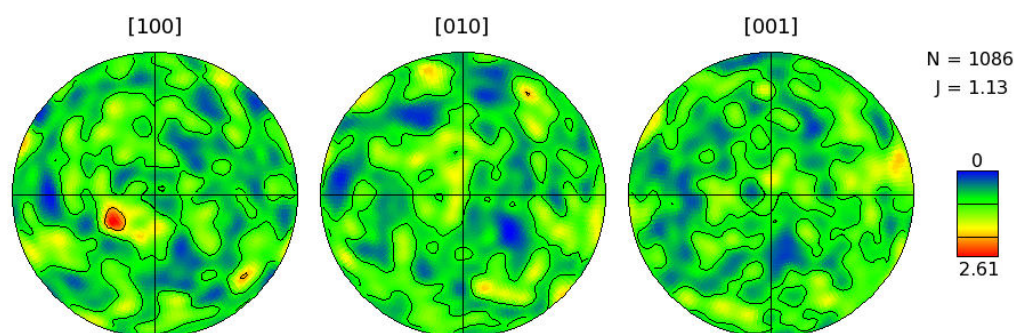


**Figure 3.10** – Caractéristiques des échantillons frittés sous vide. A partir du calque des joints de grain, le logiciel ImageJ approxime la forme du grain à une ellipse. La colonne de gauche représente l'orientation du grand axe de l'ellipse par rapport à la direction de compression en fonction du rapport entre le grand axe  $\vec{a}$  et le petit axe  $\vec{b}$  de l'ellipse (points) et la fréquence cumulée de ce dernier (courbe). L'encadré est un diagramme en rose des vents représentant l'orientation du grand axe  $\vec{a}$  (la verticale du diagramme correspond à la direction de compression). La colonne de droite est la distribution normalisée de la taille de grains (histogramme), la courbe est une fonction log-normale (Eq. 3.1) qui approxime au mieux la distribution. Les paramètres de la fonction et le nombre de grains utilisés sont indiqués. Sur les différents graphes, l'olivine et l'orthopyroxène sont représentés respectivement en noir et en bleu : **a.** Olivine (VRb15a-OI) ; **b.** Système biphasé (VR19b-OI) composé de 70 % d'olivine et 30 % d'orthopyroxène ; **c.** Orthopyroxène (VR11b-Px).

roxène (VR16a-Ol) a été étudiée par EBSD (Fig. 3.11). La valeur maximale du MUD de 2.61 ainsi que le J-index de 1.13, indiquent qu'il n'y a pas de fabrique de réseau visible.

|                          | Porosité estimée (%) | Porosité calculée (%) | % Olivine théorique | % Olivine calculé | dm ( $\mu\text{m}$ ) | N    |
|--------------------------|----------------------|-----------------------|---------------------|-------------------|----------------------|------|
| Olivine (VRb15a-Ol)      | 3.28                 | -                     | 90                  | 81.7              | 3.279                | 544  |
| Biphasé (Ol) (VR19b-Ol)  | 1.05                 | 7.6                   | 67.9                | 67.9              | 2.022                | 719  |
| Biphasé (OPx) (VR19b-Ol) |                      |                       |                     |                   | 2.461                | 233  |
| Orthopyroxène (VR11b-Px) | 15.95                | 8.7                   | -                   | -                 | 2.749                | 1063 |

**Table 3.4** – Caractéristiques des échantillons frittés sous vide. La porosité est calculée soit par la méthode d'Archimède soit estimée à partir des calques des images MEB. Le nombre de grains utilisés N pour déterminer la taille de grain moyenne dm est renseigné.



**Figure 3.11** – Figures de pôles des grains d'olivine dans un échantillon biphasé fritté sous vide (VR16a-Ol, composé de 70 % vol. de pyroxène) pour les trois axes cristallographiques. L'axe vertical correspond à la direction de compression du "green body". Le code couleur est associé à la valeur du MUD ou "multiple of uniform distribution". Les valeurs N et J correspondent au nombre de grains utilisés et au J-index.

Le frittage sous vide permet donc d'obtenir des échantillons avec des grains de taille homogène et micrométrique. La distribution normalisée ainsi que la répartition des deux phases sont similaires à celle du frittage SPS. Les échantillons ne présentent pas d'orientation préférentielle de forme ou de réseau (pour l'olivine). Le seul problème est la porosité résiduelle des échantillons. De plus, le protocole nécessite d'effectuer un recuit après le frittage sous vide contrairement à celui de Koizumi *et al.* (2010). Une telle différence de comportement peut être due à la qualité des poudres de départ. En effet, la porosité résiduelle dispersée dans la microstructure des agrégats mixtes semble être héritée d'une mauvaise qualité de la poudre avant frittage. Des essais pour améliorer la synthèse sont en cours actuellement. Par exemple, une différence de surface spécifique est observée entre deux échantillons frittés aux mêmes conditions selon que le mélange des oxydes de départ et de la poudre après calcination a été fait dans de l'eau déminéralisée ou de l'éthanol. Lorsque le mélange mécanique

est réalisé dans l'éthanol, la dispersion de la poudre d'olivine mesurée par analyse BET est de  $55.32 \text{ g.cm}^{-2}$  après calcination contre  $2.69 \text{ g.cm}^{-2}$  pour celle qui est mélangée dans l'eau (pour des conditions de calcination similaires). D'autre part, la poudre avant frittage n'est pas comprimée de façon hydrostatique à une pression de 200 MPa comme décrit dans l'étude de Koizumi *et al.* (2010) mais dans une presse manuelle à seulement quelques MPa.

Malgré tout, la porosité des agrégats mixtes n'a pas été un problème pour les expériences de déformation à haute pression. En effet, durant la pressurisation puis la chauffe, l'échantillon termine sa densification. Les échantillons réalisés par frittage flash et par frittage sous vide ont ainsi été utilisés pour les expériences de déformation décrites dans les chapitres 4, 5 et 6.





Chapitre **4**

# Déformation de l'olivine à basse température

## Sommaire

---

|            |  |           |
|------------|--|-----------|
| <b>4.1</b> | <b>Résumé de l'article</b> . . . . .                       | <b>79</b> |
| <b>4.2</b> | <b>Abstract</b> . . . . .                                  | <b>82</b> |
| <b>4.3</b> | <b>Introduction</b> . . . . .                              | <b>82</b> |
| <b>4.4</b> | <b>Experimental procedure</b> . . . . .                    | <b>84</b> |
| 4.4.1      | Starting material . . . . .                                | 84        |
| 4.4.2      | Deformation experiment . . . . .                           | 85        |
| 4.4.2.1    | Angular-dispersive diffraction . . . . .                   | 86        |
| 4.4.2.2    | Macroscopic strain . . . . .                               | 86        |
| 4.4.2.3    | Stress . . . . .   | 87        |
| 4.4.2.4    | Mean pressure versus confining pressure . . . . .          | 89        |
| <b>4.5</b> | <b>Results</b> . . . . .                                   | <b>89</b> |
| 4.5.1      | Strain . . . . .   | 89        |
| 4.5.2      | Pressure . . . . .   | 90        |
| 4.5.3      | Stress . . . . .   | 91        |
| <b>4.6</b> | <b>Discussion</b> . . . . .                                | <b>92</b> |
| 4.6.1      | Yield strength . . . . .                                   | 92        |
| 4.6.2      | Effect of pressure on low-temperature plasticity . . . . . | 94        |
| 4.6.3      | Comparison with other flow laws . . . . .                  | 98        |
| 4.6.4      | Consequences for mantle rheology . . . . .                 | 99        |

---



Ce chapitre est consacré à l'étude des mécanismes de déformation de basse température de l'olivine, à partir d'une expérience menée dans la presse D-DIA du synchrotron ESRF (Grenoble). Il est composé de l'article soumis dans le journal "Physics of the Earth and Planetary Interiors" et intitulé : *Effect of pressure on the strength of olivine at room temperature*.

### 4.1 Résumé de l'article

L'olivine étant la phase la plus abondante et considérée comme la moins visqueuse du manteau supérieur terrestre, de nombreuses études ont été menées dans le domaine du fluage dislocation et du fluage diffusion (*cf* chapitre 1). Alors que ces deux mécanismes sont considérés comme les principaux acteurs contrôlant la déformation du manteau terrestre, la plasticité basse température joue un rôle important dans les premiers kilomètres de celui-ci ainsi qu'au niveau des zones de subduction. En raison de difficultés techniques, ce mécanisme, en particulier l'effet de la pression, reste encore relativement peu étudié et mal contraint (Evans et Goetze, 1979; Meade et Jeanloz, 1990; Hunt *et al.*, 2009; Kawazoe *et al.*, 2009; Mei *et al.*, 2010; Druiventak *et al.*, 2011; Long *et al.*, 2011; Demouchy *et al.*, 2013).

L'échantillon déformé est un agrégat dense d'olivine synthétisé par frittage flash (AN055, *cf* chapitre 3, Fig. 3.5, 3.6 et 4.1) à grains fins (210 nm). Un cylindre de 1.2 mm de diamètre et 1.2 mm de longueur a été foré au coeur de la pastille SPS d'olivine et inséré au centre d'un assemblage cubique en époxy de bore de 10 mm de côté (*cf* chapitre 2, Fig. 2.7 et 4.2). L'assemblage a ensuite été placé dans la presse D-DIA installée sur la ligne ID06 du synchrotron ESRF (Grenoble), entre 6 enclumes en carbure de tungstène ayant une troncature de 6 mm. L'expérience (OL5) consiste en 4 cycles de compression-extension (nommés 1 à 4), à des pressions différentes et à température ambiante. Un faisceau collimaté monochromatique (0.22542 Å) a permis de mesurer *in situ* la contrainte différentielle  $\sigma$ , la pression moyenne,  $P$ , et de confinement,  $\sigma_h$ , et la déformation dans l'olivine ( $\epsilon$ ) au cours de l'expérience (Fig. 4.3, 4.4 et 4.5).

Les courbes contrainte *vs.* déformation obtenues (Fig. 4.6) montrent une évolution linéaire jusqu'à un point d'inflexion qui témoigne de la transition entre les domaines élastique et plastique. La contrainte correspondante est appelée limite élastique ou "yield strength" (*cf* chapitre 1, Fig. 1.3). Au-delà, la déformation devient plastique. La contrainte augmente alors jusqu'à atteindre un état stationnaire pour lequel celle-ci n'évolue plus avec la déformation.

Les valeurs de contrainte obtenues en état stationnaire ont été utilisées pour la détermination de la loi de déformation basse température de l'olivine.

Les résultats obtenus sur la limite élastique,  $\sigma_y$ , pendant les phases de compression indiquent que celle-ci augmente proportionnellement à la pression (Fig. 4.7). Une dépendance similaire est observée pendant les phases d'extension mais avec des valeurs beaucoup plus faibles, environ la moitié de celles en compression. Une telle différence est attribuée à un effet de la contrainte intermédiaire,  $\sigma_2$ .

A ces conditions expérimentales, et si la pression est suffisante pour éviter la fracturation, l'échantillon va se déformer plastiquement par glissement des dislocations limité par des obstacles. On parle de plasticité basse température ou mécanisme de Peierls. Cette loi peut s'exprimer sous la forme :

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n \exp\left[-\frac{E^* + PV^*}{RT} \left(1 - \left(\frac{\sigma}{\sigma_P(P)}\right)^p\right)^q\right], \quad (4.1)$$

avec  $\dot{\epsilon}$  la vitesse de déformation,  $\sigma$  la contrainte différentielle,  $P$  et  $T$  la pression et température ; les paramètres sont l'exposant de contrainte  $n$  (égal à 2 ou 0 en fonction du type de loi utilisée), l'énergie d'activation  $E^*$ , le volume d'activation  $V^*$ , la contrainte de Peierls  $\sigma_P(P)$ , la constante pré-exponentielle  $A$  et  $R$  la constante des gaz parfaits. Les constantes  $p$  et  $q$  sont fonction de la nature des obstacles qui limitent le glissement des dislocations avec  $0 \leq p \leq 1$  et  $1 \leq q \leq 2$ . La contrainte de Peierls est dépendante de la pression, avec :

$$\sigma_P(P) = \sigma_P^0(1 + \beta P), \quad (4.2)$$

$\sigma_P^0$  étant la contrainte de Peierls à pression ambiante et  $\beta$ , traité dans un premier temps comme étant fixé à  $\frac{G'_0}{G_0}$  ( $G_0$  et  $G'_0$  étant le module de cisaillement et sa dérivée en fonction de la pression, respectivement) puis comme un paramètre ajustable par la suite.

Des régressions non linéaires sur les résultats obtenus avec les cycles 2 à 4, ainsi que des données de déformation sur l'olivine, menées entre 25 et 400°C et pour des pressions entre 2 et 9 GPa, extraites de la littérature ont été réalisées pour différents couples  $(p, q)$  et en considérant  $\beta = \frac{G'_0}{G_0} = 0.021$ . Dans cette gamme de température, il est impossible de préférer un couple  $(p, q)$  plutôt qu'un autre. Il est tout de même important de noter que ces valeurs influent fortement sur la contrainte de Peierls, comprise entre 7.8 et 14.2 GPa (Fig. 4.9). De même pour l'énergie et le volume d'activation qui varient entre 171 et 280 kJ.mol<sup>-1</sup> pour  $E^*$  et entre 4 et 10 cm<sup>3</sup>.mol<sup>-1</sup> pour  $V^*$ . Aucun des modèles ne permet de rendre compte de manière satisfaisante de la forte dépendance de la contrainte en fonction de la pression (Fig. 4.8). Pour cela, une régression non linéaire a été effectuée avec  $p = 3/4$  et  $q = 4/3$  et en considérant  $\beta$  comme un paramètre ajustable. Les résultats conduisent aux paramètres retenus pour la

suite :  $\sigma_p^0 = 7.4 (0.7) \text{ GPa}$  ;  $Q = 232 (60) \text{ kJ.mol}^{-1}$  ;  $A = 2.2 (0.7) \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}.\text{MPa}^{-2}$  ,  $\beta = 0.09$  et un volume d'activation  $V^*$  proche de 0 ( $1.6 \pm 1.7 \text{ cm}^3.\text{mol}^{-1}$ ) (Fig. 4.10).

En considérant une plaque lithosphérique de 50 km d'épaisseur, en subduction avec une vitesse de 10 cm par an, la loi déterminée ci-dessus prédit une viscosité comprise entre  $10^{23}$  et  $10^{24} \text{ Pa.s}$ , 10 à 1000 fois plus élevée que la viscosité du manteau environnant (Fig. 4.11).

## Effect of pressure on the strength of olivine at room temperature

Arnaud PROIETTI<sup>a</sup>, Misha BYSTRICKY<sup>a</sup>, Jérémy GUIGNARD<sup>b\*</sup>, Frédéric BEJINA<sup>a</sup>, Wilson CRICHTON<sup>b</sup>

<sup>a</sup> *Institut de Recherche en Astrophysique et Planétologie (IRAP), OMP, CNRS & Université Paul Sabatier Toulouse III, France.*

<sup>b</sup> *European Synchrotron Radiation Facility (ESRF), 71 avenue des Martyrs, 38000 Grenoble, France.*

### 4.2 Abstract

Very-fine grained fully-dense olivine aggregates were deformed in a D-DIA press at room temperature and pressures ranging from 3.5 to 6.8 GPa, at constant strain rates between  $6 \times 10^{-6}$  and  $2.2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . A weighted non-linear least square fit of a dataset including our results and data from other high-pressure studies to a low-temperature plasticity flow law yields a Peierls stress  $\sigma_p^0 = 7.4$  (0.5) GPa and an activation energy  $E^* = 232$  (60)  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ . The dependence of the Peierls stress to pressure,  $\sigma_p = \sigma_p^0(1 + 0.09P)$ , appears to be larger than the value predicted by the formulation proposed by Frost et Ashby (1982). With such a dependence, the activation volume  $V^*$  is close to zero. Extrapolation to natural conditions yields a viscosity of  $\sim 10^{23} - 10^{25} \text{ Pa}\cdot\text{s}$  for a cold subducting slab at depths of 50-100 km.

### 4.3 Introduction

As the most abundant and possibly the weakest phase of the upper mantle, olivine has been the subject of a large number of experimental deformation studies performed either in the dislocation creep regime (*e.g.*, Carter et Avé Lallemant (1970); Chopra et Paterson (1984); Karato *et al.* (1986); Li *et al.* (2006)) or the diffusion creep regime (*e.g.*, Hirth et Kohlstedt (1995a); Mei et Kohlstedt (2000a); Nishihara *et al.* (2014)). However, while dislocation and diffusion creep are typically considered the main deformation mechanisms in the bulk mantle, low-temperature plasticity may play an important role in the shallow upper mantle and may

---

\*. Now at Géosciences Environnement Toulouse (GET), OMP, Université Paul Sabatier Toulouse III, France.

also control the rheology of subducting slabs (Karato *et al.*, 2001). In particular the strength of olivine is a key parameter to determine the stress storage capacity of subducting rocks that may be released in deep earthquakes.

Because of the technical difficulties encountered when performing high stress deformation experiments, the low-temperature strength of olivine has rarely been studied. Evans et Goetze (1979) determined a low-pressure and low-temperature ( $\leq 800^\circ\text{C}$ ) flow law for olivine from indentation experiments on single crystals. Katayama et Karato (2008) performed shear deformation experiments under wet conditions between 1000 and 1100°C and at 2 GPa using a Griggs-type apparatus. In the same apparatus, Druiventak *et al.* (2011) focused on the evolution of the microstructure of a natural peridotite deformed in uniaxial compression as a function of temperature (between 25 and 600°C) and pressure (between 1 and 3 GPa). Demouchy *et al.* (2013) deformed dry single crystals of San Carlos olivine in a gas-medium apparatus at a pressure of 300 MPa between 800 and 1090°C. These authors predict a low strength for olivine at low temperature based on their own experimental results and on selected data from previous deformation studies performed on olivine single crystals (Phakey *et al.*, 1972; Demouchy *et al.*, 2009) and aggregates (Durham et Goetze, 1977; Evans et Goetze, 1979; Long *et al.*, 2011).

Experiments at higher pressures were conducted by Meade et Jeanloz (1990) and Chai *et al.* (1998). In both studies, the shear strength of olivine was estimated by ruby spectroscopy in a Diamond Anvil Cell (DAC) at pressures up to 30 GPa and at room temperature. They observed an increase in strength from  $\sim 2\text{--}3$  GPa at room pressure to  $\sim 7\text{--}9$  GPa at a mean pressure of 30 GPa.

Thanks to the development of synchrotron high-pressure beamlines, X-ray diffraction can now be used to determine pressure and differential stress *in situ* (Uchida *et al.*, 1996; Weidner *et al.*, 1998; Singh *et al.*, 1998). Consequently, high-pressure low-temperature rheology of olivine has been studied using the relaxation technique (DIA- and Kawai-type presses; Raterron *et al.* (2004); Yamamoto *et al.* (2008)) and by performing deformation experiments under compression (Deformation-DIA or D-DIA) or torsion (RDA) (Kawazoe *et al.*, 2009; Mei *et al.*, 2010; Long *et al.*, 2011). In addition, Hunt *et al.* (2009) used neutron diffraction to estimate the evolution of strength with temperature at a pressure of 5 GPa during relaxation experiments in a Paris-Edinburgh press.

In all of these studies, the effect of pressure remains poorly constrained. For instance, Kawazoe *et al.* (2009) deformed a polycrystalline olivine aggregate in a RDA press at pressures ranging from 5 to 10 GPa. Comparison with other flow laws lead to an estimation of an activation volume around  $30\text{ cm}^3\cdot\text{mol}^{-1}$ . On the other hand, Mei *et al.* (2010) observed a behavior apparently mostly insensitive to pressure between 5 and 9 GPa.



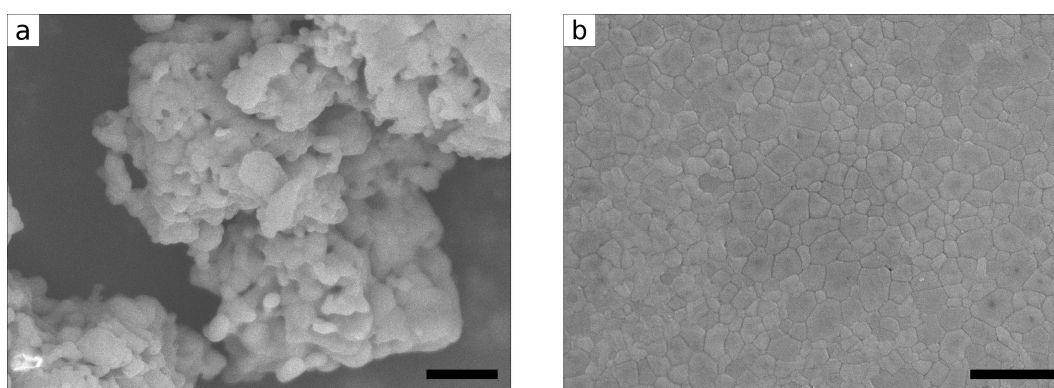
In this study, a synthetic fined-grained aggregate of olivine was deformed in a D-DIA press at room temperature and at pressures between 3.5 and 6.8 GPa. The experiment consisted of four different shortening-lengthening cycles at different pressures and at constant displacement rates. Results and existing experimental data from previous studies were used to determine a flow law taking pressure dependence into account. The evolution of the Peierls stress ( $\sigma_P$ ) with pressure is discussed. We conclude with some remarks on the rheology of subducting slabs.

## 4.4 Experimental procedure

### 4.4.1 Starting material

The starting material was prepared by mixing nano-size powders of MgO, SiO<sub>2</sub> and Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in stoichiometric proportions to obtain Mg<sub>1.8</sub>Fe<sub>0.2</sub>SiO<sub>4</sub>. The resulting powders were dried and reacted at high temperature (1000-1100°C) for 2h in a one-atmosphere furnace under controlled oxygen fugacity close to the iron-wüstite (IW) oxygen buffer. We verified that the final powder was pure olivine by X-ray diffraction. Imaging using a field emission gun scanning electron microscope (FEG-SEM JEOL 6700F) shows a highly-dispersed powder with a grain size between 100 and 200 nm (Fig.4.1a).

Dense aggregates were obtained by spark plasma sintering (SPS) at a pressure of 100 MPa and a temperature of 1000°C. Details of the experimental setup can be found in [Béjina et Bystricky \(2009\)](#) and [Guignard \*et al.\* \(2011\)](#). Analysis of the sintered olivine ceramic (grain



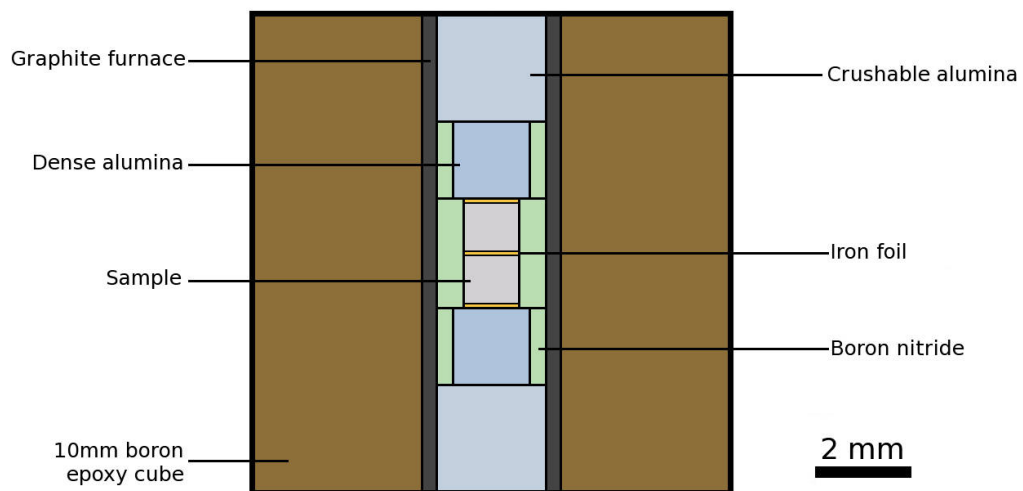
**Figure 4.1** – SEM images of the starting material : a. Highly dispersed olivine powder, before sintering. The scale bar represents 500 nm. b. Fully-dense aggregate sintered by SPS. The scale bar represents 1  $\mu\text{m}$ .

size, grain size distribution and porosity) was performed on SEM images (same microscope as above). The microstructure appears well equilibrated and composed of grains with a low aspect ratio and an homogeneous grain size around 200 nm (Fig.4.1b). The porosity estimated by image analysis is consistent with that measured by the Archimedes method (less than 1%). The grain sizes in the microstructure and in the powder are similar, indicating that grain growth was limited during sintering.

A cylinder of 1.2 mm in diameter and 1.2 mm in length was cored in the olivine ceramic for the deformation experiment.

#### 4.4.2 Deformation experiment

A deformation experiment was performed in a 2000-ton uniaxial D-DIA press with 6 mm truncation WC anvils, installed at the ID06 beamline of the European Synchrotron Light Source (ESRF), Grenoble, France (setup described in [Guignard et Crichton \(2015\)](#)). The cell-assembly was a 10 mm edge boron epoxy (BE) cube drilled at the center of a face. In the assembly, the sample was surrounded by dense and crushable alumina pistons. Sample and pistons were placed in an hexagonal boron nitride (hBN) jacket which was used as a pressure medium and as a pressure marker (Fig.4.2). In this study, a second sample, orthoenstatite, was also loaded in the cell assembly with an olivine specimen. We will only focus here on olivine rheology. Iron foils were placed at both ends of the samples in order to monitor changes



**Figure 4.2** – Cross section of the D-DIA cell assembly used. Despite present, the graphite furnace was not used during this experiment. At the center of the assembly, two samples (olivine and orthopyroxene) were separated by an iron foil.

in sample length by X-ray radiographies during the experiment.

The experiment consisted of four deformation cycles (named steps 1 to 4) at different pressures and room temperature. Before the beginning of each cycle (except for steps 1 and 2) the vertical differential rams were retracted in order to place the sample in extension. A uniaxial compression was then applied on the sample by approaching the differential rams at a constant speed of 200  $\mu\text{m}$  per hour. After a finite strain of about 10%, the differential rams were retracted at the same speed until a new extension configuration was reached. At the end of the cycle, pressure was increased and another deformation cycle was performed. Unfortunately, the deformed sample could not be recovered because of a blowout at the end of the experiment.

#### 4.4.2.1 Angular-dispersive diffraction

A collimated monochromatic beam (0.22542  $\text{\AA}$ ) was used to obtain angular-dispersive diffraction patterns collected on a linear detector. Rotation of the detector around the beam axis allowed diffraction data to be recorded as a function of the azimuth  $\psi$ , defined as the angle between the diffraction vector and the compression direction (Guignard et Crichton, 2015). The full rotation is accomplished in about 50 seconds. All diffraction patterns were then stacked and processed with Fit2d software (Hammersley, 1997). Before the experiment,  $\text{LaB}_6$  powder was used to calibrate geometric parameters such as beam center, sample-detector distance, detector zero-pixel radius, the orientation of the detector azimuth plane and the center of the azimuthal rotation axis with respect to the incident beam direction and position. Thus, collected 2D-data could directly be converted to  $d$ -spacings as a function of  $\psi$ . Fig.4.3b is an example, under hydrostatic conditions, of a stack of olivine diffraction patterns collected at every degree of azimuthal angle as a function of  $d$ -spacing. We used olivine  $hkl$  peaks (021), (130), (131), (112) to determine pressure and stress and the hBN (002) peak for pressure determination only. Hydrostaticity is evidenced by the fact that  $d$ -spacing is independent of azimuth. Fig.4.3a,c are examples of diffraction patterns taken in extension and compression configurations, respectively.

#### 4.4.2.2 Macroscopic strain

Radiographies were taken between each diffraction pattern using a YAG crystal and monitored on a CCD camera. Iron foils placed at the sample ends create a contrast that allows

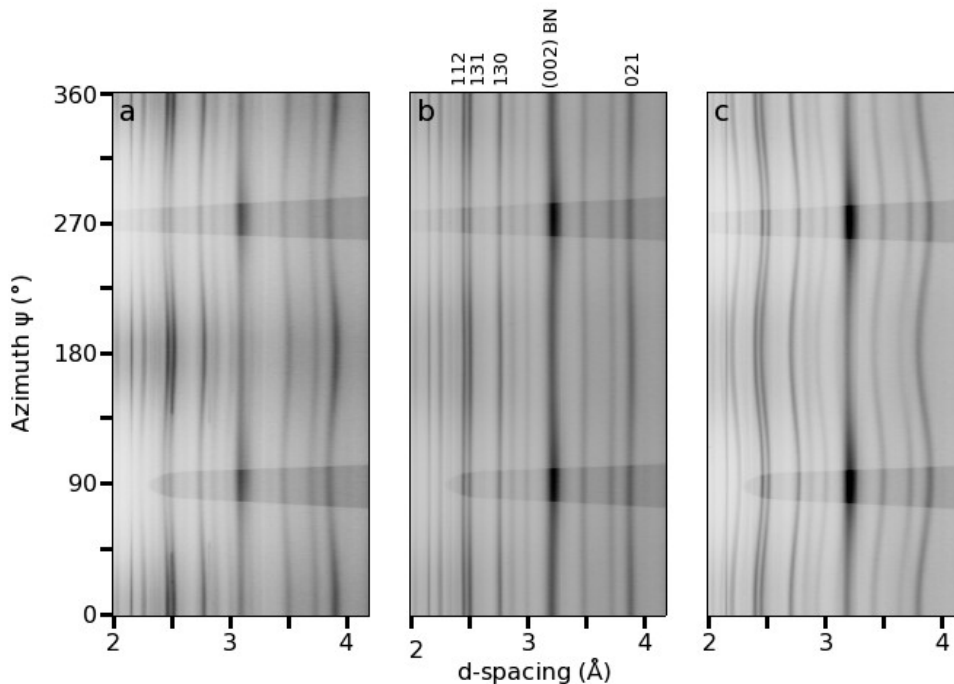
determination of the length of the sample during the experiment. Strain,  $\varepsilon(\%)$ , was calculated by taking the ratio between sample length,  $l$ , and the initial sample length,  $l_P$  :

$$\varepsilon(\%) = \ln\left(\frac{l}{l_P}\right) \quad (4.3)$$

The initial length,  $l_P$ , corresponds to the length of the sample under hydrostatic conditions, *i.e.* when  $d$ -spacing is independent of azimuth. For each step, new values of  $l_P$  are defined, one for the extension cycle and a second one for the compression cycle.

#### 4.4.2.3 Stress

Stress in the polycrystal was calculated using the elastic properties of olivine (Singh, 1993; Singh et Balasingh, 1994; Singh *et al.*, 1998; Uchida *et al.*, 1996). This method estimates the differential stress applied on the sample from lattice elastic strains. The measured  $d$ -spacing,



**Figure 4.3** – X-ray diffraction patterns showing  $d$ -spacings as a function of the azimuth ( $\psi$ ), acquired during an extension-compression cycle : a. Extension. b. Hydrostatic conditions. c. Compression. The diffraction lines for the  $hkl$  planes used to determine stress and pressure are identified : (021), (130), (131), (112) for olivine and (002) for hexagonal boron nitride. The grey regions around  $90^\circ$  and  $270^\circ$  correspond to forward scattering through the sample. We only show here the range of  $d$ -spacing 2 to 4.5 Å. Outside this region, diffraction peaks become difficult to fit and therefore were not used.

$d_m^{hkl}$ , is expressed as a function of the  $d$ -spacing under hydrostatic conditions,  $d_p^{hkl}$ , the azimuth,  $\psi$ , and a term  $Q^{hkl}$  :

$$d_m^{hkl} = d_p^{hkl} \left[ 1 + (1 - 3 \cos^2 \psi) Q^{hkl} \right] , \quad (4.4)$$

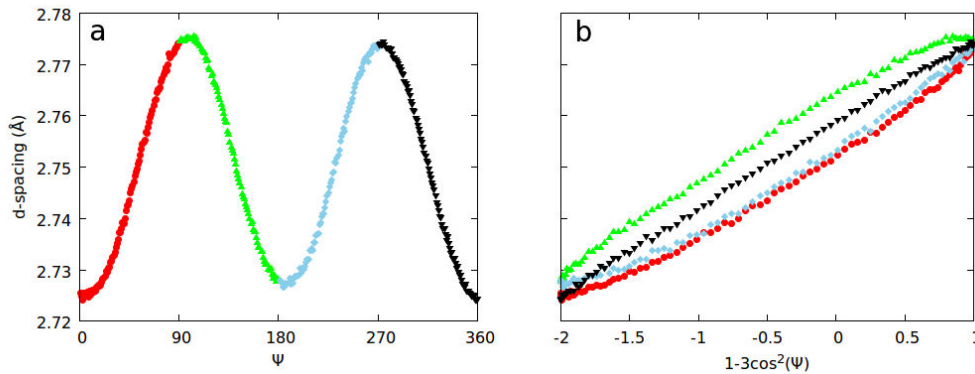
with, assuming iso-stress conditions (*i.e.* Reuss conditions) :

$$Q^{hkl} = \frac{\sigma^{hkl}}{6G_R^{hkl}} , \quad (4.5)$$

where  $G_R^{hkl}$  is the so-called x-ray shear modulus and  $\sigma^{hkl}$  is the stress measured on a given  $hkl$  lattice plane.

Unit-cell parameters and volumes are recalculated from the  $d_p^{hkl}$  to determine pressure.

Fig.4.4a is an example of the variation of  $d$ -spacing values for the olivine peak (130) as a function of azimuth. The sinusoidal shape of the curve is characteristic of non-hydrostatic conditions. The same data plot on a straight line as a function of  $(1 - 3 \cos^2 \psi)$  (Fig.4.4b) according to Eq.4.4. Differences between the four quadrants can be attributed to a shear deviation component or a small angular deviation between the maximum stress direction and the vertical loading direction (Merkel, 2006). A linear regression to the complete dataset yields a slope proportional to  $Q^{hkl}$  and an intercept equal to  $d_p^{hkl}$ . Thus, a differential stress is obtained for each one of the four  $hkl$  planes studied and the average of this values is taken as the mean differential stress  $\sigma$ .



**Figure 4.4** – Example of diffraction data for the (130)  $hkl$  plane of olivine during deformation in compression. a. Evolution of the  $d$ -spacing as a function of the azimuth ( $\psi$ ) showing the characteristic sinusoidal shape of the curve. Symbols (colors) correspond to specific quadrants on the azimuth space : circles (red) for azimuth values  $\psi$  between 0 and 90°, triangles (green) for 90° <  $\psi$  ≤ 179°, diamonds (blue) for 180° ≤  $\psi$  ≤ 269° and inverted triangles (black) for 270° ≤  $\psi$  ≤ 360°. b. Evolution of the  $d$ -spacing as a function of  $1 - 3 \cos^2(\psi)$ . Each quadrant shows a slightly curved line with a positive slope. Differences between each quadrant denote a non-vertical compression direction and a shear component as mentioned in Merkel (2006).

#### 4.4.2.4 Mean pressure versus confining pressure

Confining pressure was estimated using the (002) hexagonal boron nitride peak and the equations of state of [Solozhenko \*et al.\* \(1995\)](#) and [Le Godec \*et al.\* \(2000\)](#). The assumption was made that the a-axis is incompressible at the pressures of our experiments, as proposed by [Solozhenko \*et al.\* \(1995\)](#). The two equations of state give a systematic pressure difference of about 0.26 to 0.42 GPa (Fig.4.5 and Table 4.1).

For olivine, mean pressure and confining pressure were determined from volume calculated using  $d_p^{hkl}$  values (Eq.4.4) and the following elastic parameters : [Isaak \(1992\)](#) for the bulk modulus and [Kumazawa et Anderson \(1969\)](#) for its pressure and temperature derivatives. Mean pressure and confining pressure are related by the equation :

$$P = \sigma_h + \frac{\sigma}{3} , \quad (4.6)$$

with  $P$  the mean pressure,  $\sigma_h$  the horizontal stress component and  $\sigma$  the differential stress. As discussed below,  $\sigma_h$  corresponds to confining pressure, without the influence of the deviatoric part of the stress field. It is important to note that the effect of pressure on creep is always described by the mean pressure  $P$ . From here on, the term pressure will refer to mean pressure.

## 4.5 Results

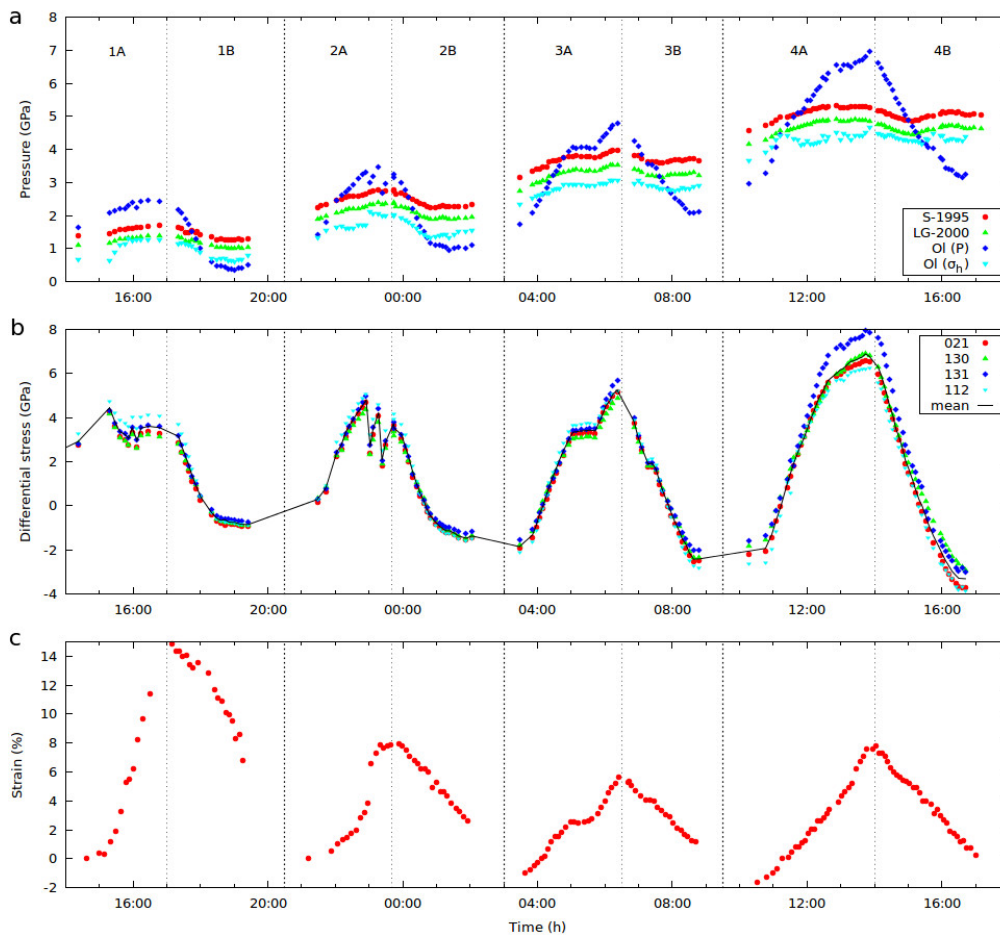
### 4.5.1 Strain

Strain reported in Fig.4.5c for each step is the strain relative to the length of the sample under hydrostatic conditions during compression. Since the sample was already in compression at the start of step 1,  $l_p$  was taken as the length of the sample in the first image taken. On the other hand, step 2 begins under hydrostatic conditions whereas at the start of steps 3 and 4, the sample is elongated by 1 and 2% respectively. Strain rates vary between  $6 \times 10^{-6}$  and  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  during the entire experiment. The large strain recorded during step 1, over 14%, may be due to brittle microfractures developing in the sample at the low pressure conditions. The rapid increase in strain rate during step 2 is correlated with stress drops, another evidence for microfracturing. After each cycle, comparison of the lengths under hydrostatic

conditions during compression and extension indicates a shortening of the sample between 2 and 6%, suggesting that plastic deformation occurred during the experiment.

#### 4.5.2 Pressure

As can be seen in Figure 4.5,  $\sigma_h$  measured in the boron nitride (hBN) varies only slightly during each deformation step. By contrast, the mean pressure estimated in the olivine aggregate



**Figure 4.5** – Evolution of experimental conditions as a function of time : a. Horizontal stress component,  $\sigma_h$ , estimated with two different equations of state for hexagonal boron nitride : *Solozhenko et al. (1995)* (named S-1995) and *Le Godec et al. (2000)* (named LG-2000). Pressure (P) and confining pressure ( $\sigma_h$ ) are also estimated from olivine diffraction data. b. Differential stress values calculated from (021), (130), (131), (112) reflections of olivine and mean differential stress taken as the average of the four values. Note that the dwell time in the middle of the compression of step 3 is due to an interruption of the displacement of the differential rams. c. Strain calculated as a function sample length when it is stress-free for each cycle. Each step of the experiment is named with a number indicating the step considered and a letter A or B to discriminate the compression and extension part of the step, respectively.



| Step | Load<br>(tons) | $P_{BN}$<br>(GPa) | $\sigma_h$<br>(GPa) | $\epsilon$<br>(%) | $\dot{\epsilon}$<br>( $10^{-5} s^{-1}$ ) | Flow stress       |                   | Yield strength |                     |
|------|----------------|-------------------|---------------------|-------------------|--|-------------------|-------------------|----------------|---------------------|
|      |                |                   |                     |                   |  | $P_{Ol}$<br>(GPa) | $\sigma$<br>(GPa) | $P_{Ol}$       | $\sigma_y$<br>(GPa) |
| 1A   | ~ 40           | 1.18              | 0.95                | 15.20             | 2.24                                     | -                 | -                 | -              | -                   |
| 1B   |                |                   |                     | -4.88             | -0.96                                    | 0.6               | -1.0              | 0.8            | -0.4                |
| 2A   | ~ 60           | 2.14              | 1.72                | 7.88              | 0.79                                     | 3.4               | 5.2               | 3.1            | 4.0                 |
| 2B   |                |                   |                     | -3.57             | -0.74                                    | 1.1               | -1.7              | 1.5            | -0.7                |
| 3A   | ~ 80           | 3.24              | 2.80                | 5.61              | 0.91                                     | 4.7               | 5.7               | 4.1            | 3.8                 |
| 3B   |                |                   |                     | -1.71             | -0.59                                    | -                 | -                 | -              | -                   |
| 4A   | ~ 100          | 4.60              | 4.46                | 7.60              | 0.80                                     | 6.8               | 7.1               | 6.2            | 5.1                 |
| 4B   |                |                   |                     | -4.30             | -0.68                                    | 3.3               | -3.6              | 3.7            | -2.1                |

**Table 4.1** – Experimental conditions and main results obtained. Numbers in parenthesis indicate one standard deviation.

gate increases markedly during compression and decreases during extension. For example, during step 3, mean pressure changes from 1.7 to 4.8 GPa during compression and decreases to 2.1 GPa at the end of the cycle. Recalculating  $\sigma_h$  in olivine using equation 4.6 yields values that follow the same trend as the ones measured in boron nitride with a slight offset (Figure 4.5a). From here on, the pressure measured in olivine will be taken as the mean pressure.

### 4.5.3 Stress

As mentioned above, stress is estimated using each of the four peaks of olivine and the mean stress is taken as the average of these four values. Stress varies from -4 GPa (extension) to +8 GPa (compression) during the experiment (Fig.4.5). All peaks give similar stress estimates, except during step 4, where peak (131) indicates a stress that is higher than the others by about 1 GPa.

The first deformation step begins with an average stress of ~ 4 GPa at a pressure of 2 GPa, far beyond the Goetze criterion. This indicates that microcracking may be taking place in the sample. This may also be the case during the second step (stress of ~ 4.5 GPa for a pressure of 3.5 GPa) where two stress drops of 2 GPa occur at the end of the compression. The other steps do not show any evidence for brittle fracturing.

Steady state flow stresses were determined using average stress *vs.* strain curves during compression and extension (Fig.4.6). When steady state was not reached entirely, data were extrapolated to ~ 8-10% to estimate  $\sigma$ . Flow stress values and corresponding pressures are reported in Table 4.1.

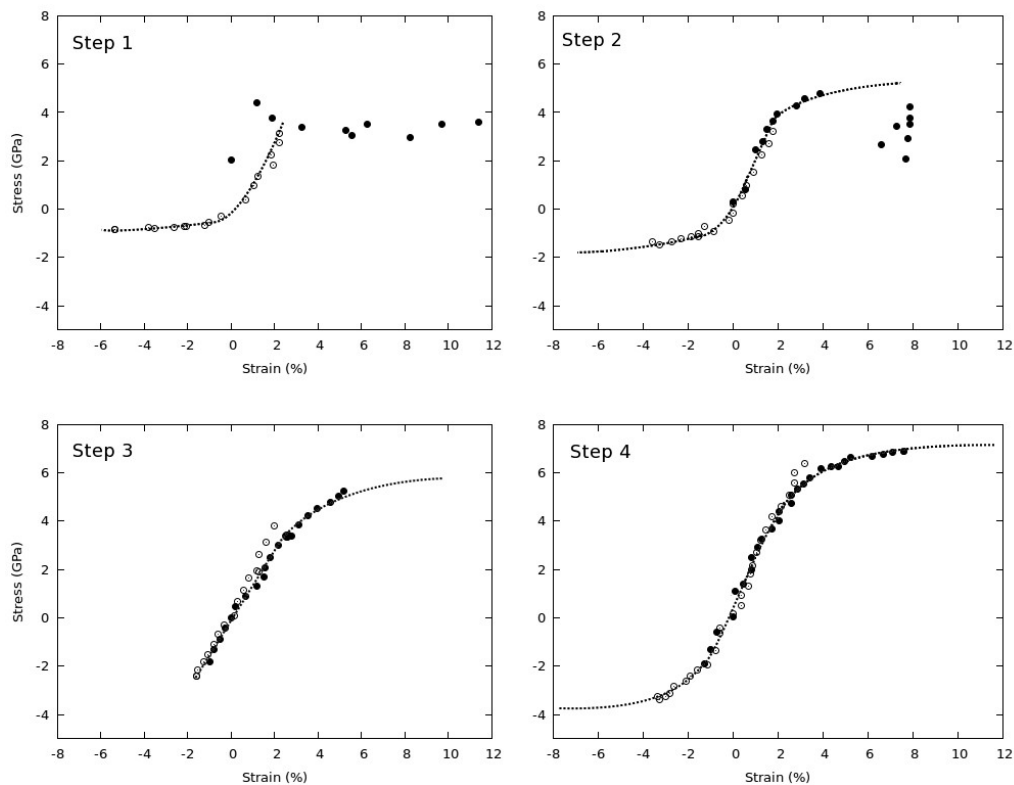


Stress-strain curves were also used to determine the yield strength, defined as the stress where a deviation from the linearity is observed. Values of yield strength in compression and in extension and corresponding pressures are also reported in Table 4.1.

## 4.6 Discussion

### 4.6.1 Yield strength

Yield strength values during compression are consistent with those obtained from relaxation experiments performed by *Raterron et al. (2004)* and those estimated from data by *Yamamoto et al. (2008)* (Fig.4.7). The yield strength increases linearly from 4 to 6 GPa for pressures going from 3 to 9 GPa. It also shows a similar dependence with pressure during extension, but values are about half of those during compression. A linear regression leads to



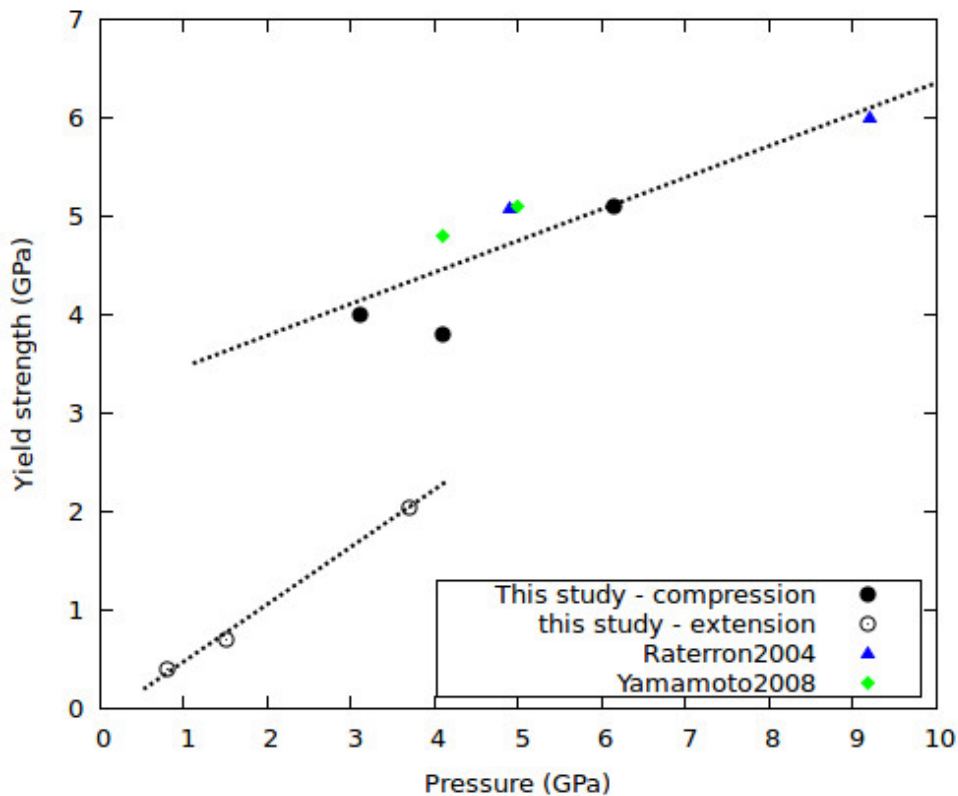
**Figure 4.6** – Mean differential stress as a function of strain during compression (solid circles) and extension (open circles) for steps 1 to 4. For each step, strain is calculated independently in compression and in extension by taking sample length at hydrostatic conditions as the starting length.

expressions for yield strengths,  $\sigma_y$ , in compression and extension :

$$\sigma_y^{\text{comp}} = 0.32P + 3.15 , \quad (4.7)$$

$$\sigma_y^{\text{ext}} = 0.58P - 0.11 , \quad (4.8)$$

where  $P$  is mean pressure. Using data on ringwoodite (Nishiyama *et al.*, 2005) we also noticed a difference in yield strength for compression and extension. This shift is likely due to the effect of the intermediate stress,  $\sigma_2$ , on yield strength in extension ( $\sigma_1 = \sigma_2 > \sigma_3$ , with  $\sigma_1$  and  $\sigma_2$  the lateral stresses and  $\sigma_3$  the vertical stress) and in axial compression ( $\sigma_1 > \sigma_2 = \sigma_3$ , with  $\sigma_2$  and  $\sigma_3$  the lateral stresses and  $\sigma_1$  the vertical stress). See Handin *et al.* (1967) for a discussion on the effect of the intermediate stress  $\sigma_2$  on the octahedral shear stress or Von Mises criterion.



**Figure 4.7** – Yield strength ( $\sigma_1 - \sigma_3$ ) determined during compression (solid circles) and extension (open circles). Data from Raterron *et al.* (2004) and Yamamoto *et al.* (2008) are also indicated by triangles and diamonds respectively. Linear regression for compression and extension yield strength are indicated by dotted lines.

### 4.6.2 Effect of pressure on low-temperature plasticity

At low temperature and at pressure high enough to avoid fracturing, deformation occurs by low-temperature plasticity or Peierls mechanism, where flow takes place by dislocation glide rate-limited by obstacles. The rate equation can be described by a semi-empirical law of the form :

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n \exp\left[-\frac{E^* + PV^*}{RT} \left(1 - \left(\frac{\sigma}{\sigma_P(P)}\right)^p\right)^q\right], \quad (4.9)$$

where  $\dot{\epsilon}$  is the strain rate,  $\sigma$  the differential stress,  $P$  and  $T$  are pressure and temperature; the equation parameters are the stress exponent  $n$ , the activation energy  $E^*$ , the activation volume  $V^*$ , the Peierls stress  $\sigma_P$ , the pre-exponential constant  $A$  and  $R$  is the gas constant. The  $p$  and  $q$  constants are function of the nature of the obstacles limiting the glide of dislocations, with :  $0 \leq p \leq 1$  and  $1 \leq q \leq 2$  (Kocks *et al.*, 1975; Frost et Ashby, 1982). The term  $\sigma^n$ , with  $n = 2$ , comes from Orowan's relation between strain rate and the density of mobile dislocations which is proportional to the square of the differential stress (Orowan, 1940).

The effect of pressure on flow appears both via the activation volume and through the pressure dependence of the Peierls stress. Frost et Ashby (1982) propose the relationship :

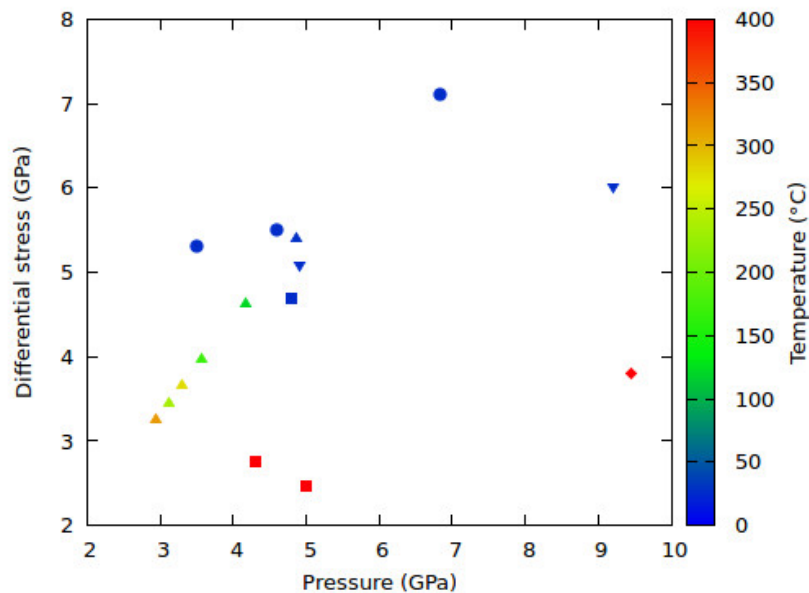
$$\sigma_P(P) = \sigma_P^0(1 + \beta P), \quad (4.10)$$

with  $\sigma_P^0$  the Peierls stress at ambient pressure and  $\beta = \frac{G'_0}{G_0}$ , where  $G_0$  and  $G'_0$  are the shear modulus and its pressure derivative, respectively. We used the values estimated by Liu *et al.* (2005) :  $G_0 = 77.4$  GPa and  $G'_0 = 1.61$ , thus  $\beta = 0.021$  GPa<sup>-1</sup>.

As mentioned above, micro-fracturing developed during steps 1 and 2. While results obtained in step 1 were not used, we extrapolated the differential stress reached during step 2 before cracking to determine its steady state value. Results obtained for steps 2 to 4 clearly show a dependence of differential stress with pressure, as shown in figure 4.8 where they are compared to other high-pressure low-temperature data from the literature. Data from Long *et al.* (2011) at room temperature and at 5 GPa, also obtained in a D-DIA press, show a differential stress lower by  $\sim 1$  GPa than the one we obtained in step 3. Stress relaxation experiments performed in a DIA press at 5 GPa and room temperature (Raterron *et al.*, 2004) yielded a stress estimate that is close to our measurement at the same conditions. However, one should be cautious in using data from experiments performed in a static apparatus where the stress levels are achieved during pressurization but are not controlled. These may reflect either true steady state flow or simply a yield strength. In addition, rheological data on low-temperature plasticity of olivine were also obtained in a groundbreaking study using an indentation technique on single crystals (Evans et Goetze, 1979). In such experiments,

the maximum pressure under the indenter is approximately equal to two to three times the applied differential stress (e.g. Johnson (1987); Pelleg (2013)). As a result, mean pressure is slightly higher than the differential stress ( $P \sim 1.1 (\sigma_1 - \sigma_3)$ ). Using this relationship we can estimate mean pressure in the experiments of Evans et Goetze (1979). As shown in Fig.4.8, their differential stress at  $\sim 5$  GPa and room temperature is very close to our own measurement at a similar pressure.

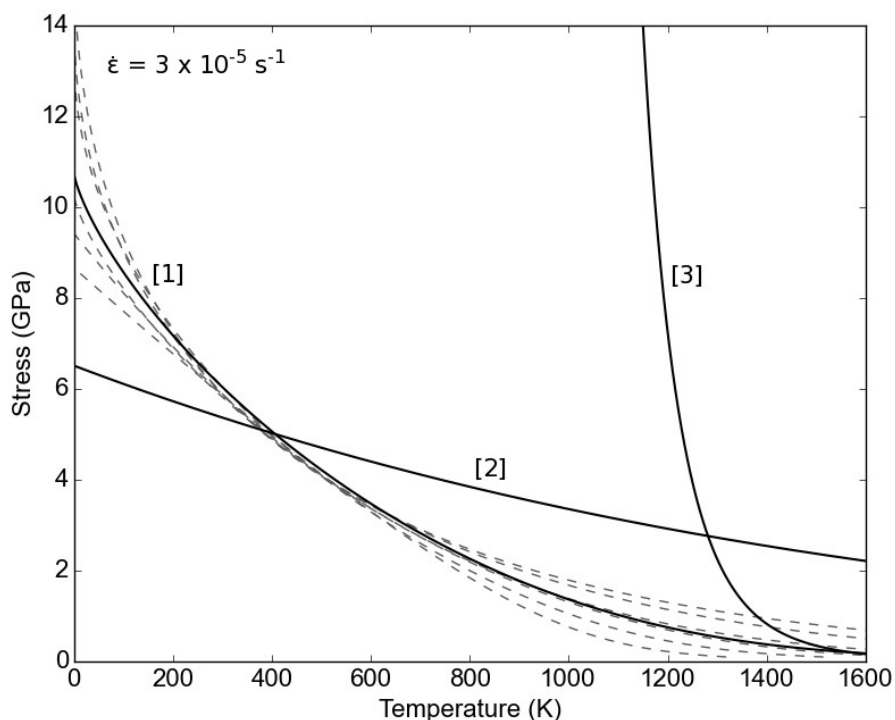
Experiments at moderate temperatures and high pressures were also performed in studies listed above as well as in Mei *et al.* (2010) where olivine was also deformed in a D-DIA apparatus. All studies show a decrease of differential stress when temperature increases. It is noteworthy that both Raterron *et al.* (2004) and Long *et al.* (2011) observed a sudden drop in flow strength around 400°C, possibly linked to a change in the nature of obstacles limiting glide. A similar observation was made for olivine deformed by relaxation at 5 GPa (Hunt *et al.*, 2009) with a transition inferred to occur between 500 and 730°C. Indeed, Long *et al.* (2011) suggest from figure 4 in Evans et Goetze (1979) that an inflection in the data trend at  $\sim 300$  to 400°C may be present. Assuming two distinct mechanisms below and above 400°C, we performed weighted non linear least-square fits of our data combined with selected data points extracted from the literature in the temperature range of 20 to 400°C (Long *et al.* (2011), Mei *et al.* (2010)) and data from Evans et Goetze (1979) for temperatures lower than 300°C. Data



**Figure 4.8** – Evolution of differential stress as a function of pressure determined for steps 2 to 4 (circles). Results obtained at temperatures lower than 700 K and at pressures between 2 and 10 GPa are also plotted : triangles = Evans et Goetze (1979), inverted triangles = Raterron *et al.* (2004), squares = Long *et al.* (2011), diamond = Mei *et al.* (2010) (see text for details). Temperature of each experiment is given by the lateral color scale.

measured under similar experimental conditions in [Evans et Goetze \(1979\)](#) were averaged to yield an unique value, and the standard deviation of the mean was taken as an estimate of the error. For data selected from other studies, errors in the measurements were estimated from the discrepancy between the stresses evaluated by the different diffraction peaks.

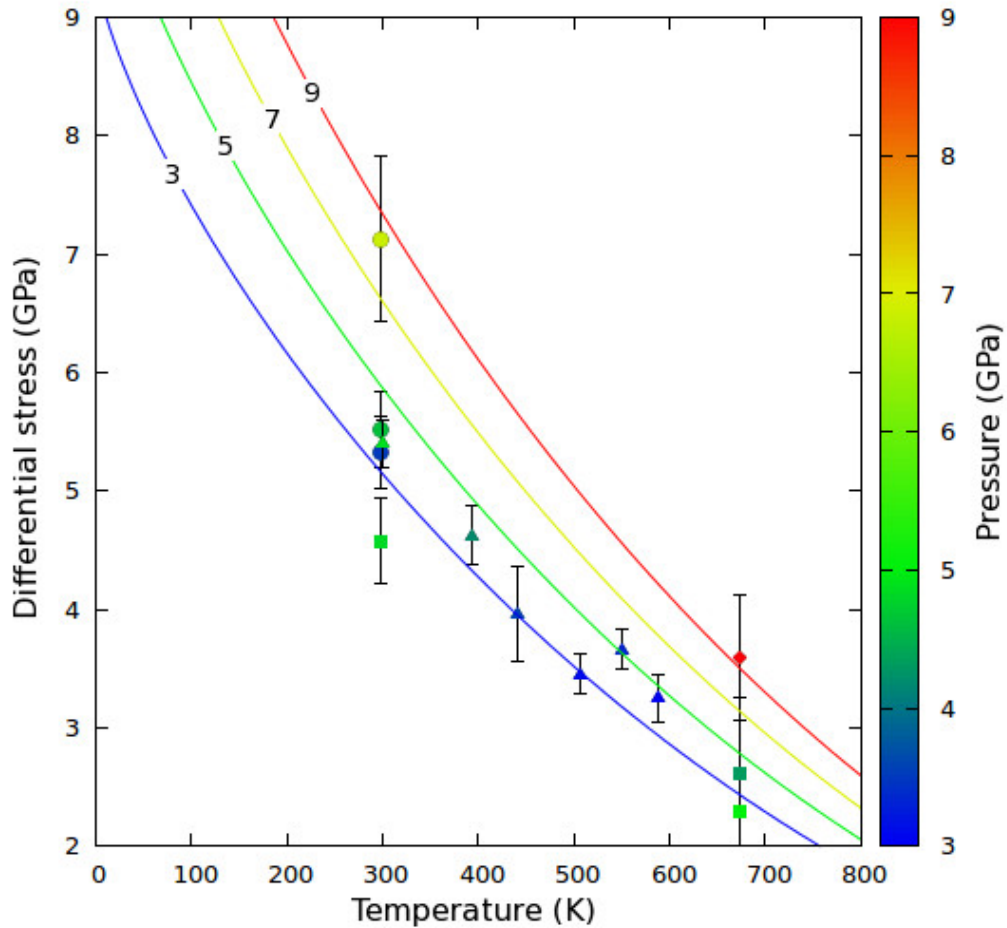
In fitting equation 4.9 to the dataset, we fixed the stress exponent  $n = 2$  and performed several fits with different fixed values of  $p$  and  $q$ . The dependence of the Peierls stress with pressure was first fixed assuming the relationship proposed by [Frost et Ashby \(1982\)](#), with  $\beta = 0.021 \text{ GPa}^{-1}$ . From results presented in Supplementary Materials (Table 4.3) it is not possible to discriminate between the different formulations as all the obtained curves fit the data similarly well. Indeed, all the obtained flow laws remain within 80 MPa over the temperature and pressure ranges studied (Fig.4.9). Only experiments at very cold temperatures (below 200K) could help constrain  $p$  and  $q$ . A similar result has been observed for the low-temperature plasticity of fayalite ([Guignard et al., in prep.](#)). It should be noted that the choice of  $(p, q)$  has a strong influence on the shape of the curves, and therefore on the determined value of  $\sigma_p^0$ . For example, for the different values reported in Table 4.3,  $\sigma_p^0$  varies from 7.8 to



**Figure 4.9** – Differential stress calculated at a strain rate of  $3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  and a pressure of 5 GPa as a function of temperature. The continuous line [1] is the fit to our data. Gray dash curves are regressions using different  $(p, q)$  values (Table 4.3), and with fixed  $\beta = 0.021$ . The flow law determined by [Mei et al. \(2010\)](#) [2] and the dislocation creep law from [Chopra et Paterson \(1984\)](#) [3] are also represented.

14.2 GPa (Fig.4.9). It also affects  $E^*$  and  $V^*$  with values between 171 and 280 kJ.mol<sup>-1</sup> and between 4 and 10 cm<sup>3</sup>.mol<sup>-1</sup>, respectively.

The strong dependence of the flow stress with pressure at room temperature (Fig.4.8) is not described adequately by any of the previous fits, because it is underestimated by the dependence of the Peierls stress to pressure as proposed by Frost et Ashby (1982), *i.e.*  $\beta = 0.021$  GPa<sup>-1</sup>. The same issue is discussed in Raterron *et al.* (2004) where the under-estimation of the Peierls stress with pressure is proposed as due to an expansion of the *c*-dislocation core in olivine with pressure. Therefore, a non linear least-square fit was performed with arbitrary values  $p = 3/4$  and  $q = 4/3$  and  $\beta$  as an adjustable parameter. Results are :  $\beta = 0.09$  (0.02) ;  $\sigma_p^0 = 7.4$  (0.7) GPa ;  $Q = 232$  (60) kJ.mol<sup>-1</sup> ;  $A = 2.2$  (0.7)  $\times 10^{-2}$  s<sup>-1</sup>.MPa<sup>-2</sup> and an activation volume close to zero within the error bars ( $1.6 \pm 1.7$  cm<sup>3</sup>.mol<sup>-1</sup>) (Fig.4.9 and Supplementary



**Figure 4.10** – Differential stress normalized to a strain rate of  $10^{-5}$  s<sup>-1</sup> as a function of temperature for experimental data : this study (circles), Evans et Goetze (1979) (triangles), Long *et al.* (2011) (squares), Mei *et al.* (2010) (diamond). The data were normalized to  $10^{-5}$  s<sup>-1</sup> using the flow law estimated in this study at pressures between 3 and 9 GPa. The color scale indicates the pressure. Error bars are plotted as one standard deviation (see text).

Materials, table 4.3). In the following discussion, only results obtained with this last fit will be considered. The resulting curves show a dependence with pressure that is more pronounced at lower temperature (Fig.4.10). One may note that experiments at high pressure and temperature between 100 and 300°C would be useful to better constrain the pressure dependence of the Peierls stress.

### 4.6.3 Comparison with other flow laws

Table 4.2 presents flow law parameters for the low-temperature plasticity of olivine determined in various studies. Note that they use several different formulations of the law, in particular with or without  $\sigma^2$  in the pre-exponential term, making difficult a simple comparison of the law parameters. Indeed, as observed in Fig.4.9, the Peierls stress is very sensitive to values of  $p$  and  $q$ . As a consequence, values of Peierls stress vary between 2.8 and 15.4 GPa between the different studies and should not be compared directly unless the flow law formulation is identical. The value of  $\sigma_p^0$  determined here is very close to the one estimated by Long *et al.* (2011) in the same range of temperature and with similar values of  $p$  and  $q$ . The activation energy  $E^*$  we estimated is lower than those of other studies and of typical values for dislocation creep (Chopra *et Paterson*, 1984; Mei *et Kohlstedt*, 2000b). In addition, our estimation of the activation volume is close to zero, since the pressure dependence is entirely modeled by the Peierls stress. Similarly, Mei *et al.* (2010) do not see any clear effect of pressure at moderate temperatures (400–1000°C) between 5 and 9 GPa.

| References                                 | Apparatus   | $n$ | $p$ | $q$ | $\sigma_p^0$ (GPa) | $E^*$ (kJ.mol <sup>-1</sup> ) | $V^*$ (cm <sup>3</sup> .mol <sup>-1</sup> ) | $A$ (s <sup>-1</sup> .MPa <sup>-n</sup> ) | T range (°C) |
|--|-------------|-----|-----|-----|--------------------|-------------------------------|---|---|--------------|
| Evans <i>et Goetze</i> (1979)              | Indentation | 0   | 1   | 2   | 9.1                | 502                           | -   | $1.26 \times 10^{12}$                     | 350 - 950    |
| Raterron <i>et al.</i> (2004)              | DIA         | 0   | 2/3 | 2   | 15.4               | 564                           | -   | $2.6 \times 10^{16}$                      | 400 - 900    |
| Kawazoe <i>et al.</i> (2009)               | RDA         | 0   | 1   | 2   | 9.1 <sup>a</sup>   | 502 <sup>a</sup>              | 30  | $1.26 \times 10^{12}$                     | 1000 - 1300  |
| Mei <i>et al.</i> (2010)                   | D-DIA       | 2   | 0.5 | 1   | 5.9                | 320                           | -   | $1.4 \times 10^{-7}$                      | 400 - 1000   |
| Long <i>et al.</i> (2011) <sup>b</sup>     | D-DIA       | 0   | 3/4 | 4/3 | 6.7                | 458                           | -   | $6.75 \times 10^9$                        | 25 - 400     |
| Long <i>et al.</i> (2011) <sup>c</sup>     | D-DIA       | 0   | 1   | 1   | 2.8                | 1480                          | -   | $1.0 \times 10^6$                         | 400 - 700    |
| Demouchy <i>et al.</i> (2013) <sup>d</sup> | Paterson    | 0   | 0.5 | 2   | 15                 | 450                           | -   | $1.0 \times 10^6$                         | 800 - 1100   |
| This study <sup>d,e</sup>                  | D-DIA       | 2   | 3/4 | 4/3 | 7.4                | 232                           | ~ 0   | $2.2 \times 10^{-2}$                      | 25 - 400     |

<sup>a</sup> From Evans *et Goetze* (1979).

<sup>b</sup> 25 - 400°C (lattice limited).

<sup>c</sup> 400 - 700°C (obstacle limited).

<sup>d</sup> Flow law fit using data points from literature.

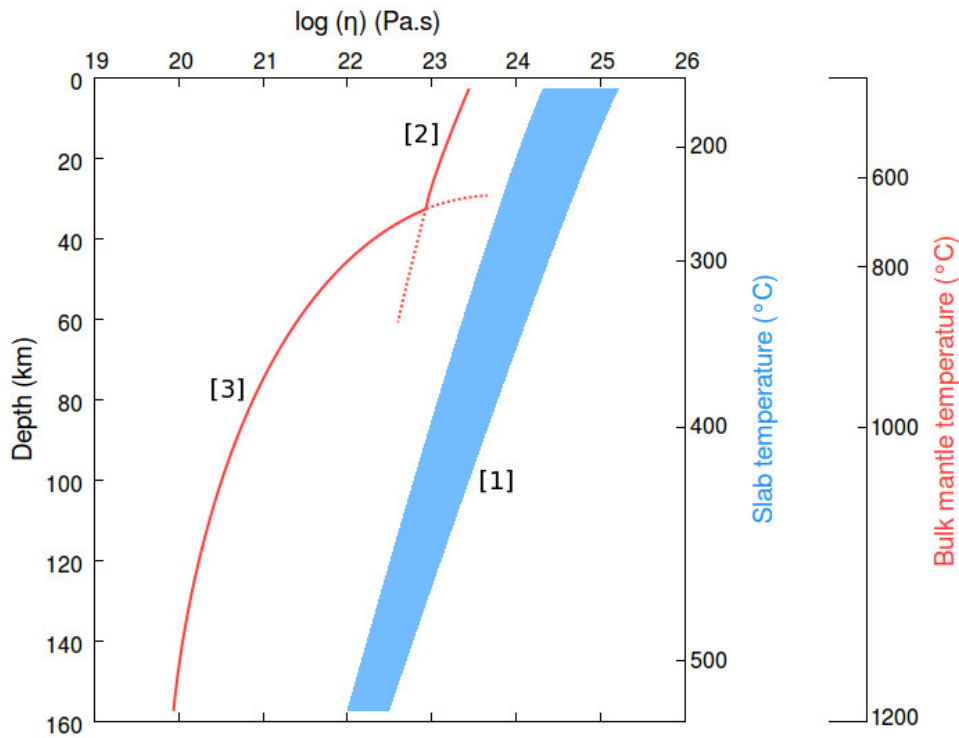
<sup>e</sup> with  $\beta = 0.09$ .

**Table 4.2** – Flow law parameters determined in various studies.

#### 4.6.4 Consequences for mantle rheology

Although it is not expected to dominate in the bulk mantle, low-temperature plasticity may control the strength of lithospheric mantle and of cold subducting slabs. In subduction systems, several parameters including the strength of the subducting slab and the viscosity contrast between slab and ambient mantle will affect slab dip, slab-transition zone interaction and overall subduction dynamics (Gurnis et Hager, 1988; Billen et Hirth, 2007; Garel *et al.*, 2014).

The flow law presented in this study was derived from experimental data obtained at temperatures up to 400°C, similar to temperatures in subducting slabs down to depths of about 100 km. Figure 4.11 shows the viscosity profile (blue area) for a subducting slab extrapolated using our flow law for a strain rate between  $10^{-16}$  and  $10^{-15} \text{ s}^{-1}$  (Bevis, 1988). The mantle geotherm was estimated using the model of McKenzie (1969). We assumed a 50-km thick lithosphere subducting at  $10 \text{ cm.y}^{-1}$  with a dip of  $60^\circ$  in an asthenospheric mantle with a



**Figure 4.11** – Viscosity profile for the upper part of a subducting slab considering the low-temperature flow law determined in this study, denoted as [1], for a strain rate between  $10^{-16}$  and  $10^{-15} \text{ s}^{-1}$ . For comparison, viscosity estimated for a bulk mantle is also represented for a strain rate of  $10^{-14} \text{ s}^{-1}$ . Bulk mantle deformation flow laws are those determined by Mei *et al.* (2010) [2] for low-temperature plasticity (higher than 400°C) and Chopra et Paterson (1984) for dislocation creep.



temperature of 1200°C at its base. The distribution of temperature in the slab as a function of depth is shown in the Supplementary Materials (Fig.4.12). The viscosity of the surrounding bulk mantle is estimated using the low-temperature plasticity of *Mei et al. (2010)* that was determined at intermediate temperatures (400-1000°C) and the dislocation creep flow law for dry olivine from *Chopra et Paterson (1984)*, assuming a strain rate of  $10^{-14} \text{ s}^{-1}$ . As seen in Figure 4.11, the slab has a viscosity of about  $10^{23}$  to  $10^{24}$  Pa.s at shallow depths, and is about 10 times more viscous than the surrounding lithosphere. By the time the slab reaches a depth of 100 km, its viscosity decreases to  $\sim 10^{23}$  Pa.s, 2.5 to 3 orders of magnitude higher than the mantle viscosity at this depth. It should be noted that the flow law we used for dislocation creep does not contain an activation volume, the effect of pressure on high-temperature creep being still poorly constrained. In this pressure range even an activation volume of  $14 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$  has a small effect on the calculated viscosity contrast.

## Acknowledgements

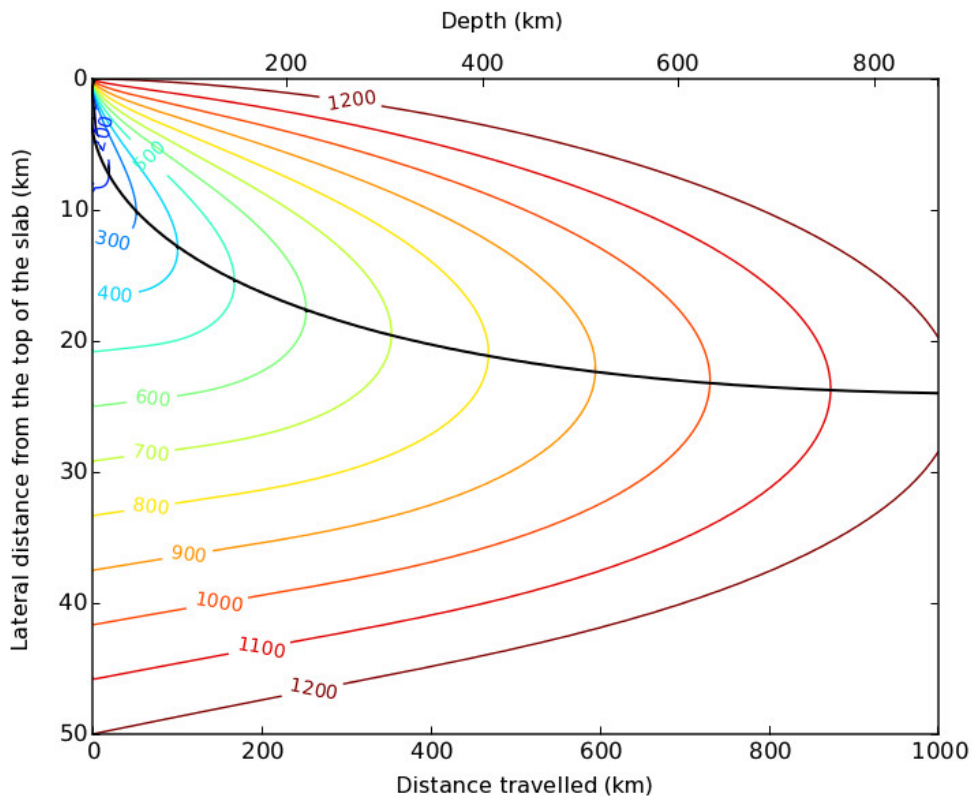
The olivine aggregates were sintered by spark plasma sintering at the Plateforme Nationale de Frittage Flash (PNF<sup>2</sup>) of the CIRIMAT laboratory (Université Paul Sabatier, Toulouse, France). We thank Marc Monnereau for modeling the distribution of temperature for a subducting slab. The authors acknowledge the support of the french Agence Nationale de la Recherche (ANR), under grant ANR-JCJC-SIMI6-LS-100197-01-R-01 (projet RHUM), and the CNRS INSU PNP program.

## Supplementary materials

| Fits              | $p$ | $q$ | $\sigma_p^0$ (GPa) | $A$ ( $s^{-1} \cdot MPa^{-2}$ ) | $E^*$ ( $kJ \cdot mol^{-1}$ ) | $V^*$ ( $cm^3 \cdot mol^{-1}$ ) |
|-------------------|-----|-----|--------------------|---------------------------------|-------------------------------|---------------------------------|
| Fit1              | 3/4 | 4/3 | 9.3 (0.7)          | $7.8 (0.6) \times 10^{-1}$      | 233 (57)                      | 9.5 (2.3)                       |
| Fit2              | 1   | 1   | 7.8 (1.1)          | $3.7 (0.6) \times 10^{-1}$      | 171 (62)                      | 7.2 (1.3)                       |
| Fit3              | 0.5 | 1   | 8.5 (1.4)          | $1.9 (0.2) \times 10^{-1}$      | 235 (33)                      | 9.3 (3.1)                       |
| Fit4              | 1   | 2   | 12.1 (0.3)         | $1.8 (0.2) \times 10^{-2}$      | 177 (76)                      | 4.0 (2.8)                       |
| Fit5              | 2/3 | 2   | 12.9 (0.9)         | $3.3 (0.1) \times 10^{-4}$      | 209 (72)                      | 7.7 (4.0)                       |
| Fit6              | 0.5 | 2   | 14.2 (0.9)         | $3.3 (0.1) \times 10^{-4}$      | 280 (57)                      | 10.0 (1.6)                      |
| Fit7 <sup>a</sup> | 3/4 | 4/3 | 7.4 (0.5)          | $2.2 (0.7) \times 10^{-2}$      | 232 (60)                      | 1.6 (1.7)                       |

<sup>a</sup>  $\beta = 0.09$  (0.02).

**Table 4.3** – Fits obtained for different fixed values of  $p$  and  $q$ . The number in parenthesis corresponds to one standard deviation.



**Figure 4.12** – Geotherm across a 50 km-thick oceanic slab assuming a slope of 60 degrees and a temperature at the bottom of the lithosphere of 1200°C. The dark curve indicates the profile of minimal temperature in the slab.

# Chapitre 5

## Rhéologie de l'olivine

### Sommaire

---

|  |            |
|--|------------|
| <b>5.1 Introduction</b> . . . . .                              | <b>105</b> |
| 5.1.1 Objectifs et présentation des expériences . . . . .      | 105        |
| 5.1.2 Teneur en eau . . . . .                                  | 105        |
| <b>5.2 Microstructures</b> . . . . .                           | <b>106</b> |
| 5.2.1 Microstructures de type OLIV1 . . . . .                  | 107        |
| 5.2.2 Microstructures de type OLIV2 . . . . .                  | 109        |
| 5.2.3 Microstructures de type OLIV3 . . . . .                  | 114        |
| 5.2.4 Microstructures de type OLIV4 . . . . .                  | 117        |
| 5.2.5 Résumé des analyses microstructurales . . . . .          | 119        |
| <b>5.3 Données mécaniques</b> . . . . .                        | <b>122</b> |
| 5.3.1 Incertitudes sur les grandeurs mesurées . . . . .        | 122        |
| 5.3.1.1 Température . . . . .                                  | 122        |
| 5.3.1.2 Position des pics . . . . .                            | 123        |
| 5.3.1.3 Autres sources d'erreur . . . . .                      | 126        |
| 5.3.1.4 Propagation des erreurs dans les expériences . . . . . | 128        |
| 5.3.2 Comparaison des pressions et contraintes . . . . .       | 130        |
| 5.3.3 Données mécaniques sur l'olivine . . . . .               | 131        |
| <b>5.4 Comparaison et cartes des mécanismes</b> . . . . .      | <b>135</b> |

---



## 5.1 Introduction

### 5.1.1 Objectifs et présentation des expériences

Au cours de cette étude, 16 expériences de déformation ont été menées dans la presse D-DIA installée sur la ligne X17B2 du synchrotron NSLS avec, dans la majorité d'entre elles, deux échantillons présents dans l'assemblage : une olivine et un pyroxène, une olivine et un biphasé ou un pyroxène avec un biphasé. Ce chapitre s'intéresse aux microstructures observées après les expériences de déformation pour l'olivine, dans des échantillons monophasés et biphasés dans un premier temps, et aux données mécaniques obtenues pour les monophasés d'olivine dans un second temps. Les conditions expérimentales sont reportées plus loin dans le chapitre (Table 5.1).

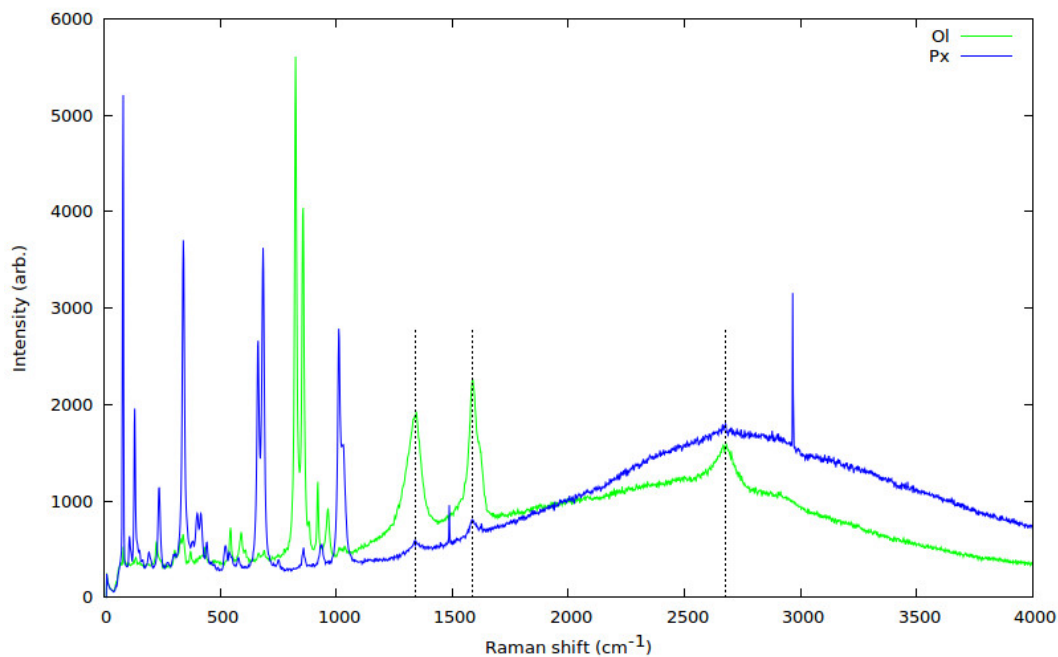
Les échantillons de départ d'olivine sont des agrégats denses constitués de grains très fins. Les conditions expérimentales ont été choisies de façon à déformer les échantillons dans le domaine du fluage diffusion. L'objectif étant de définir une loi rhéologique pour la déformation par fluage diffusion de l'olivine en incluant l'effet de la pression.

### 5.1.2 Teneur en eau

La quantité d'eau (*i.e.*, espèces  $H^+$ ,  $OH^-$ , *etc.*) joue un rôle prépondérant dans la rhéologie de l'olivine (Chopra et Paterson, 1984; Mei et Kohlstedt, 2000a,b). Nous avons donc utilisé la spectroscopie Raman pour avoir une estimation de la teneur en eau dans les échantillons pendant la déformation (Bolfan-Casanova *et al.*, 2014). Des échantillons d'olivine et de pyroxène chauffés à 1300°C pendant 7 heures (expérience OLI61) dans un assemblage en pyrophyllite (pyrophyllite préalablement recuite à 1000°C afin d'évaporer un maximum d'eau), ont été analysés (Fig. 5.1). Les spectres montrent des pics caractéristiques de l'olivine et du pyroxène, entre 50 et 1100  $cm^{-1}$ . En revanche, dans la gamme de fréquences caractéristiques des vibrations OH, aucun pic n'apparaît clairement, excepté un bruit de fond important qui forme une bosse diffuse entre 1500 et 4000  $cm^{-1}$ . Ainsi, les échantillons peuvent être considérés comme secs pour la suite de la discussion même si une étude plus approfondie est nécessaire pour confirmer cette observation. Les pics mal définis à 1340, 1590 et 1700  $cm^{-1}$  correspondent à des liaisons carbonées caractéristiques du graphite. Ce graphite a pu être incorporé pendant le frittage SPS ou au cours de l'expérience de déformation (four en graphite

utilisé).

La majorité des expériences ont été réalisées en utilisant des feuilles de fer ou de nickel en tant que marqueurs de la déformation pour la radiographie. De la poudre de FeO ou NiO a également été insérée entre les échantillons et les marqueurs. De cette façon, la fugacité en oxygène est contrôlée par les tampons solides Fe-FeO ou Ni-NiO. Ce paramètre est négligé dans cette étude bien qu'il joue un rôle dans les mécanismes de déformation (Bai *et al.*, 1991; Keefner *et al.*, 2011).



**Figure 5.1** – Spectres Raman réalisés sur une olivine (en vert) et un pyroxène (en bleu) après l'expérience de chauffage à 1300°C pendant 7 heures, à environ 4 GPa, dans la presse D-DIA. L'assemblage utilisé est en pyrophyllite recuite à 1000°C. Les pics à 1340, 1590 et 1700  $\text{cm}^{-1}$  (traits fins pointillés) correspondent à des fréquences de vibration caractéristiques du graphite.

Une spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier a également été effectuée sur ces mêmes échantillons. Des résultats préliminaires semblent confirmer la faible teneur en eau des échantillons après déformation.

## 5.2 Microstructures

Les microstructures des échantillons d'olivine et des biphasés sont variables d'une expérience à une autre en fonction des conditions expérimentales, du type d'échantillon de départ, du pourcentage de déformation finie, *etc.* Les microstructures des échantillons avant

déformation sont présentés dans l'annexe A.4 et dans le chapitre 3 (Fig. 3.5 et 3.9). Les résultats obtenus par EBSD sur les échantillons déformés sont reportés dans l'annexe A.5 pour les principaux résultats, les annexes A.43 à A.65 pour les résultats des cartographies, et les annexes A.66 et A.67 pour les figures de pôles obtenues sur l'olivine et A.70 et A.71 pour les profils de désorientation non corrélée de l'olivine.

La taille de grain des échantillons déformés,  $d_n$ , est calculée en estimant la moyenne arithmétique des diamètres  $d_i$  des  $N$  grains utilisés :

$$d_n = \frac{\sum d_i}{N} . \quad (5.1)$$

Par comparaison, l'annexe A.5 présente également la taille moyenne en fonction de la somme des aires  $A_i$  de l'ensemble des grains,  $d_A$ , d'après la relation :

$$d_A = 2 \times \sqrt{\frac{\sum A_i}{N \times \pi}} . \quad (5.2)$$

Il est à noter que cette estimation de la taille moyenne rend plus compte de la présence de quelques gros grains dans la microstructure que par la première méthode. Il en résulte que la taille de grain est légèrement supérieure à celle obtenue en effectuant la moyenne arithmétique. Pour la suite, les tailles moyennes utilisées pour décrire les microstructures et pour la détermination des lois rhéologiques sont toutes issues de la première méthode. Aucune correction 3D n'a été effectuée pour rendre compte de l'effet de coupe.

L'écart-type sur la taille des grains,  $s$ , est estimé selon :

$$s = \frac{2\delta}{\sqrt{N}} , \quad (5.3)$$

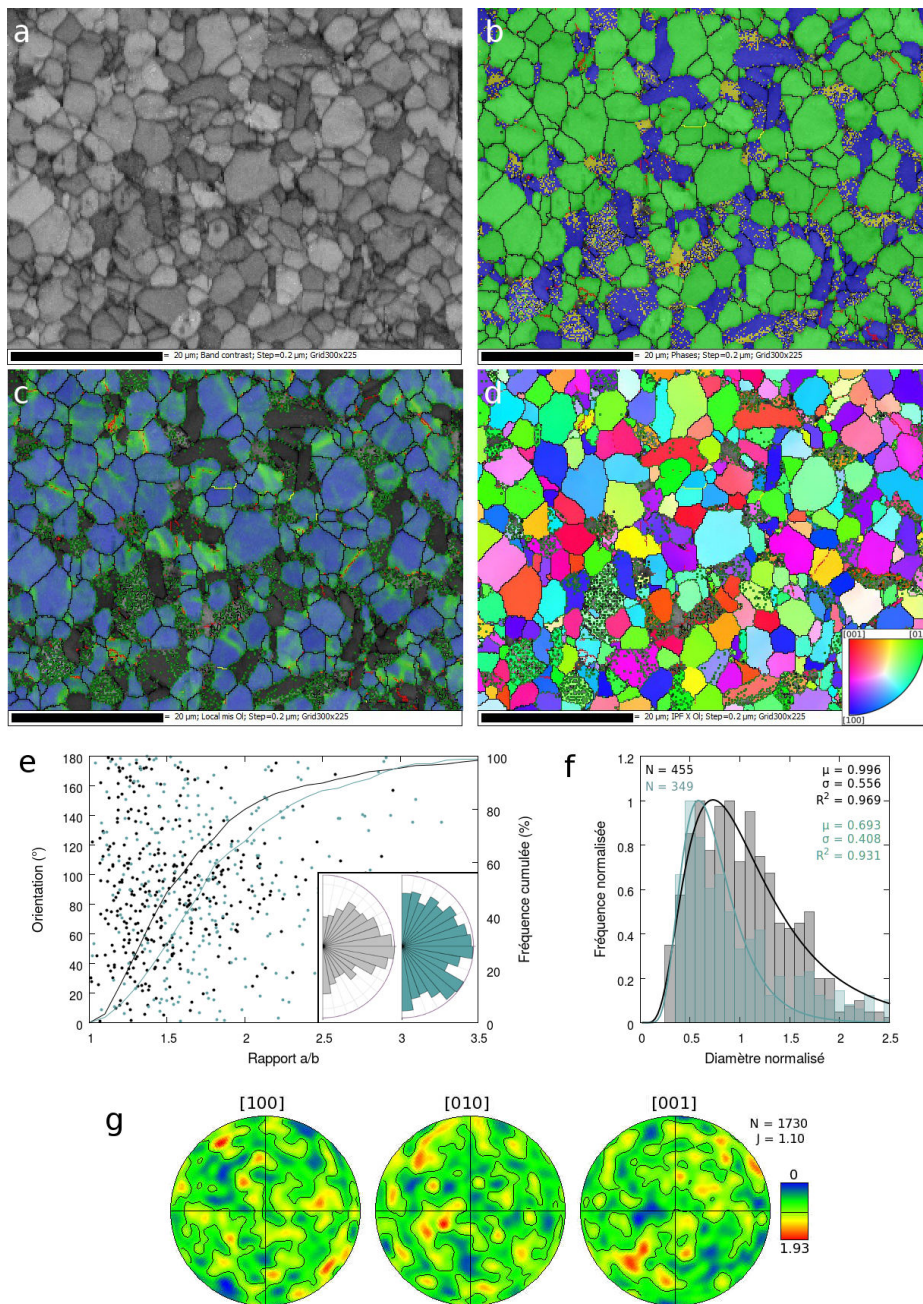
avec  $\delta$ , la déviation standard sur la mesure de la taille de grain  $d_n$  (Eq. 5.1).

Des caractéristiques communes permettent de classifier les différents types de microstructures obtenus en 4 catégories, nommées OLIV1 à OLIV4.

### 5.2.1 Microstructures de type OLIV1

Ce type est basé sur les principales caractéristiques des échantillons d'olivine de l'expérience OLI60 (fritté : VR12a-Ol) et OLI64 (VRb15a-Ol) ainsi que des biphasés des expériences OLI65 (VR16a-Ol) et OLI49 (AN368) déformés entre 900 et 1200°C pour des pressions allant





**Figure 5.2** – Caractéristiques de l'échantillon biphasé de l'expérience OLI65 obtenues par EBSD : **a**. Contraste de bandes ; **b**. Couleur de phase (vert = Ol, bleu = OPx et jaune = LCPx) ; **c**. Désorientation locale calculée avec un filtre 5x5 ; **d**. Figure de pôles inverses dans la direction de compression (code couleur dans l'encadré). L'échelle est représentée par la barre noire. Les joints de grain sont repérés en noir (désorientation > 20°) et en jaune (entre 15 et 20°), les sous-joints de grain en rouge (entre 2 et 15°) et les interphases, en vert ; **e**. Orientation des grains en fonction de l'aplatissement a/b (points) et fréquence cumulée de ce dernier (courbe). L'encadré est un diagramme en rose des vents de l'orientation des grains. La verticale du diagramme est la direction de compression ; **f**. Distribution normalisée de la taille de grain et paramètres d'ajustement. L'olivine est représentée en noir et le pyroxène en bleu ; **g**. Figures de pôles selon [100], [010] et [001]. La direction de compression est verticale. Le MUD, J-index (J) et nombre de points de mesure (N) sont renseignés.

de 2 à 3.5 GPa. Les caractéristiques de ce type de microstructure, sont illustrées dans la figure 5.2 par des résultats obtenus sur un échantillon représentatif (échantillon biphasé de l'expérience OLI65). Le caractère distinctif de ce groupe est la forme très arrondie des grains, avec des joints triples à  $120^\circ$  (Fig. 5.2a-e). Les grains ont une distribution des orientations quasi-aléatoire, particulièrement pour les grains de pyroxène (Fig. 5.2e). Une légère orientation des grains est observée pour OLI49 (Annexe A.47). La taille de grain est également très homogène (Fig. 5.2f) avec des tailles allant de 1.13 (OLI49) à 4.58  $\mu\text{m}$  (OLI60).

Les grains présentent très peu de déformation interne. On constate localement quelques lamelles de déformation qui tendent à former des sous-joints de grain comme le montre la figure de désorientation locale des grains (Fig. 5.2c). L'échantillon biphasé OLI49 montre une désorientation locale des grains d'olivine plus importante dans les régions riches en pyroxène. L'effet du pyroxène sur la déformation des échantillons biphasés est discuté dans le chapitre 6, section 6.3.2.

Ces échantillons sont également très peu texturés comme l'indique la carte des pôles inverses dans la direction de compression ainsi que les figures de pôles (Fig. 5.2d et g). Le MUD ainsi que le J-index montrent des valeurs très faibles, comprises entre 1.1 et 1.23 pour le J-index. Une légère orientation préférentielle de réseau (OPR) est à noter pour l'échantillon OLI60 avec un alignement des axes [010] dans la direction de compression. Les profils de désorientation non corrélée des grains suivent celui d'une distribution de grains aléatoirement orientés.

Ainsi, ces échantillons présentent très peu de caractéristiques de montée ou de glissement de dislocations mais laissent supposer que le fluage diffusion a joué un rôle important au cours de ces expériences. A noter cependant que, contrairement aux échantillons OLI60 et OLI65 déformés à plus de 20 % de déformation finie, l'échantillon biphasé OLI49 n'a subi que 6 % de déformation finie. Ainsi, les caractéristiques observées ne correspondent pas nécessairement à celles qu'il aurait acquis si la déformation s'était poursuivie.

### 5.2.2 Microstructures de type OLIV2

Les échantillons d'olivine des expériences de déformation OLI57 (matériel de départ : VR12a-Ol), OLI62 (VR12a-Ol) et OLI63 (VRb15a-Ol) ainsi que les biphasés de OLI62 (VR18a-Ol) et OLI63 (VR18a-Ol) ont pour trait commun une déformation interne des grains importante, et ce d'autant plus que la quantité de pyroxène dans l'échantillon est élevée. Les expériences de déformation ont été réalisées à 1000-1100°C et pour des pressions allant de 2 à 6

GPa sur des grains d'olivine de 2-3  $\mu\text{m}$ . La figure 5.3 présente les principales caractéristiques de l'échantillon d'olivine de OLI63.

Les grains des olivines déformées sont de tailles homogènes, avec une orientation préférentielle de forme dans la direction perpendiculaire à la compression (Fig. 5.3a,e,f). Ils sont composés de sous-joints de grain qui laissent supposer un début de recristallisation (Fig. 5.3a-c). Sur certains grains, la déformation est accommodée par des lamelles de déformation (Fig. 5.4). Dans ce cas, la déformation est localisée principalement au niveau des lamelles ou "kink bands", avec des variations d'orientation d'une dizaine de degrés. Si l'on regarde la figure 5.4c, la déformation progressive entre 7 et 12  $\mu\text{m}$  de distance du point A permet d'imaginer la mise en place d'une nouvelle lamelle si la déformation s'était poursuivie au-delà des 18 % de déformation finie, déformation maximale de cette expérience. Les joints de grains courbes présents sont témoins d'une migration importante. On peut noter la présence de joints quadruples vers le centre de la carte (Fig. 5.3a-d)

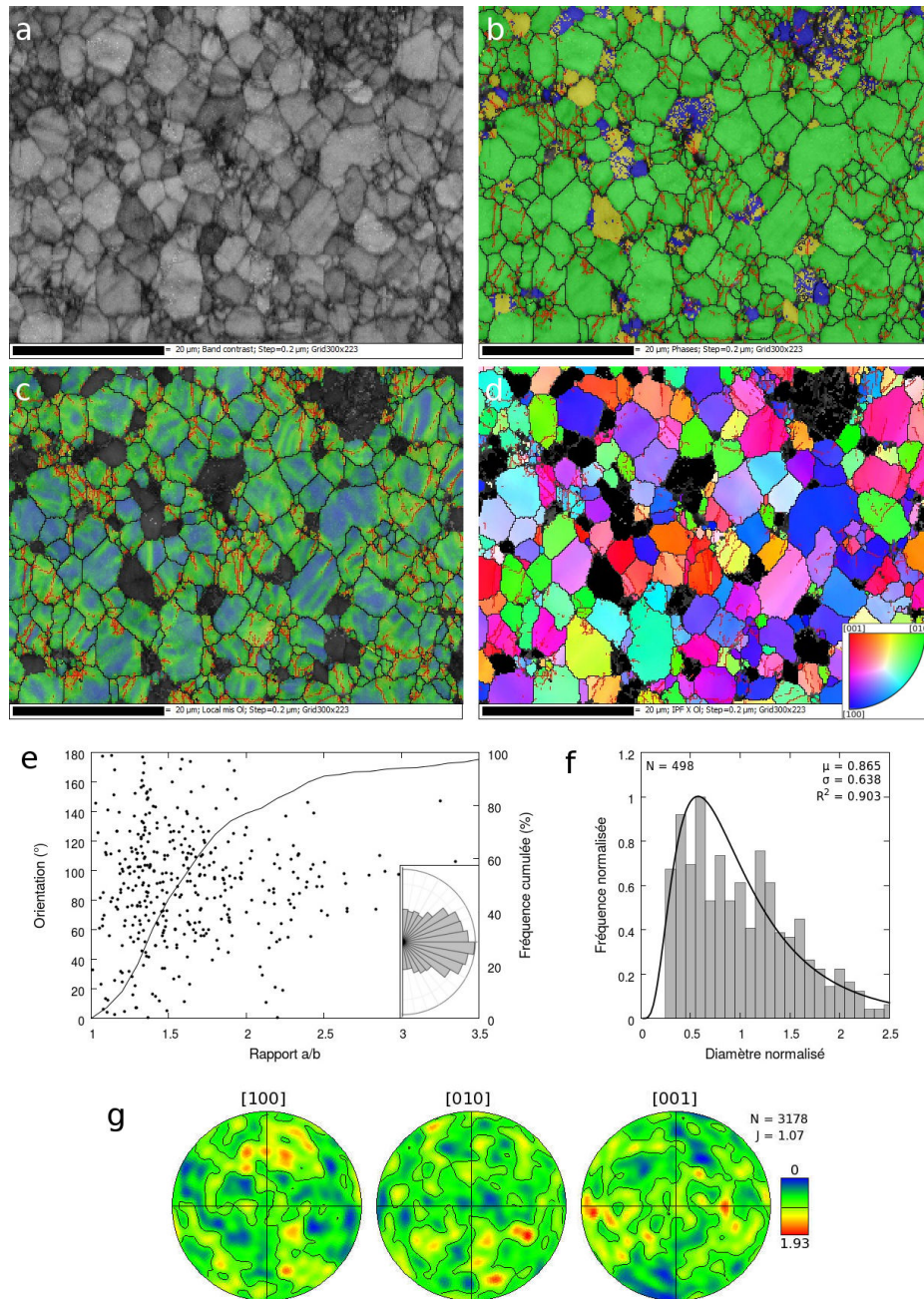
Les échantillons biphasés ont une taille de grain hétérogène héritée du frittage (OLI62) ou résultante d'une recristallisation importante (OLI63). Ces grains sont beaucoup plus déformés, avec une quantité élevée de sous-joints de grain. Leur forme ainsi que la présence de joints courbes et de joints quadruples sont des caractéristiques communes entre les olivines de ce type.

Les textures sont peu marquées, avec des J-index entre 1.07 et 1.15. Les figures de pôles ne montrent pas d'orientation préférentielle franche pour aucun des axes cristallographiques. En revanche, les sous-joints et les lamelles de déformation sont des indices de l'activation d'un ou plusieurs systèmes de glissement.

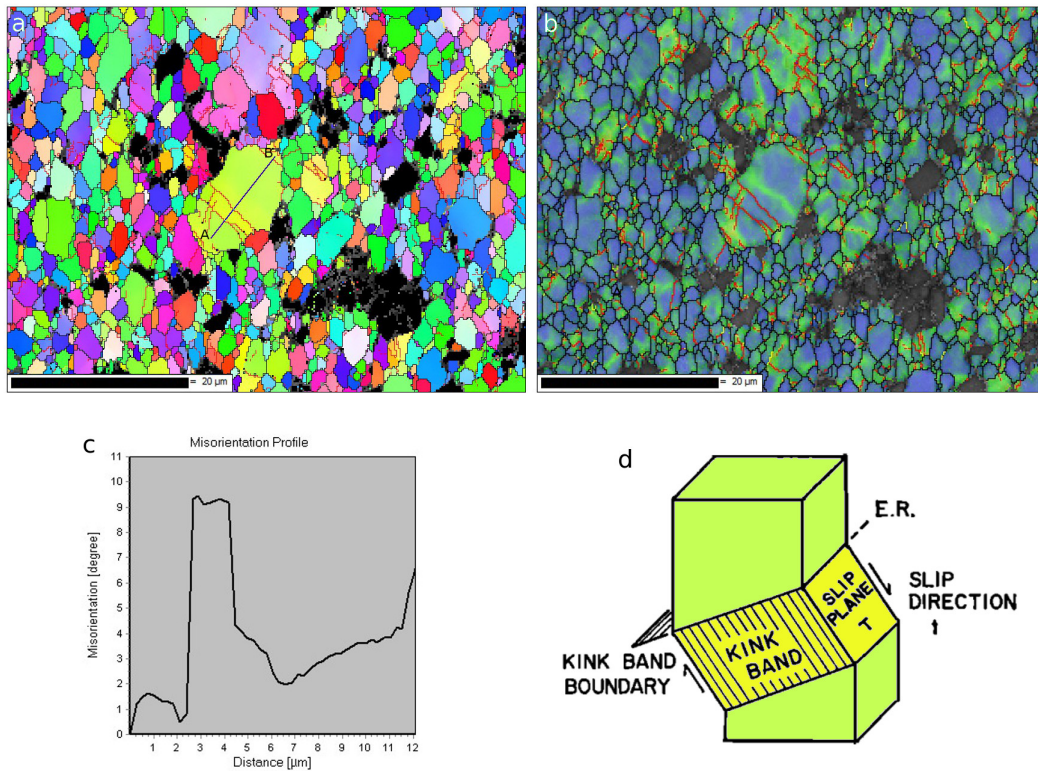
Le biphasé de OLI62, déformé à 1000°C et 2 GPa, contient de gros grains qui présentent des sous-joints qui s'agencent pour former des lamelles de déformation (Fig. 5.5a). Lorsque l'on s'intéresse à l'orientation de ces grains, on constate en effet des désorientations localisées au niveau des sous-joints, entre 6 et 12°. La figure des faibles désorientations sur l'ensemble des points analysés dans un seul grain (Fig. 5.5b) indique que la désorientation implique une rotation autour de l'axe [010]. Une telle géométrie est compatible avec le système de glissement en duplex : [100](001) et [001](100) (Burnley *et al.*, 2013). L'axe de rotation est également remarquable sur les figures de pôles de ce grain (Fig. 5.5c). Tandis que l'axe [010] reste fixe, les axes [100] et [001] effectuent une rotation anti-horaire, le premier tend à devenir parallèle à la direction de compression (verticale sur les figures de pôles) tandis que le second s'oriente perpendiculairement à la direction de charge.

La texture du biphasé de l'expérience de déformation réalisée à 1000°C et 4 GPa (OLI63) a également été étudiée. En particulier, nous nous sommes intéressés ici à la distribution





**Figure 5.3** – Caractéristiques de l'échantillon d'olivine de l'expérience OLI63 obtenues par EBSD : **a.** Contraste de bandes ; **b.** Couleur de phase (vert = Ol, bleu = OPx et jaune = LCPx) ; **c.** Désorientation locale calculée avec un filtre 5x5 ; **d.** Figure de pôles inverses dans la direction de compression (code couleur dans l'encadré). L'échelle est représentée par la barre noire. Les joints de grain sont repérés en noir (désorientation > 20°) et en jaune (entre 15 et 20°), les sous-joints de grain en rouge (entre 2 et 15°) et les interphases, en vert ; **e.** Orientation des grains en fonction de l'aplatissement a/b (points) et fréquence cumulée de ce dernier (courbe). L'encadré est un diagramme en rose des vents de l'orientation des grains. La verticale du diagramme est la direction de compression ; **f.** Distribution normalisée de la taille de grain et paramètres d'ajustement ; **g.** Figures de pôles selon [100], [010] et [001]. La direction de compression est verticale. Le MUD, J-index (J) et nombre de points de mesure (N) sont renseignés.



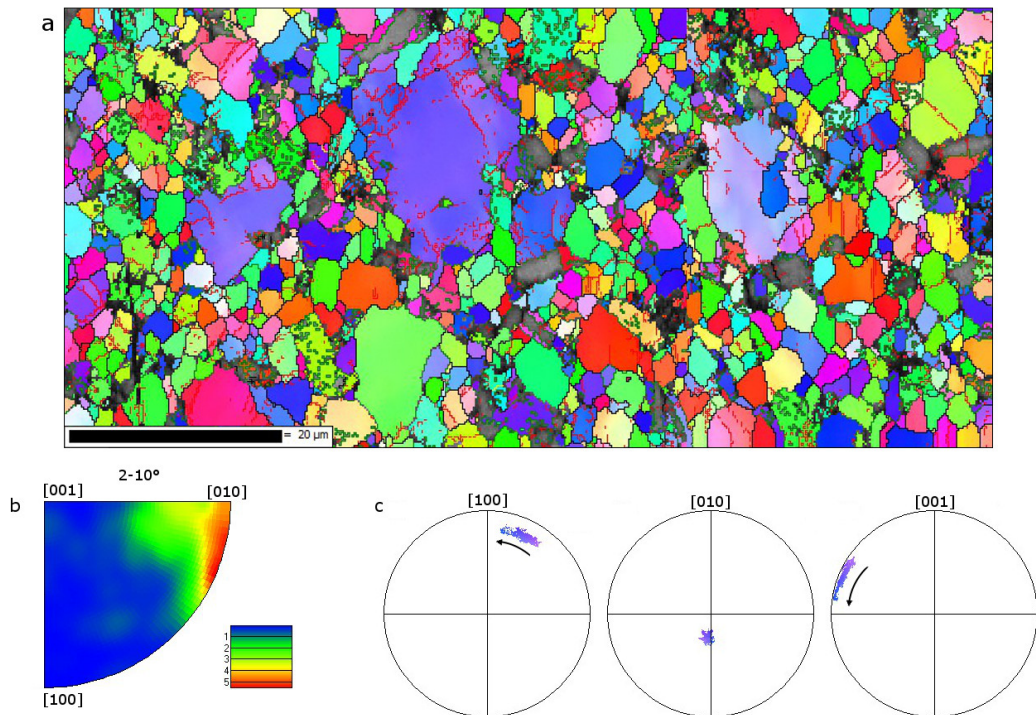
**Figure 5.4** – a. Carte de la figure de pôles inverses selon l'axe de compression pour l'échantillon d'olivine de l'expérience OLI57 (la direction de compression est horizontale et le code couleur est identique à celui de la Fig. 5.9d). Le segment AB correspond au profil réalisé ; b. Carte de désorientation locale calculée avec un filtre 5x5 ; c. Profil AB de désorientation interne du grain en fonction de l'orientation du point A. On remarque sur ce profil que l'essentiel de la déformation interne est localisée au niveaux de lamelles de déformation ou "kink bands" ; d. Représentation schématique d'un kink band en utilisant le code couleur de la figure a (d'après Raleigh (1968)). L'abréviation E.R. correspond à l'axe de rotation ("External rotation").

du facteur de Schmid pour les principaux systèmes de glissement de l'olivine. Le facteur de Schmid (noté  $S$ ) correspond à la facilité pour un système de glissement donné à glisser lorsqu'un cristal est soumis à une compression uniaxiale  $\sigma$ , selon la relation :

$$S = \cos \psi \cos \lambda , \quad (5.4)$$

avec  $\psi$ , l'angle entre la normale du plan de glissement et la contrainte  $\sigma$  et  $\lambda$ , l'angle entre la direction de glissement et la contrainte  $\sigma$ . Ainsi, le facteur de Schmid varie entre 0 et 0.5 ; une valeur de 0.5 signifiant que le cristal est parfaitement orienté pour glisser selon le système considéré. La figure 5.6 présente des cartographies de la valeur du facteur de Schmid pour les principaux systèmes de glissement de l'olivine :  $[100](010)$ ,  $[001](010)$  ainsi que le duplex  $[100](001)$  et  $[001](100)$ . Une couleur rouge indique un facteur de Schmid élevé, alors que les valeurs les plus faibles sont en bleu. La carte (Fig. 5.6a) correspondant au système  $[100](010)$  montre une prédominance de valeurs proches de 0.5, particulièrement pour les gros grains

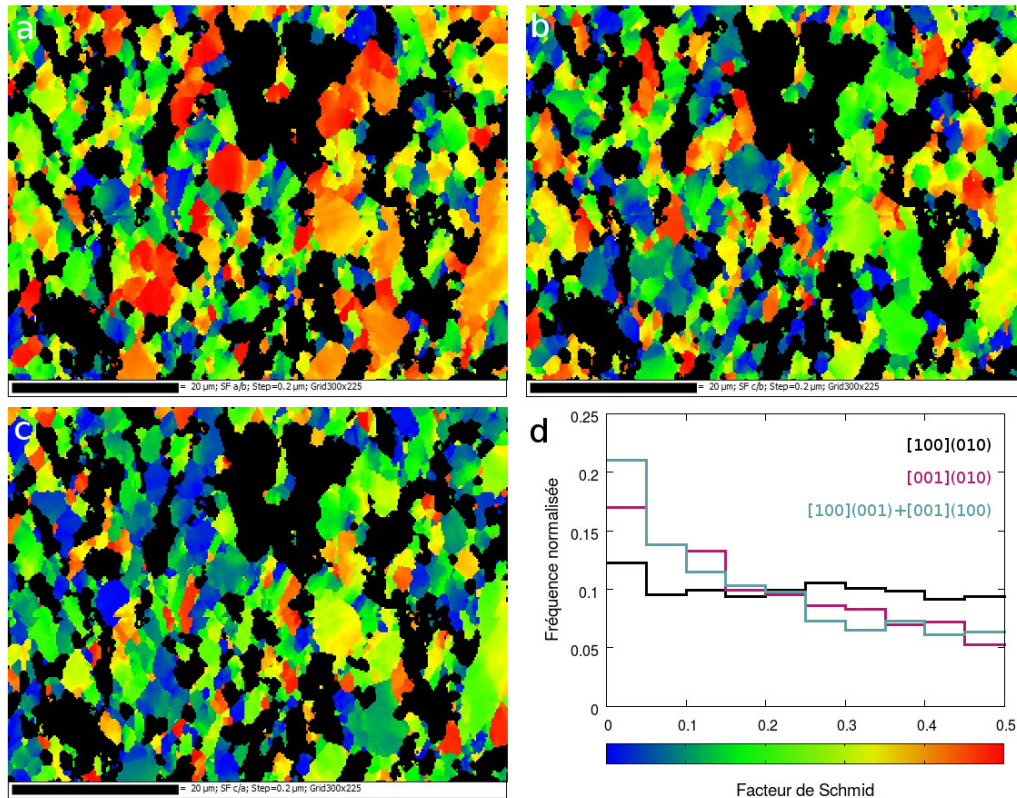




**Figure 5.5** – Analyse de la déformation intracrystalline du biphasé de l'expérience OLI62 : **a.** Carte de la figure de pôles inverses selon l'axe de compression pour l'échantillon biphasé de l'expérience OLI62 (la direction de compression est horizontale et le code couleur est identique à celui de la Fig. 5.9d) ; **b.** Figure de désorientation dans le repère cristallographique de l'olivine pour des angles de désorientation compris entre 2 et 10° au sein du grain d'olivine d'environ 20 μm de diamètre, au centre de l'image. L'échelle correspond au MUD ; **c.** Figures de pôles pour l'ensemble des points analysés dans ce même grain. Les couleurs correspondent à ceux de l'image en a. La direction de compression est verticale.

présentant des déformations internes importantes. La courbe de la fréquence normalisée en fonction de la valeur du facteur de Schmid (Fig. 5.6d) réalisée sur une autre zone et avec un pas d'échantillonnage supérieur, confirme cette observation. En effet, la courbe de fréquence normalisée du facteur de Schmid, pour un échantillon théorique de grains orientés aléatoirement, décroît lorsque le facteur de Schmid varie de 0 à 0.5. C'est ce que l'on observe pour les courbes du système duplex et du système [001](010). En revanche, pour le système [100](010), le profil est horizontal. Il y a donc une surpopulation de grains, légèrement déformés, qui sont orientés de façon favorable pour glisser selon ce système et témoignent donc de son activité (Farla *et al.*, 2011).

Une analyse quantitative similaire a été réalisée sur le biphasé de l'expérience OLI62. Les courbes de fréquence normalisée pour les 3 systèmes de glissement montrent toutes une décroissance. Cela peut signifier une plus faible contribution du fluage dislocation, avec seulement quelques gros grains déformés comme évoqué plus haut, ou alors une activité conjointe des trois systèmes. Selon cette hypothèse, l'activité du système de glissement [100]- (010) devient plus importante à 1000°C, lorsque la pression passe de 2 (OLI62) à 4 GPa (OLI63).



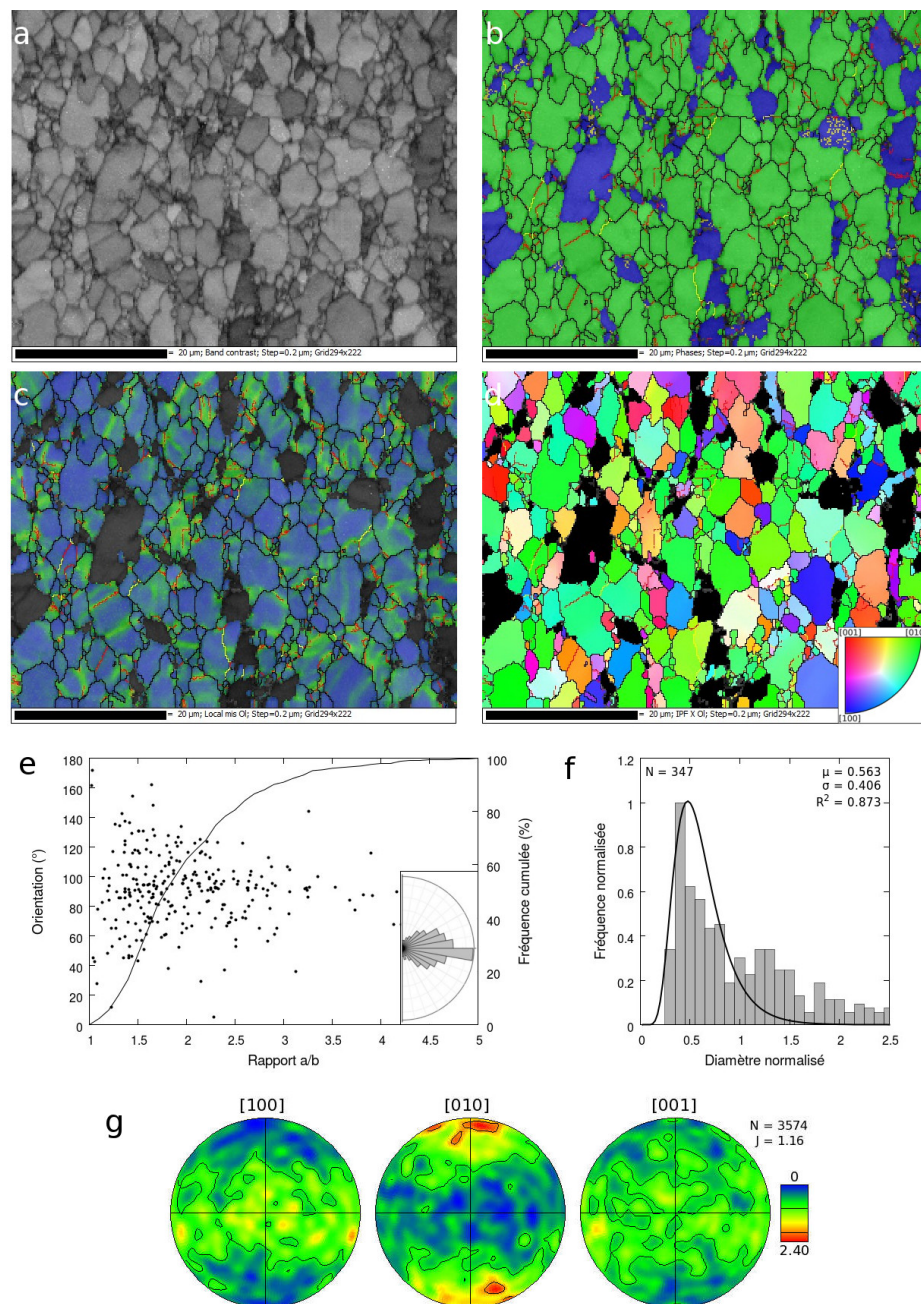
**Figure 5.6** – Cartes du facteur de Schmid pour l'échantillon biphasé de l'expérience OLI63 et pour différents systèmes de glissement de l'olivine : **a.**  $[100](010)$  ; **b.**  $[001](010)$  ; **c.** le duplex  $[100](001)$  et  $[001](100)$ . Chaque point de mesure sur l'image est indexé en fonction de la valeur du facteur de Schmid pour le système considéré. Les valeurs élevées sont en rouge et les plus faibles, en bleu comme indiqué par l'échelle, en d. La direction de compression est horizontale ; Pour plus de clarté, les joints de grain ainsi que les sous-joints ne sont pas représentés ; **d.** Fréquence normalisée du facteur de Schmid pour les trois systèmes de glissement évoquées ci-dessus. Les valeurs obtenues correspondent à une analyse réalisée sur une zone différente de celle des figures a-d, avec un pas d'échantillonnage supérieur à la taille des plus gros grains.

### 5.2.3 Microstructures de type OLIV3

Les échantillons sont des olivines des expériences OLI47 (fritté : AN055), OLI56 (VR12a-Ol) et OLI59 (VR12a-Ol). Elles ont été déformées entre 1100 et 1200° et à des pressions allant de 2.5 à 6 GPa. La forme de leurs grains est leur caractéristique principale. La planche 5.7 résume les principaux résultats obtenus sur l'olivine de OLI47.

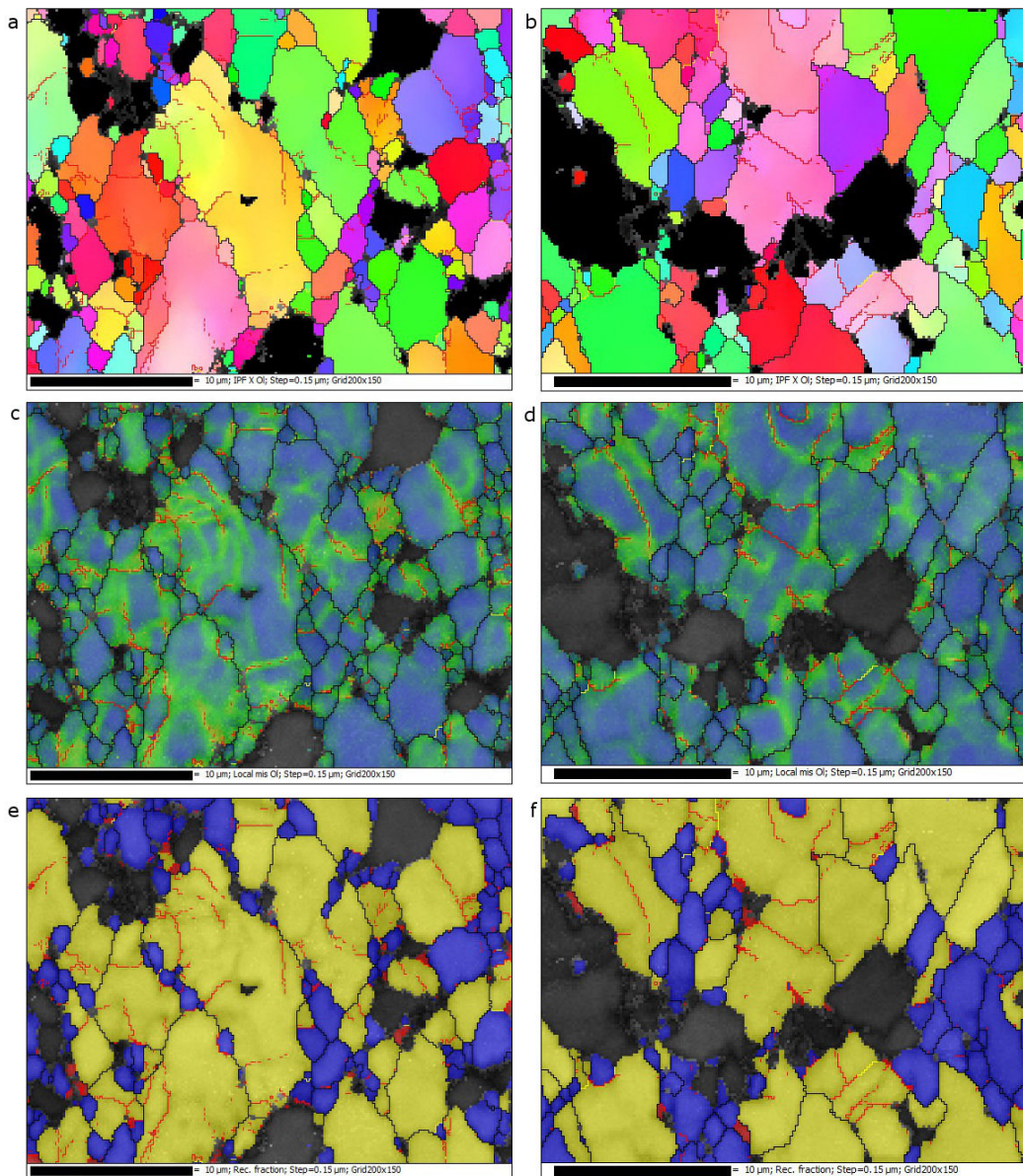
La distribution de la taille de grain normalisée montre des tailles moyennes autour de 2 μm mais avec une variabilité très importante. Cela s'explique par le grand nombre de petits grains présents dans la microstructure (Fig. 5.7a-d;f). De plus, une orientation de la forme des grains est notable, perpendiculairement à la direction de compression (5.7e) ainsi qu'un fort aplatissement, avec seulement 60 % des grains qui ont un rapport longueur/largeur in-





**Figure 5.7** – Caractéristiques de l'échantillon d'olivine de l'expérience OLI47 obtenues par EBSD : **a.** Contraste de bandes ; **b.** Couleur de phase (vert = Ol, bleu = OPx et jaune = LCPx) ; **c.** Désorientation locale calculée avec un filtre 5x5 ; **d.** Figure de pôle inverse dans la direction de compression (code couleur dans l'encadré). L'échelle est représentée par la barre noire. Les joints de grain sont repérés en noir (désorientation > 20°) et en jaune (entre 15 et 20°), les sous-joints de grain en rouge (entre 2 et 15°) et les interphases, en vert ; **e.** Orientation des grains en fonction de l'aplatissement a/b (points) et fréquence cumulée de ce dernier (courbe). L'encadré est un diagramme en rose des vents de l'orientation des grains. La verticale du diagramme est la direction de compression ; **f.** Distribution normalisée de la taille de grain et paramètres d'ajustement ; **g.** Figures de pôles selon [100], [010] et [001]. La direction de compression est verticale. Le MUD, J-index (J) et nombre de points de mesure (N) sont renseignés.





**Figure 5.8** – Images EBSD de l'échantillon d'olivine de l'expérience OLI56 : **a-b.** Figures de pôles inverses dans la direction de compression pour deux zones d'étude. Le code couleur est le même que celui de la figure 5.7d ; **c-d.** Désorientation locale calculée avec un filtre 5x5 pour les mêmes zones que a et b ; **e-f.** Image des désorientations estimées pour chaque grain. La couleur bleu correspond à des grains, supposés néoformés, dont la désorientation interne est faible, le jaune et le rouge indiquent une déformation à l'intérieur du grain. L'échelle est représentée par la barre noire. Les joints de grain sont repérés en noir (désorientation  $> 20^\circ$ ) et en jaune (entre 15 et  $20^\circ$ ), les sous-joints de grain en rouge (entre 2 et  $15^\circ$ ) et les interphases, en vert. Les grains non indexés (en gris) correspondent à des grains de pyroxène.

férier à 2. Contrairement aux autres types de microstructures, les joints de grains sont sinueux, évoquant des processus de recristallisation par migration des joints de grains comme on peut le voir en haut à droite des images a-d de la figure 5.7. La déformation intracristalline

est également visible sur de nombreux grains, et l'arrangement suppose une recristallisation par rotation des sous-joints (Fig. 5.8). Certains sous-joints tendent à s'individualiser comme le montre les grains les plus massifs situés au centre des images, tandis que de nombreux petits grains, ne présentant pas de déformation interne, semblent être des grains néoformés. Des débuts de formation de lamelles de déformation sont également visibles sur les cartes de désorientation locale (Fig. 5.7c).

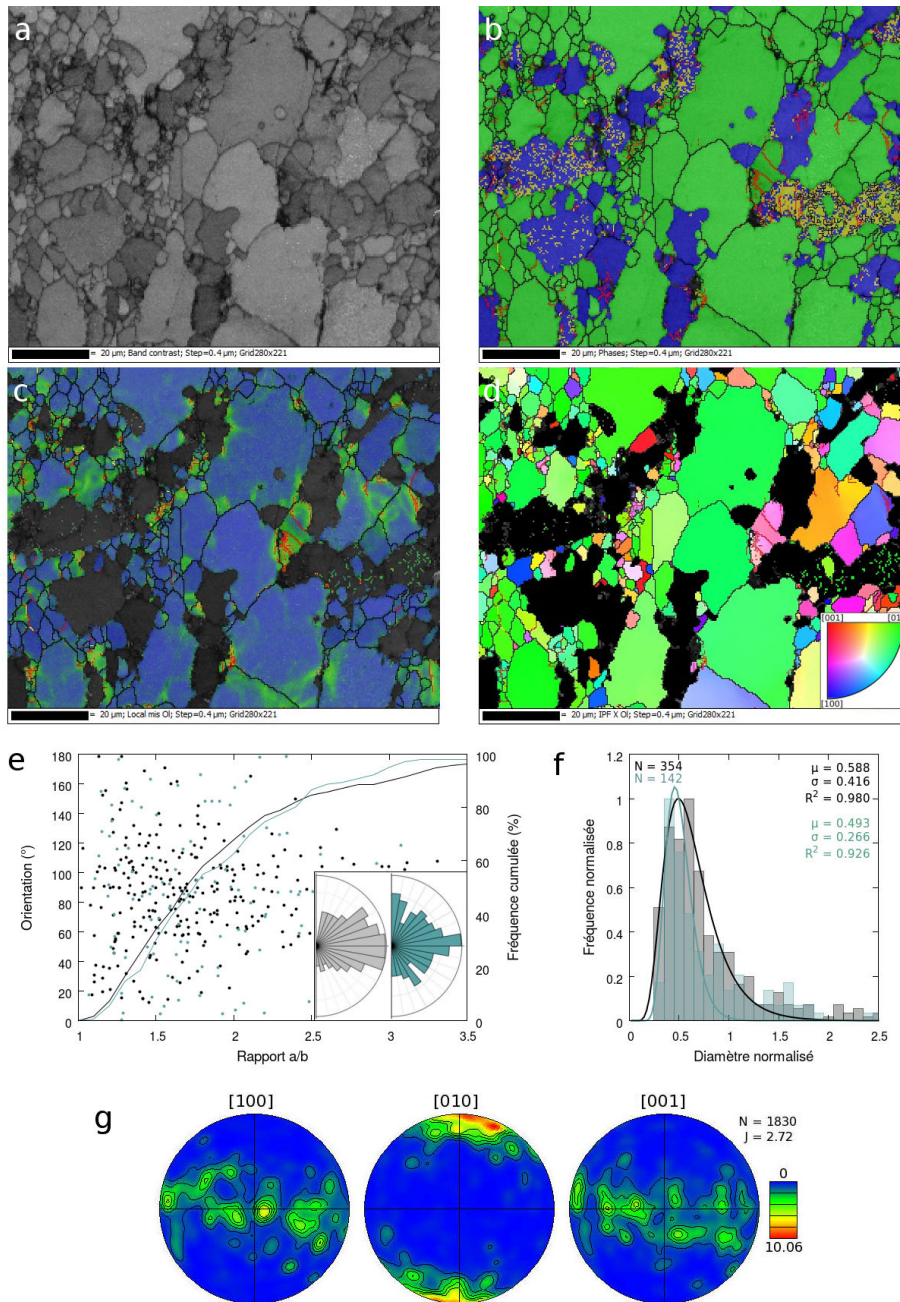
Les figures de pôles indiquent une orientation préférentielle des axes [010] dans la direction de compression (fig. 5.7g), visible également par une prédominance de la couleur verte sur la carte de figure de pôles inverses dans la direction de compression (Fig. 5.7d). Les valeurs de J-index restent faibles, entre 1.16 et 1.38, de même que le profil de désorientation non corrélée qui suit celui d'une distribution de grains orientés aléatoirement (Annexe A.70). Les axes de rotation des grains déformés sont situés entre les directions [010] et [100], ce qui suggère l'activation de différents systèmes de glissement. La distribution des valeurs de Schmid confirme cette hypothèse, avec des profils similaires pour les systèmes [100](010), [001](010) et, dans une moindre mesure, le duplex [001](100)+[100](001).

Bien que ces indices témoignent de l'activité simultanée de différents systèmes de glissement, l'exposant de contrainte déterminé ici est de 1.22 (Fig. 5.18). Le fluage diffusion semble donc rester un acteur majeur de la déformation au cours de ces expériences.

### 5.2.4 Microstructures de type OLIV4

Les microstructures des échantillons de cette catégorie, dont les principales caractéristiques sont représentées figure 5.9, ont pour trait principal d'être fortement texturées. C'est le cas des olivines de OLI45 (fritté : AN055) et OLI48 (AN055) et du biphasé de l'expérience OLI51 (AN368) déformés entre 1000 et 1200°C et à environ 2-3 GPa.

Après déformation, ces échantillons sont constitués de grains de tailles hétérogènes, particulièrement pour les échantillons OLI45 et OLI51. On peut noter que les olivines de OLI45 et OLI48 sont composés d'une fraction importante de pyroxène. Cette fraction, beaucoup plus importante que dans l'échantillon de départ, peut s'expliquer par l'utilisation de feuilles de platine saturées en fer comme marqueurs pour la radiographie au cours de ces expériences. Durant la phase de recuit à haute température qui précède la déformation, ces marqueurs ont incorporés du fer de l'olivine. L'olivine s'est alors déstabilisée pour former du pyroxène. En raison de cela, les données mécaniques de ces échantillons n'ont pas été étudiées. On peut noter une légère orientation préférentielle de forme (Fig. 5.9a et e) avec une majorité



**Figure 5.9** – Caractéristiques de l'échantillon d'olivine de l'expérience OLI45 obtenues par EBSD : **a.** Contraste de bandes ; **b.** Couleur de phase (vert = OI, bleu = OPx et jaune = LCPx) ; **c.** Désorientation locale calculée avec un filtre 5x5 ; **d.** Figure de pôles inverses dans la direction de compression (code couleur dans l'encadré). L'échelle est représentée par la barre noire. Les joints de grain sont repérés en noir (désorientation > 20°) et en jaune (entre 15 et 20°), les sous-joints de grain en rouge (entre 2 et 15°) et les interphases, en vert ; **e.** Orientation des grains en fonction de l'aplatissement a/b (points) et fréquence cumulée de ce dernier (courbe). L'encadré est un diagramme en rose des vents de l'orientation des grains. La verticale du diagramme est la direction de compression ; **f.** Distribution normalisée de la taille de grain et paramètres d'ajustement. L'olivine est représentée en noir et le pyroxène en bleu ; **g.** Figures de pôles selon [100], [010] et [001]. La direction de compression est verticale. Le MUD, J-index (J) et nombre de points de mesure (N) sont renseignés.



de grains orientés perpendiculairement à la direction de compression. Les courbes de distribution de la taille de grain normalisée présentent une majorité de grains ayant un diamètre normalisé autour de la moitié du diamètre moyen. Ce décalage est induit par la présence de gros grains dans la microstructure (Fig. 5.9f). Enfin, l'olivine OLI48 présente quelques joints quadruples, témoins d'un glissement aux joints de grain (*cf.* chapitre 1, Fig. 1.7).

Les grains présentent peu de déformation interne, avec la présence de quelques lamelles de déformation et sous-joints.

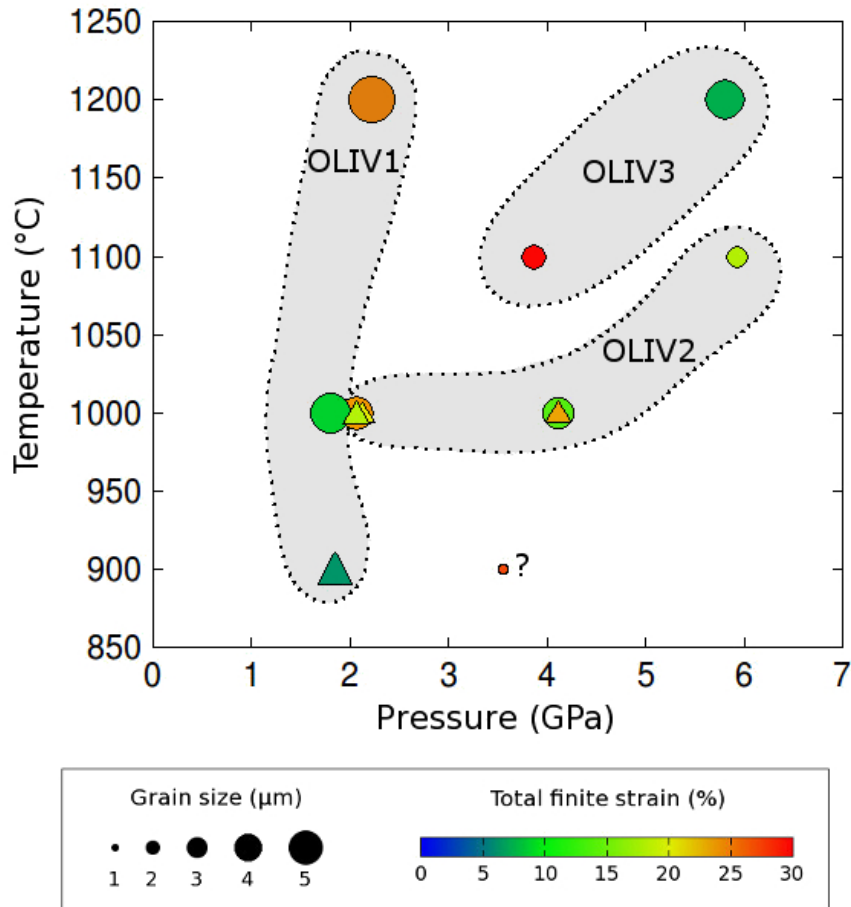
La texture est quant à elle très marquée comme on peut le voir sur les figures de pôles (Fig. 5.9g) avec des caractéristiques compatibles avec les systèmes de glissement principaux de l'olivine, à savoir  $[100](010)$  et  $[001](010)$ . En effet, les axes  $[010]$  s'alignent parallèlement à la direction de compression tandis que les axes  $[100]$  et  $[001]$  s'orientent perpendiculairement, formant ainsi des couronnes équatoriales sur les figures de pôles. Le J-index est lui aussi très élevé, avec des valeurs entre 1.6 et 2.7 pour OLI45. Cela se traduit sur les profils de désorientation non corrélée par une sur-population de grains ayant des désorientations comprises entre 40 et 60°, par rapport à la distribution aléatoire (Annexe A.70). La texture est également visible si l'on s'intéresse à la carte de figure de pôles inverses dans la direction de compression. La majorité des grains visibles sur la carte indique la prédominance de l'axe  $[010]$  dans la direction de compression (couleur verte sur la Fig. 5.9d).

Cette catégorie est donc fortement texturée, en revanche les grains ne présentent que peu de déformation interne. Une possibilité serait que cette OPR soit acquise pendant le frittage, cependant l'échantillon AN368 possède un J-index faible, de 1.18 (Annexe A.70), et des figures de pôles qui ne présentent pas d'orientation préférentielle (*cf.* chapitre 3, Fig. 3.7). Ainsi, la texture a pu être acquise pendant la phase de recuit ou durant la déformation. Concernant les échantillons d'olivine de OLI45 et OLI48, la déstabilisation de l'olivine pendant la phase de recuit à haute température est sans doute une explication pour les caractéristiques texturales observées et ne reflètent donc pas une évolution de la microstructure pendant la déformation.

### 5.2.5 Résumé des analyses microstructurales

Les microstructures observées pour l'olivine dans les échantillons monophasés et biphasés montrent des caractéristiques variables, et peuvent être regroupées en 4 catégories. Ces catégories ne sont pas reliées de façon évidente à des conditions expérimentales (P,T) sans doute car les microstructures sont également dépendantes d'autres facteurs comme le pour-

centage de déformation finie, la microstructure avant déformation, la distribution des phases (Ol et Px) dans la microstructure, *etc* (Fig. 5.10). On peut cependant tirer de ces observations des remarques générales.



**Figure 5.10** – Conditions de pression et température des différentes expériences de déformation menées sur les échantillons d'olivine. La taille de grain moyenne déterminée après expérience de déformation est représentée par la taille du point et le pourcentage de déformation finie par sa couleur. Les différents types de microstructures définies sont également représentés par les différentes enveloppes grises. Le point d'interrogation correspond à l'échantillon d'olivine de l'expérience OLI41 dont la texture n'a pas pu être déterminée par microscopie EBSD en raison de la faible taille des grains, de 0.7 µm.

Premièrement, la déformation interne des grains d'olivine au sein des monophasés reste faible (particulièrement pour le type OLIV1), avec la présence occasionnelle de lamelles de déformation, de "kink bands" et de sous-joints de grain (types OLIV2 et OLIV3), principalement observés dans les plus gros grains de la microstructure. La texture est elle aussi peu marquée, avec des valeurs de J-index inférieures à 1.5, des profils de désorientation des grains non corrélée qui sont semblables à ceux que l'on obtiendrait si les grains étaient orientés de façon aléatoire.

Les valeurs élevées de J-index (1.65 et 2.72) sont celles estimées sur les échantillons OLI45 et OLI48 (microstructure de type OLIV4). Ces deux échantillons appartiennent à la même catégorie qui se caractérise par une forte texture. Ces caractères singuliers peuvent s'expliquer par la présence de platine dans les assemblages de ces expériences. La forte teneur en fer dans les marqueurs de platine analysés par microsonde électronique ( $\sim 15\%$  en poids de Fe) suppose que ceux-ci ont incorporé du fer dans l'olivine pendant la phase de recuit à haute température, entraînant ainsi une déstabilisation, également notable par une teneur en pyroxène en fin d'expérience de déformation plus importante que celle observée sur les échantillons de départ (70-75 % vol. observés en fin d'expérience contre 95 % vol. attendus). Les microstructures observées ainsi que les textures ne reflètent donc pas uniquement la phase de déformation mais également la phase de déstabilisation. Pour ces raisons, les données mécaniques acquises sur ces échantillons n'ont pas été exploitées.

Des évidences ponctuelles de glissement aux joints de grain laissent supposer que ce mécanisme peut apporter une contribution limitée aux cours de ces expériences. Enfin, en comparant les microstructures des échantillons d'olivine dans les monophasés et les biphasés, on peut noter que la déformation interne des grains, la quantité des sous-joints de grain, *etc.* est plus importante dans les échantillons biphasés. Cette différence est également observée au sein d'un même échantillon, dans des régions plus ou moins riches en pyroxène. Cela suggère une contribution plus importante du fluage dislocation dans les échantillons biphasés. Cet aspect est traité plus en détails dans le chapitre 6, section 6.3.

Une analyse détaillée du facteur de Schmid, des figures de pôles et des faibles désorientation dans des grains présentant des évidences d'une activité des dislocations permet de mettre en évidence les principaux systèmes de glissement de l'olivine :  $[100](010)$ ,  $[001](010)$  ainsi que le duplex  $[100](001)$  et  $[001](100)$ .

## 5.3 Données mécaniques

### 5.3.1 Incertitudes sur les grandeurs mesurées

Comme toute expérience, celles de déformation en presse D-DIA sont soumises à des incertitudes sur les grandeurs que l'on mesure. Cette section discute des principales sources d'erreur ainsi que leur propagation dans le calcul de la contrainte et de la pression.

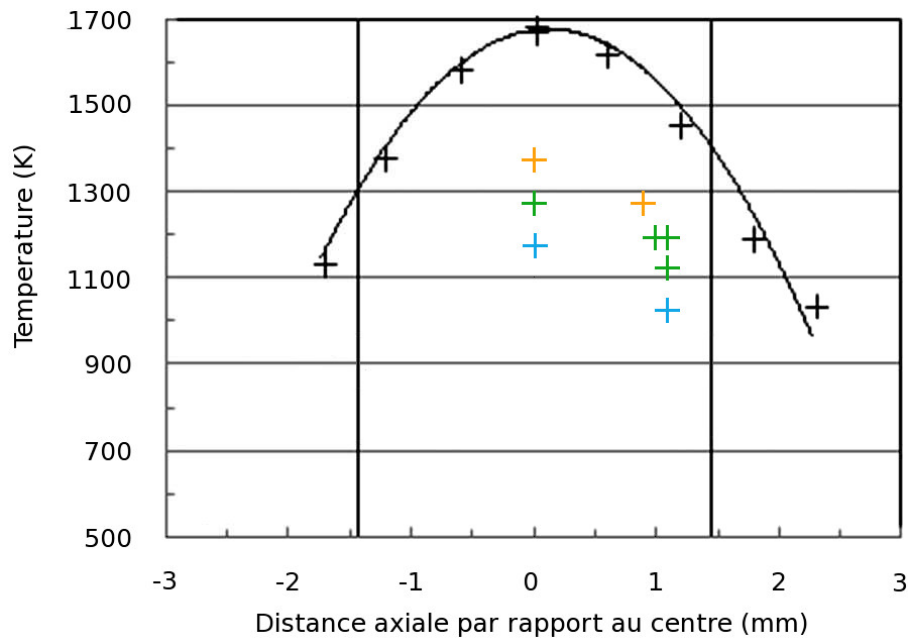
#### 5.3.1.1 Température

La température est un paramètre expérimental très important, qui intervient dans plusieurs étapes de la détermination de la pression et de la contrainte *i.e.* dans le calcul de l'expansion thermique  $\alpha(T)$ , du module de compressibilité  $K_0(T)$ , du tenseur de souplesse et de rigidité  $S_{ij}(T)$  et  $C_{ij}(T)$  (*cf.* chapitre 2, section 2.2.1.4).

La température est mesurée à l'aide d'un thermocouple latéral placé à mi-hauteur de l'assemblage et allant jusqu'au contact des échantillons (*cf.* chapitre 2, Fig.2.7). La position précise de la jonction chaude du thermocouple est très importante aux vues des gradients thermiques présents à haute température dans ces types d'assemblages. Les travaux de [Ratterron et al. \(2013\)](#) donnent une estimation de ce gradient à partir de données de diffraction obtenues sur les pistons d'alumine et de la distance par rapport au centre de l'assemblage. Ces auteurs trouvent un gradient axial de  $155^{\circ}\text{C}.\text{mm}^{-1}$  à  $1400^{\circ}\text{C}$  (Fig. 5.11) en supposant la pression constante dans tout l'assemblage. Ce gradient est bien entendu fonction de la température et de l'assemblage.

Pour nos expériences, une estimation du gradient thermique a été déterminée dans des assemblages cubiques en pyrophyllite recuite, à des températures comprises entre  $900$  et  $1100^{\circ}\text{C}$ , pour des pressions entre  $1.8$  et  $4.3$  GPa (Fig. 5.11). Ces valeurs sont estimées en supposant que la pression est homogène sur toute la colonne de déformation. La température est recalculée de façon à ce que la pression déterminée en un point de la colonne de déformation à partir du piston en alumine soit égale à celle de l'olivine. Les résultats indiquent un gradient thermique compris entre  $80$  et  $150^{\circ}\text{C}$ , en fonction de l'expérience et à  $1$  mm du centre de l'assemblage.

Bien que le gradient thermique latéral doit être plus faible que le gradient axial, un dé-



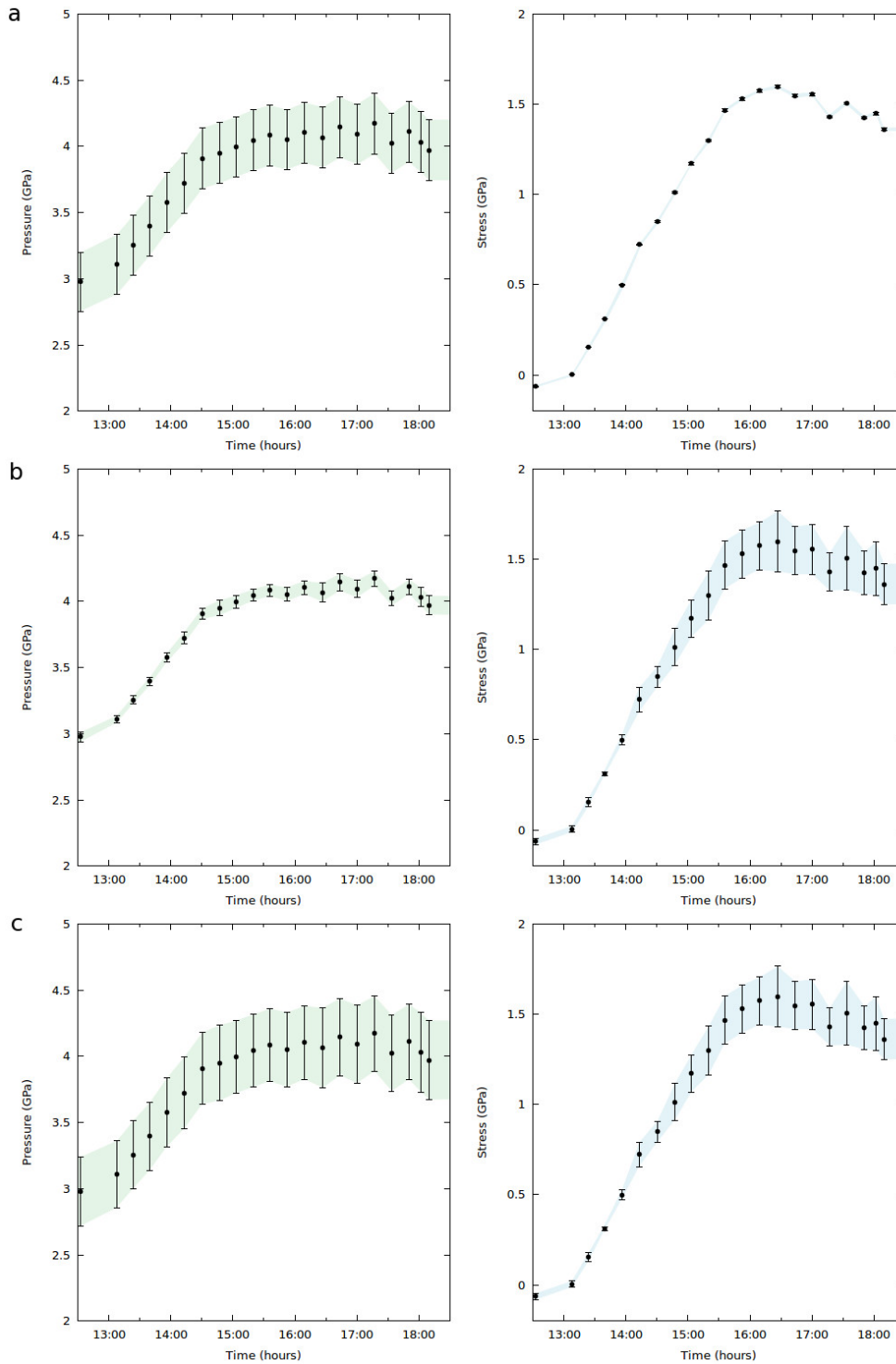
**Figure 5.11** – Estimation du gradient thermique à haute température d'un assemblage D-DIA à partir de l'équation d'état de l'alumine, utilisée comme piston. Les points et la courbe noire correspondent à l'estimation du gradient thermique à 1400°C dans un assemblage en époxy de bore (Raterron *et al.*, 2013). Les données en bleu, vert et orange sont des estimations de température à 900, 1000 et 1100°C respectivement, en fonction de la distance axiale par rapport au centre de l'assemblage, pour les expériences de déformation OLI56 et OLI62 à OLI65 réalisées avec des assemblages en pyrophyllite recuite à 1000°C.

calage (axial et/ou latéral) de quelques centaines de microns de la jonction chaude du thermocouple induit une erreur sur la température de plusieurs dizaines de degrés. L'effet d'une variation de la température de  $\pm 50^\circ\text{C}$  sur le calcul de la contrainte et la pression a été étudié sur l'échantillon d'olivine de l'expérience OLI63, réalisée à 1000°C et autour de 4 GPa (Fig. 5.12a). Les résultats indiquent une erreur sur la pression estimée à  $\pm 230$  MPa, soit une erreur relative de 7%. La température n'a que peu d'effet sur le calcul de la contrainte, l'incertitude étant inférieure à 10 MPa soit 0.5% seulement sur la valeur de la contrainte.

### 5.3.1.2 Position des pics

Une autre source d'erreur provient de l'incertitude sur la position de chaque pic de diffraction. Une erreur de position se répercute sur le calcul de la pression et de la contrainte. La position d'un pic bien défini sur le spectre de diffraction aura une erreur faible. En revanche, plusieurs pics possédant des  $d_{hkl}$  voisins peuvent se mélanger, ce qui entraîne une détérioration de la précision de la mesure (Fig. 5.14a, pics (122) et (140)). Le logiciel de traitement `plot85` estime la position des pics et son écart-type, en canaux. Lorsque l'on convertit ces





**Figure 5.12** – Exemple d'estimation des erreurs sur le calcul de la contrainte et de la pression de l'olivine de l'expérience OLI63 : **a.** en considérant une incertitude sur la température de 50°C ; **b.** en considérant les erreurs sur l'ajustement des données et de la droite de Singh ( $d_{hkl}$  en fonction de  $1-3\cos^2\psi$ ) ; **c.** Effet cumulé des deux sources d'erreur.

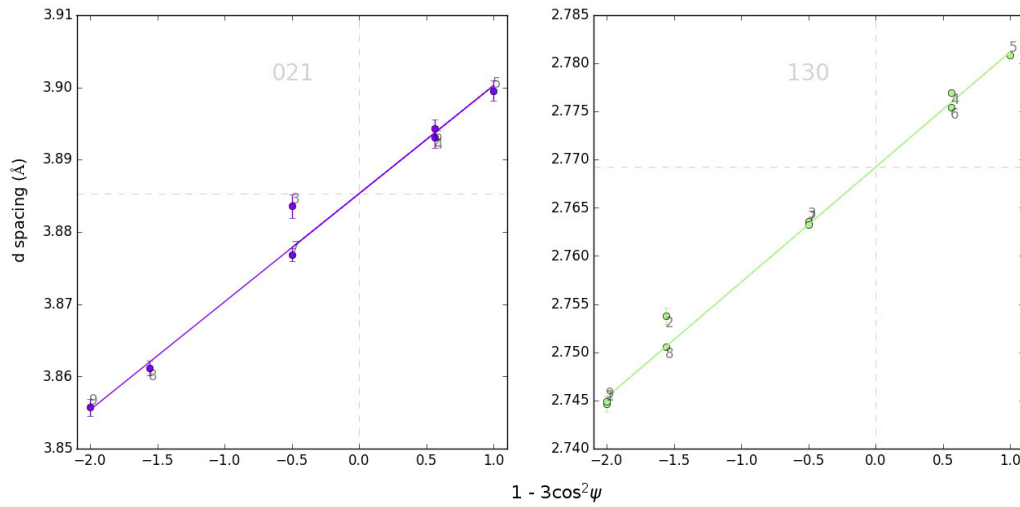
canaux en ångström, on introduit une autre source d'erreur, celle de la calibration en énergie réalisée sur l'alumine en début de chaque expérience. La confrontation entre les valeurs de  $d_{hkl}$  estimées par la calibration (pour le standard d'alumine servant à faire la calibration) et les valeurs théoriques, indiquent que l'erreur sur la calibration est faible.

Pour estimer la pression et la température, un ajustement par moindres carrés est réalisé sur les  $d_{hkl}$  mesurés par les différents détecteurs en fonction de  $(1 - 3 \cos^2 \psi)$ , avec  $\psi$  l'angle entre la verticale et le détecteur comme expliqué dans le chapitre 2. Cet ajustement prend en compte l'erreur estimée sur la position de chaque pic (Fig. 5.13). Ainsi, pour un plan  $hkl$  donné, une incertitude sur la pente et sur l'ordonnée à l'origine de la droite d'ajustement induit une erreur sur la contrainte  $\sigma_{hkl}$  et la pression respectivement (Fig. 5.12b). L'erreur sur chaque pic de diffraction est fonction de la "qualité" du pic, ainsi la position des pics (131) et (112) est connue plus précisément que celle des pics (122) et (140) dont les distances interréticulaires sont très proches (Fig. 5.14).

Nous supposons que la contrainte macroscopique est la moyenne arithmétique des  $\sigma_{hkl}$  calculées pour chaque pic de diffraction  $hkl$ . L'erreur sur la contrainte moyenne correspond à l'erreur-type sur ces points de mesure. La contrainte macroscopique peut être obtenue, de façon plus rigoureuse, en faisant une moyenne des  $\sigma_{hkl}$  pondérée par l'écart-type sur chaque plan  $hkl$  (Fig. 5.14, cercles blancs) ou encore en utilisant des modèles EPSC (elasto-plastic self consistent models) capables de rendre compte des hétérogénéités des contraintes en fonction du plan interréticulaire (e.g. Burnley et Zhang (2008); Merkel *et al.* (2009); Hilairet *et al.* (2012)).

L'incertitude moyenne globale due à la position des pics est estimée à  $\pm 50$  MPa pour la pression et à  $\pm 150$  MPa pour la contrainte moyenne. Si l'on ajoute à cela l'erreur sur la température ( $\pm 50^\circ\text{C}$ ), cela revient à une incertitude de  $\pm 300$  MPa sur la pression (Fig. 5.12c) et de  $\pm 150$  MPa sur la contrainte. Pour la suite, ces incertitudes sont supposées constantes pour l'ensemble des expériences.

La qualité générale des spectres de diffraction est aussi subordonnée à la transparence des enclumes diamants utilisées. En effet, les détecteurs qui ne sont pas positionnés verticalement (*i.e.* détecteurs 2 à 8) récoltent des faisceaux diffractés qui passent au travers de ces enclumes (*cf.* chapitre 2, Fig. 2.10). Deux types d'enclumes diamants ont été utilisées, la différence étant la nature du liant : SiC ou cobalt. Dans le cas du liant en cobalt, l'enclume est plus opaque mais résiste mieux aux pressions élevées. L'intensité de deux pics d'olivine, (130) et (131), en fonction du détecteur, et pour les deux types d'enclumes, est présentée dans la figure 5.15. On remarque que, hormis pour les détecteurs 1 et 9, l'intensité des pics pour les enclumes diamant+SiC est nettement supérieure aux enclumes diamant+cobalt. Il est évident que la précision sur les mesures est nettement améliorée par l'utilisation du se-



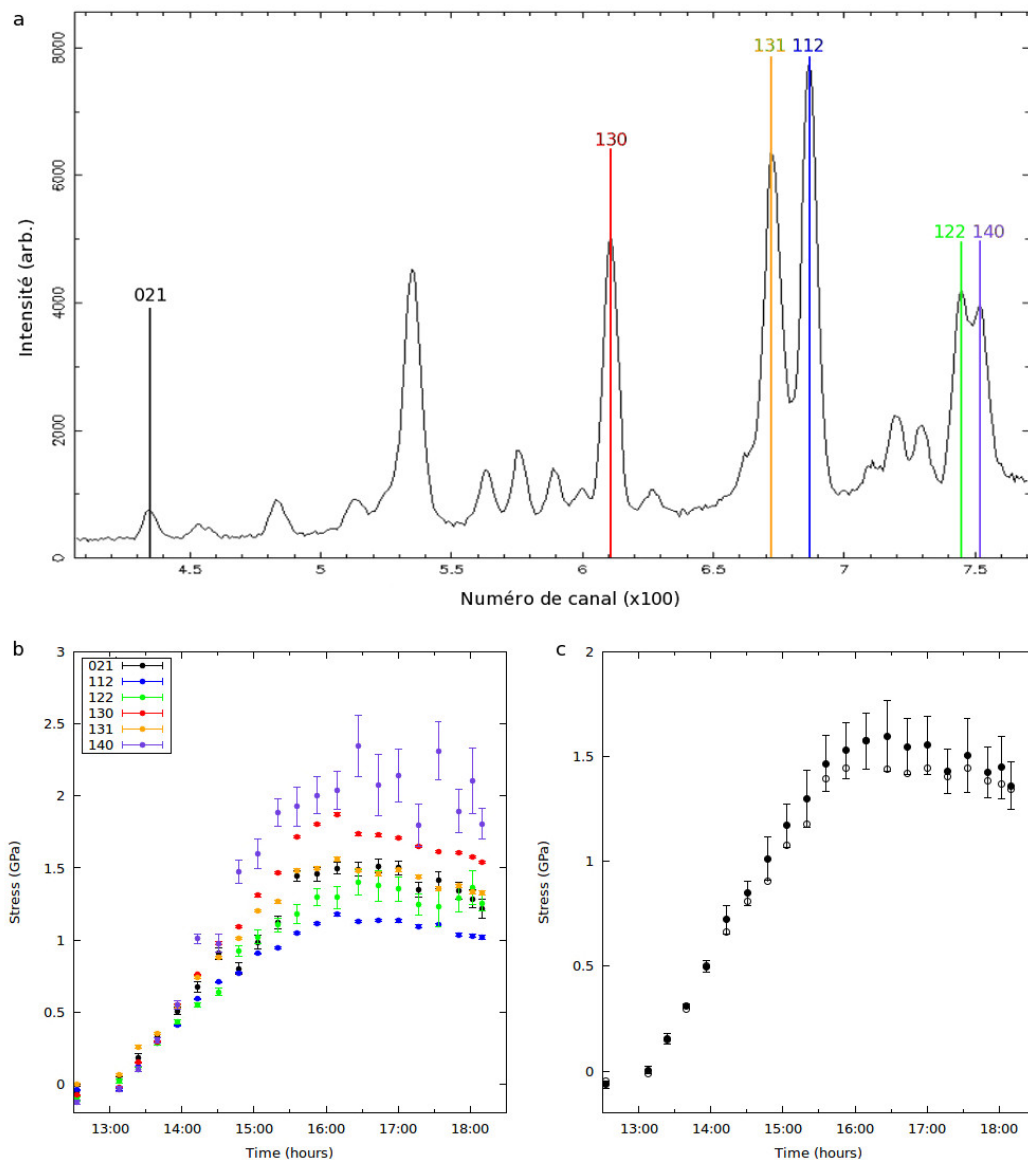
**Figure 5.13** – Variation des distances interréticulaires en fonction de  $1 - 3\cos^2\psi$  (détecteurs 1 à 9) pour les pics d'olivine : (021) et (130), au cours d'une expérience de déformation (OL163). La droite correspond à l'ajustement par moindres carrés des différents points et tient compte des incertitudes sur la valeur de chaque  $d_{hkl}$ . Les erreurs sur la valeur de chaque point est représentée.

cond type d'enclumes.

Le spectre de diffraction sur les échantillons en début d'expérience, à pression et température ambiantes, est particulièrement important car son analyse permet de déterminer les paramètres ambiants :  $a_0$ ,  $b_0$ ,  $c_0$  et  $V_0$ , à la base du calcul de la pression (*cf.* chapitre 2). Pour les échantillons de pyroxène, la mauvaise qualité des spectres de diffraction à température ambiante rend ces spectres inutilisables. Dans ce cas, les paramètres ambiants sont obtenus en fin d'expérience, après ouverture de la presse. A défaut, les données obtenues sur un échantillon de pyroxène d'une autre expérience, ayant un spectre de diffraction mieux défini, sont utilisées.

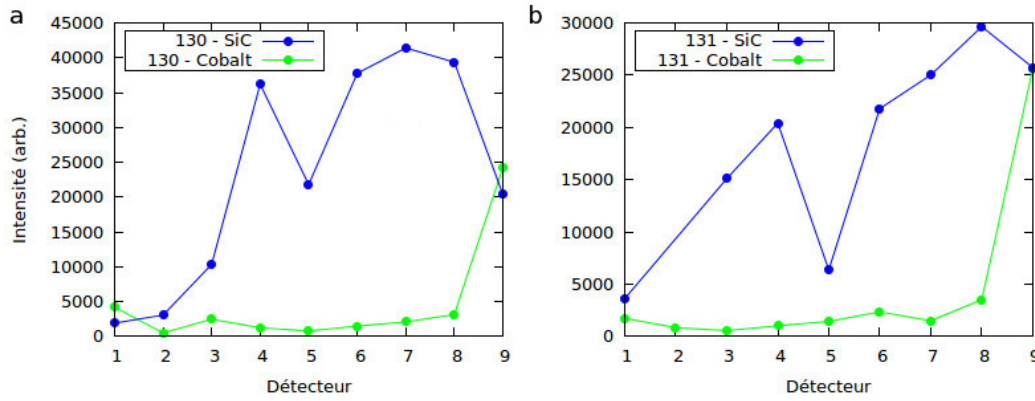
### 5.3.1.3 Autres sources d'erreur

Il existe des incertitudes sur les paramètres thermo-élastiques des minéraux utilisés. Ces paramètres : l'expansion thermique  $\alpha$ , le tenseur de rigidité  $C_{ij}$ , le module de compressibilité isotherme ( $K_T$ ) ainsi que leurs dérivées en fonction de la pression et de la température interviennent dans le calcul de la contrainte et de la pression. L'erreur sur ces paramètres, probablement importante mais difficile à évaluer, n'a pas été étudié ici et est considérée comme négligeable par rapport aux autres sources d'erreur. Les résultats présentés sont donnés pour un jeu de paramètres élastiques, reportés en annexe B.



**Figure 5.14** – a. Spectre de diffraction en fonction du canal pour l’olivine de l’expérience OLI63 pendant la déformation et position des différents pics de diffraction utilisés; b. Contrainte estimée en fonction du pic de diffraction, l’incertitude associée à chaque point de mesure est renseignée; c. Contrainte moyenne déterminée comme étant la moyenne arithmétique non pondérée (cercles noirs) et pondérée (cercles blancs) des contraintes  $\sigma_{hkl}$ . L’incertitude sur la moyenne non pondérée est représentée.

La mesure de longueur de l’échantillon par radiographie est déterminée à 4 pixels près soit à environ  $8 \mu\text{m}$  (0.8 % d’erreur relative pour un échantillon de 1 mm). L’erreur sur la vitesse de déformation est quant à elle comprise entre 1 et  $5 \times 10^{-7} \text{s}^{-1}$  selon l’expérience.



**Figure 5.15** – Intensité des pics d'olivine : a. (130) ; b. (131), en fonction du détecteur et pour deux types d'enclumes diamant : liant SiC (en vert) ou en cobalt (en bleu).

### 5.3.1.4 Propagation des erreurs dans les expériences

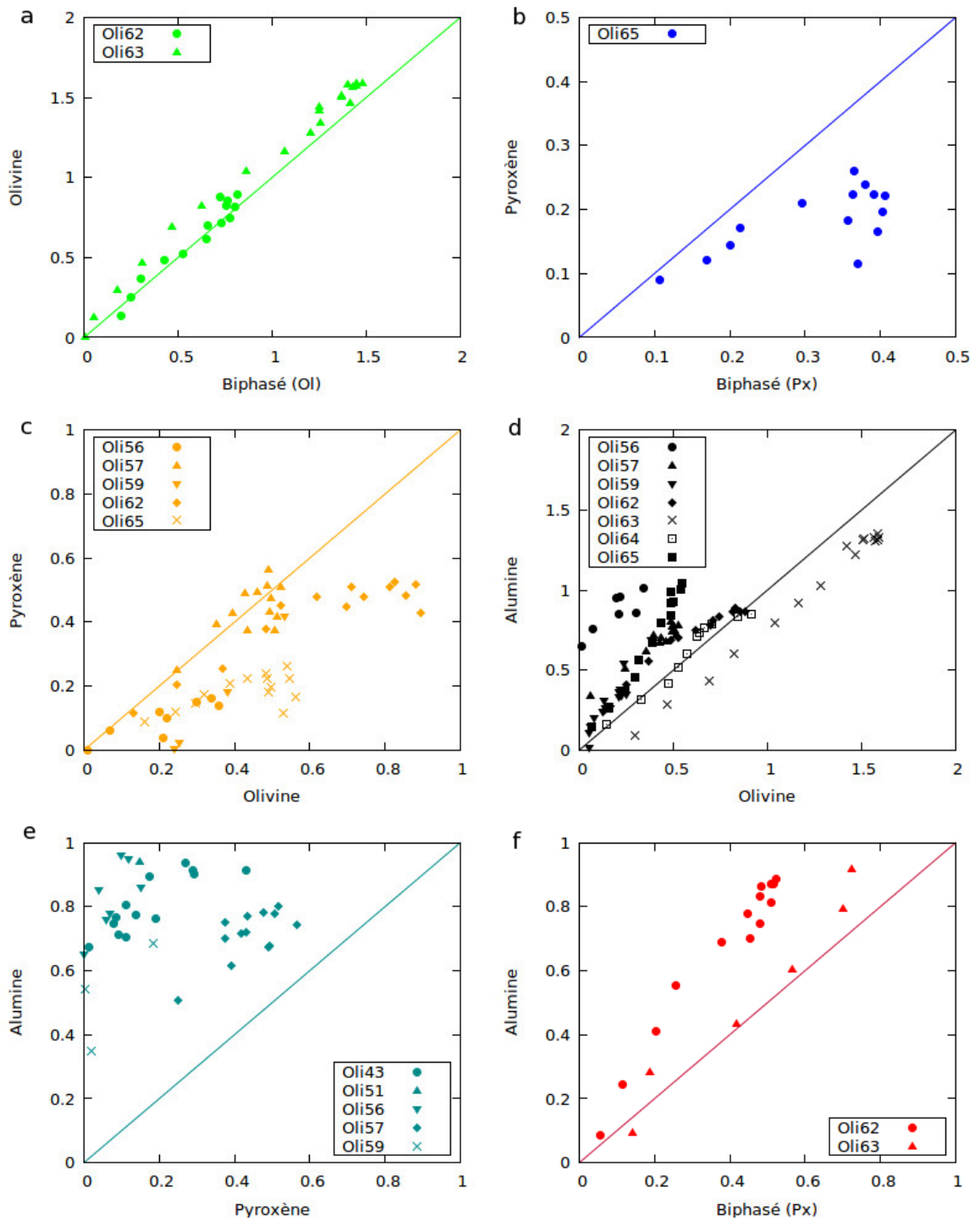
Les sources d'erreurs discutées ci-dessus induisent des incertitudes importantes sur l'estimation de la pression et de la contrainte. Nous ne considérons, dans la suite du document, que les incertitudes sur la position des pics de diffraction et sur la température ( $\pm 50^\circ\text{C}$ ), celles des autres sources étant considérées comme plus faibles. Ainsi, l'erreur systématique est égale à :  $\delta_p = 300$  MPa pour la pression et  $\delta_\sigma = 150$  MPa pour la contrainte.

Au sein d'une expérience, la pression et la contrainte sont déterminées comme étant les valeurs moyennes d'une série de  $N$  mesures. Pour la contrainte, les points sont estimés en condition de déformation quasi-stationnaire, *i.e.* la contrainte n'évolue pas ou peu en fonction de la déformation finie. La pression est déterminée sur un intervalle de points qui montrent peu de variation avec le temps. L'erreur totale ( $\Delta_p$  et  $\Delta_\sigma$ ) dépend alors de l'écart-type de la régression linéaire qui tient compte de la dispersion des valeurs  $x_i$  par rapport à la valeur moyenne  $\bar{x}$ , mais aussi de l'erreur systématique - et identique - sur chaque point de mesure ( $\delta_p$  et  $\delta_\sigma$ ) :

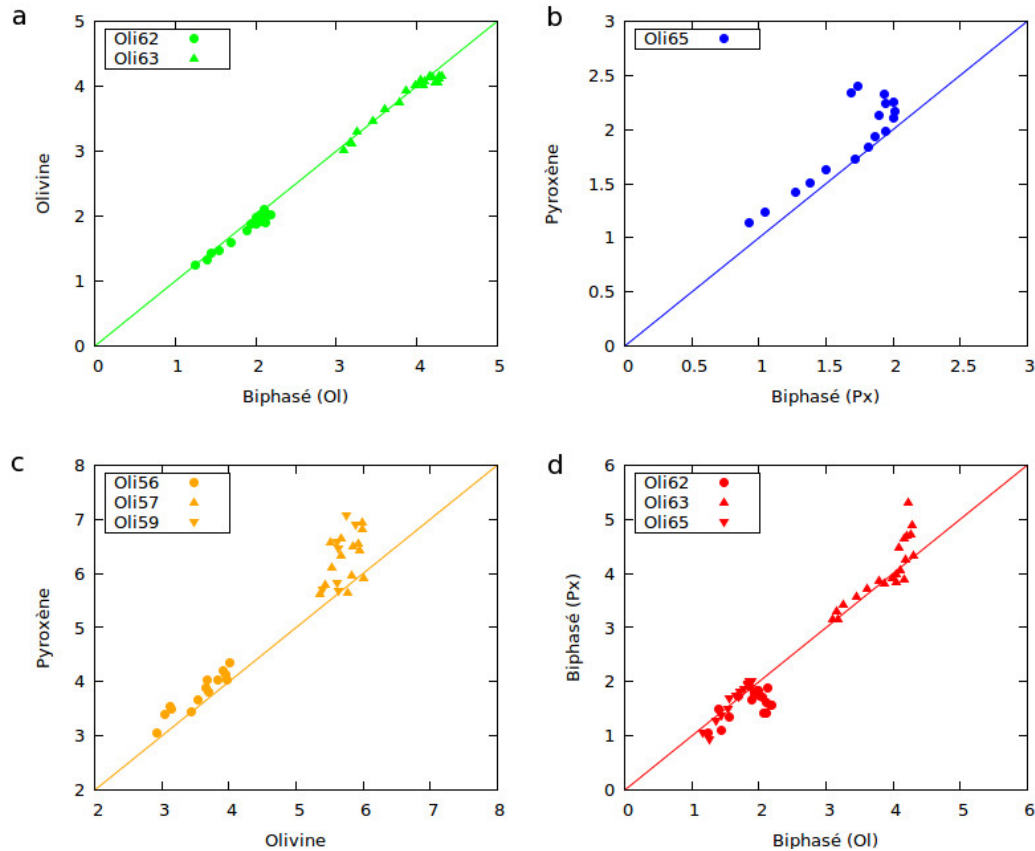
$$\Delta_p = \delta_p + \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{N-1}}, \quad (5.5)$$

$$\Delta_\sigma = \delta_\sigma + \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{N-1}}. \quad (5.6)$$

Dans la majorité des cas, l'erreur la plus importante provient de l'erreur systématique, la dispersion des données restant faible sur l'intervalle de temps déterminé.



**Figure 5.16** – Comparaison des contraintes calculées dans l'olivine, le pyroxène et l'alumine : **a.** entre olivines dans un échantillon d'olivine et dans un biphase ; **b.** entre pyroxènes dans un échantillon de pyroxène et au sein d'un biphase ; **c.** entre l'olivine et le pyroxène (biphases et pôles purs confondus) ; **d-f.** comparaison entre la pression mesurée dans les pistons d'alumine et dans : **d.** l'olivine (pôles purs et biphases) ; **e.** le pyroxène dans les échantillons de pyroxène ; **f.** le pyroxène dans les échantillons biphases.



**Figure 5.17** – Comparaison de la pression calculée dans l'olivine et le pyroxène : **a.** entre olivines dans un échantillon d'olivine et dans un biphase ; **b.** entre pyroxènes dans un échantillon de pyroxène et d'un biphase ; **c.** Comparaison entre la pression déterminée dans des monophasés d'olivine et de pyroxène ; **d.** entre la pression déterminée dans l'olivine et le pyroxène, au sein du même échantillon biphase.

### 5.3.2 Comparaison des pressions et contraintes

Les figures 5.16 et 5.17 présentent les contraintes et les pressions calculées à quelques minutes d'intervalle pour les différents minéraux, au cours des expériences de déformation qui contiennent plusieurs échantillons.

Concernant les contraintes, on remarque une bonne corrélation entre la contrainte mesurée dans l'olivine d'un échantillon monophasé et biphase (Fig. 5.16a), ce qui n'est pas le cas pour le pyroxène : l'échantillon monophasé montre une contrainte plus faible que le pyroxène dans le biphase (Fig. 5.16b). La contrainte dans l'olivine est supérieure à celle déterminée dans le pyroxène, particulièrement pour les expériences OLI62 et OLI65 (Fig. 5.16c). En revanche, la contrainte mesurée dans le piston d'alumine est systématiquement supérieure à celle de l'olivine (à l'exception de OLI63, Fig. 5.16d) et du pyroxène (Fig. 5.16e,f).



La pression est quant à elle plus homogène d'un minéral à un autre comme le montre la figure 5.17, malgré une légère dispersion des données.

Ainsi, la pression semble à peu près constante sur la colonne de déformation. En revanche, la contrainte est variable en fonction du minéral considéré. Cette disparité ne permet pas d'utiliser le second échantillon ou un piston d'alumine pour extraire une contrainte d'un échantillon dont les spectres de diffraction sont mal définis, comme présenté dans l'étude de Bollinger *et al.* (2012).

### 5.3.3 Données mécaniques sur l'olivine

Les tables 5.1 et 5.2 présentent les données rhéologiques obtenues pour l'olivine dans les échantillons monophasés et biphasés. La contrainte macroscopique  $\sigma$  est la moyenne des contraintes  $\sigma_{hkl}$  estimées sur les différents pics d'olivine utilisés : (021), (130), (131), (112), (122), (140), (222) et (240). La contrainte estimée pendant un état quasi-stationnaire est la moyenne des contraintes déterminées durant cet intervalle de temps. En effet, un état stationnaire est identifiable lorsque la contrainte est indépendante de la déformation, tandis que l'échantillon se déforme d'environ 5-10 %. Le détail des résultats obtenus sur les différents pics d'olivine et sur la pression pour les différents minéraux est consultable dans les annexes A.6 à A.41.

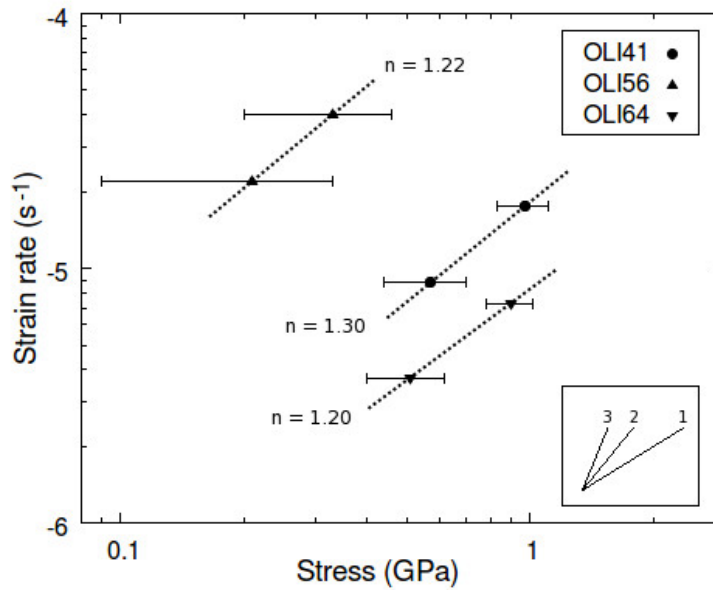
Les expériences OLI41, OLI56 et OLI64 sont les seules pour lesquelles deux états stationnaires ont été atteints. Si l'on considère que la pression, température, taille de grain, *etc.* sont identiques d'un palier de déformation à un autre en dehors de la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$ , la variation de contrainte  $\sigma$  rend directement compte de l'exposant de contrainte  $n$  selon la relation :

$$\dot{\epsilon} = \sigma^n . \quad (5.7)$$

Pour ces trois expériences, l'exposant de contrainte est proche de 1, ce qui laisse supposer une prédominance du mécanisme de fluage diffusion à ces conditions expérimentales (Fig. 5.18). La loi de déformation utilisée pour modéliser les données mécaniques est la suivante :

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n d^{-m} \exp\left(-\frac{E^* + PV^*}{RT}\right) . \quad (5.8)$$

Le jeu de données expérimentales ne permet pas de rendre compte de façon indépendante de l'effet de la température, de la pression ou de la taille de grain. Ainsi, une régres-



**Figure 5.18** – Vitesse de déformation en fonction de la contrainte pour différentes expériences de déformation. Pour chacune, une droite de corrélation est tracée dont la pente (échelle logarithmique) correspond à la valeur de l'exposant de contrainte. Les valeurs calculées sont indiquées sur le graphe. En insert, les pentes que l'on obtiendrait pour des valeurs de  $n$  de 1, 2 et 3.

| Expérience | Echantillon | T (°C) <sup>a</sup> | P (Ol) <sup>b</sup><br>(GPa) | $\sigma$ (Ol) <sup>b</sup><br>(GPa) | $\dot{\epsilon}$ (Ol)<br>( $10^{-5}\text{s}^{-1}$ ) | $d_i$ (Ol) <sup>c</sup><br>( $\mu\text{m}$ ) | $d_f$ (Ol) <sup>c</sup><br>( $\mu\text{m}$ ) | $\epsilon$ (Ol)<br>(%) | $\sigma$ (Al)<br>(GPa) |
|------------|-------------|---------------------|------------------------------|-------------------------------------|---|--|--|------------------------|------------------------|
| OLI41      | AM067       | 900                 | 3.56 (0.39)                  | 0.57 (0.17)                         | 0.88  | 0.7 (0.1)                                    | 0.7 (0.1) <sup>d</sup>                       | 10                     | -                      |
|            |             | 900                 | 3.56 (0.39)                  | 0.97 (0.19)                         | 1.76  | 0.7 (0.1)                                    | 0.7 (0.1) <sup>d</sup>                       | 17                     | -                      |
| OLI56      | VR12a-Ol    | 1100                | 3.86 (0.44)                  | 0.21 (0.16)                         | 2.3   | 2.39 (0.11)                                  | 2.13 (0.26)                                  | 21                     | -                      |
|            |             | 1100                | 3.86 (0.44)                  | 0.33 (0.17)                         | 4   | 2.39 (0.11)                                  | 2.13 (0.26)                                  | 8                      | -                      |
| OLI57      | VR12a-Ol    | 1100                | 5.93 (0.37)                  | 0.48 (0.16)                         | 2.18  | 2.39 (0.11)                                  | 1.77 (0.08)                                  | 18                     | 0.74                   |
| OLI59      | VR12a-Ol    | 1200                | 5.81 (0.38)                  | 0.23 (0.16)                         | 0.44  | 2.39 (0.11)                                  | 3.76 (0.45)                                  | 7                      | 0.35                   |
| OLI60      | VR12a-Ol    | 1200                | 2.22 (0.56)                  | 0.05 (0.15) <sup>e</sup>            | 2.52  | 2.39 (0.11)                                  | 4.58 (0.43)                                  | 25                     | -                      |
| OLI62      | VR12a-Ol    | 1000                | 2.07 (0.37)                  | 0.86 (0.17)                         | 1.99  | 2.39 (0.11)                                  | 3.15 (0.33)                                  | 23                     | 0.87                   |
| OLI63      | VRb15a-Ol   | 1000                | 4.12 (0.34)                  | 1.56 (0.16)                         | 0.95  | 3.28 (0.19)                                  | 3.08 (0.16)                                  | 13                     | 1.32                   |
| OLI64      | VRb15a-Ol   | 1000                | 1.8 (0.34)                   | 0.51 (0.16)                         | 0.37  | 3.28 (0.19)                                  | 4.01 (0.11)                                  | 4.5                    | 0.5                    |
|            |             | 1000                | 1.8 (0.34)                   | 0.90 (0.17)                         | 0.73  | 3.28 (0.19)                                  | 4.01 (0.11)                                  | 3.5                    | 0.9                    |

<sup>a</sup> L'erreur sur la température est estimée à 50°C.

<sup>b</sup> L'erreur sur la pression et la contrainte sont déterminées comme expliqué dans la section 5.3.1.4.

<sup>c</sup> Taille de grain déterminée en considérant la moyenne des diamètres de l'ensemble des grains. Les valeurs entre parenthèses correspondent à l'erreur-type calculée d'après la relation 5.3.

<sup>d</sup> Valeurs estimées en négligeant des variations de taille de grain au cours de l'expérience de déformation (croissance cristalline et recristallisation).

<sup>e</sup> Contrainte en dessous du seuil de détection (environ 100 MPa) donc estimée arbitrairement à  $50 \pm 150$  MPa.

**Table 5.1** – Données mécaniques obtenues sur l'olivine pour les échantillons monophasés d'olivine.

sion non-linéaire pondérée par les incertitudes sur la température, la pression, la contrainte moyenne et la taille de grain a été réalisée sur les données mécaniques recueillies sur l'olivine dans les échantillons constitués à 90-95 % d'olivine. Les résultats des différents ajustements réalisés sont compilés dans la table 5.3.

### 5.3 Données mécaniques

| Expérience | Echantillon | % vol. Ol | T (°C) <sup>a</sup> | P (Ol) <sup>b</sup><br>(GPa) | $\sigma$ (Ol) <sup>b</sup><br>(GPa) | $\dot{\epsilon}$ (Ol)<br>(10 <sup>-5</sup> s <sup>-1</sup> ) | d <sub>i</sub> (Ol) <sup>c</sup><br>( $\mu$ m) | d <sub>f</sub> (Ol) <sup>c</sup><br>( $\mu$ m) | $\epsilon$ (Ol)<br>(%) | $\sigma$ (Al)<br>(GPa) |
|------------|-------------|-----------|---------------------|------------------------------|-------------------------------------|--|--|--|------------------------|------------------------|
| OLI51      | AN368       | 70        | 1000                | 2.12 (0.32)                  | 0.29 (0.20)                         | 2.19   | 0.4 (0.1)                                      | 1.79 (0.24)                                    | 20                     | 0.93                   |
| OLI62      | VR18a-Ol    | 82        | 1000                | 2.07 (0.38)                  | 0.77 (0.19)                         | 1.45   | 1.30 (0.06)                                    | 2.11 (0.12)                                    | 18                     | 0.87                   |
| OLI63      | VR18a-Ol    | 82        | 1000                | 4.12 (0.39)                  | 1.44 (0.18)                         | 1.98   | 1.30 (0.06)                                    | 1.99 (0.09)                                    | 23                     | 1.32                   |
| OLI65      | VR16a-Ol    | 82        | 900                 | 1.85 (0.34)                  | 0.52 (0.18)                         | 0.46   | 2.34 (0.11)                                    | 3.09 (0.15)                                    | 6                      | 0.97                   |

<sup>a</sup> L'erreur sur la température est estimée à 50°C.

<sup>b</sup> L'erreur sur la pression et la contrainte sont déterminées comme expliqué dans la section 5.3.1.4.

<sup>c</sup> Taille de grain déterminée en considérant la moyenne des diamètres de l'ensemble des grains. Les valeurs entre parenthèses correspondent à l'erreur-type calculée d'après la relation 5.3.

**Table 5.2** – Données mécaniques obtenues sur l'olivine pour les échantillons biphasés.

Dans un premier temps, tous les paramètres de l'équation 5.8 ont été laissés libres ( $E^*$ ,  $V^*$ ,  $A$ ,  $m$  et  $n$ ), en incluant également les données obtenues avec les échantillons biphasés, composés de 20-30 % de pyroxène. La minimisation entre les données et le modèle tend vers un exposant de contrainte  $n$  de  $1.2 \pm 0.6$ , en accord avec l'hypothèse d'une déformation par fluage diffusion (Table 5.3, régression  $r_1$ ). L'exposant de taille de grain  $m$  est quant à lui de  $2.4 \pm 0.7$ , valeur intermédiaire entre celle prédite par les modèles Nabarro-Herring ( $m$  égal à 2, Herring (1950)) et de Coble ( $m$  égal à 3, Coble (1963)). L'énergie d'activation est de  $269 \pm 133$  kJ.mol<sup>-1</sup> et le volume d'activation de  $8.3 \pm 2.5$  cm<sup>3</sup>.mol<sup>-1</sup>.

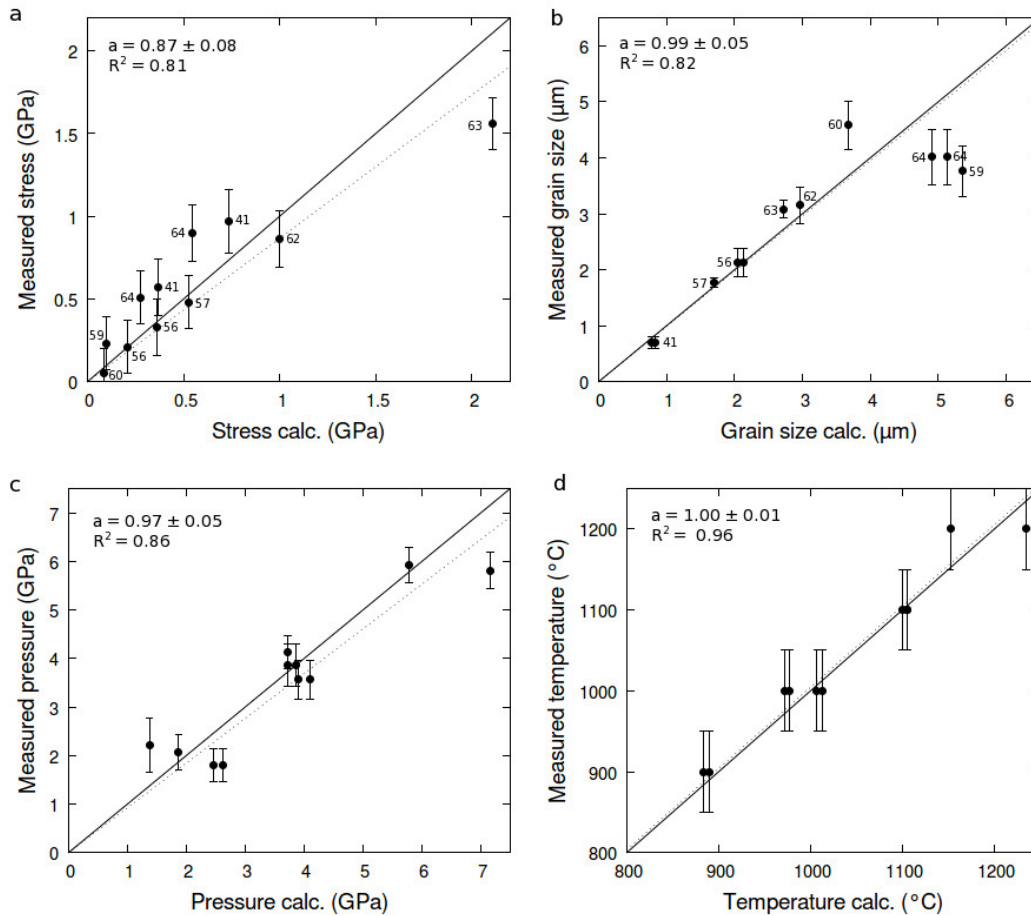
Pour la suite, l'exposant de contrainte est fixé à 1 et les données obtenues sur les biphasés ne sont plus utilisées. Une autre minimisation (Table 5.3, régression  $r_2$ ) a été effectuée en fixant uniquement l'exposant de contrainte  $n$ . Cela n'affecte que faiblement la qualité de la régression et les paramètres évoluent peu :  $E^* = 272 \pm 14$  kJ.mol<sup>-1</sup> ;  $V^* = 8.0 \pm 0.6$  cm<sup>3</sup>.mol<sup>-1</sup> et  $m = 2.5 \pm 0.1$ . Deux autres régressions ont été effectuées (Table 5.3,  $r_3$  et  $r_4$ ) en fixant à la fois l'exposant de contrainte à 1 et l'exposant de taille de grain à 2 et 3 (régressions  $r_3$  et  $r_4$  respectivement). Cela affecte la valeur de l'énergie d'activation qui passe à 231 et 295 kJ.mol<sup>-1</sup> ainsi que le volume d'activation qui évolue entre 7.2 et 9.0 cm<sup>3</sup>.mol<sup>-1</sup>.

| Régressions        | $E^*$ (kJ.mol <sup>-1</sup> ) | $V^*$ (cm <sup>3</sup> .mol <sup>-1</sup> ) | $m$              | $n$       | $\log_{10} A$ (s <sup>-1</sup> .Pa <sup>-n</sup> .m <sup>m</sup> ) |
|--------------------|-------------------------------|---|------------------|-----------|--|
| $r_1$ <sup>a</sup> | 269 (133)                     | 8.3 (2.5)                                   | 2.4 (0.7)        | 1.2 (0.6) | -17.3 (3.5)  |
| $r_2$              | <b>272 (14)</b>               | <b>8.0 (0.6)</b>                            | <b>2.5 (0.1)</b> | [1]       | <b>-15.5 (0.8)</b>   |
| $r_3$              | 231 (12)                      | 7.2 (0.4)                                   | [2]              | [1]       | -14.6 (0.5)  |
| $r_4$              | 295 (16)                      | 9.0 (0.6)                                   | [3]              | [1]       | -17.3 (0.7)  |

<sup>a</sup> En incluant les données mécaniques obtenues sur les échantillons biphasés.

**Table 5.3** – Résultats des paramètres rhéologiques en fonction des différents ajustements réalisés sur l'olivine. Les valeurs entre crochets sont des valeurs qui ont été fixées pour réaliser l'ajustement. Les valeurs entre parenthèses sont les écart-types estimés pour chaque paramètre. La régression  $r_2$  indiquée en gras est la loi utilisée pour la suite de la discussion.

Les études antérieures de déformation de l'olivine dans le domaine du fluage diffusion semblent indiquer une prédominance de la diffusion aux joints de grain (modèle de Coble) avec un exposant de taille de grain  $m = 3$  (Hirth et Kohlstedt, 1995b; Mei et Kohlstedt, 2000a; Faul et Jackson, 2007). En revanche, l'étude de Nishihara *et al.* (2014) sur des échantillons de



**Figure 5.19** – Comparaison entre les données expérimentales et les valeurs recalculées en utilisant le modèle (régression  $r_2$ ) pour : **a.** la contrainte différentielle; **b.** la taille de grain; **c.** la pression; **d.** la température. Pour chaque paramètre, la droite en trait plein correspond à la droite de pente égale à 1, la droite en traits pointillés est la droite de régression en prenant en compte les barres d'erreur. Les paramètres de la régression linéaire sont également renseignés : la pente  $a$  et le coefficient de régression  $R^2$ . Le numéro indiqué sur les points des figures a. et b. fait référence au numéro de l'expérience OLI.

forstérite suggère la contribution d'un mécanisme de déformation ayant une dépendance à la taille de grain de 2 avec  $n = 1$ , attribué à du fluage diffusion accommodé par du glissement aux joints de grain.

Les paramètres qui seront retenus pour la suite sont ceux résultants de la régression  $r_2$ . La concordance entre les valeurs expérimentales (pour la contrainte, taille de grain, pression et température) et les valeurs du modèle est très bonne (Fig. 5.19). On peut remarquer que le modèle surestime la contrainte de l'expérience OLI63, et dans une moindre mesure, sous-estime celle des expériences OLI64 et OLI41. La microstructure de l'échantillon OLI41 n'a pas pu être observée par EBSD en raison de la petite taille des grains. Pour ce qui est des olivines

des expériences OLI63 et OLI64, il n'y a pas d'évidences microstructurales pour expliquer la discordance entre l'observation et le modèle. A noter que les microstructures observées *post-portem* ne reflètent qu'un état final de l'expérience. De plus, la taille de grain est un paramètre très sensible car il influe de manière drastique sur la détermination de la contrainte.

La figure 5.20 présente l'évolution de la contrainte différentielle en fonction de la pression, pour les quatre températures des expériences de déformation : 900, 1000, 1100 et 1200°C et pour des tailles de grain entre 0.5 et 5  $\mu\text{m}$ . La vitesse de déformation est fixée à  $2 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$ . Les courbes sont les évolutions déterminées par la loi de déformation et les points sont les points expérimentaux normalisés à la vitesse de déformation.

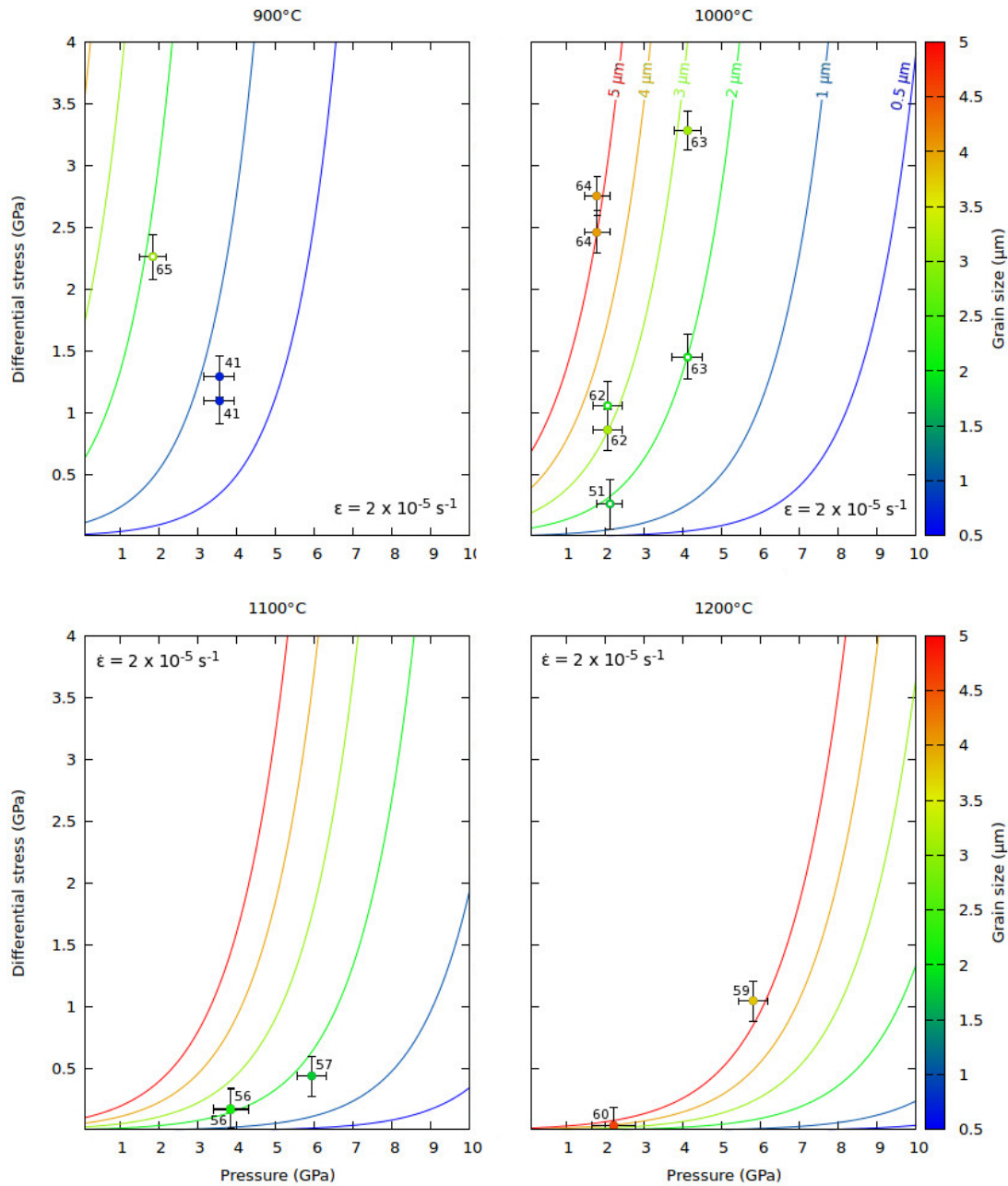
Le partitionnement des contraintes entre les deux phases (discuté dans le chapitre 6) peut expliquer la disparité observée entre le modèle et les données obtenues sur les échantillons biphasés. Par exemple, la contrainte mesurée pour le point à 900°C et 2 GPa, correspondant à l'échantillon biphasé de l'expérience OLI65, est inférieure à celle prédite par la loi. Cela peut provenir soit des erreurs sur les différentes mesures, soit de la faible déformation finie subie par l'échantillon. Un autre point expérimental qui ne suit pas la loi de déformation est le point à 1000°C et 2GPa et avec une contrainte normalisée de 1.06 GPa. Ce point correspond à l'échantillon biphasé de l'expérience OLI62 dont la microstructure montre une taille de grain très hétérogène, avec la présence de gros grains d'environ 20  $\mu\text{m}$ .

## 5.4 Comparaison et cartes des mécanismes

Les lois de fluage diffusion déterminées pour différentes études menées sur l'olivine sont reportées dans la table 5.4. Les études de Hirth et Kohlstedt (2003) et Faul et Jackson (2007) ont été menées à faible pression, en presse Paterson, celle de Nishihara *et al.* (2014) en presse D-DIA sur des échantillons de forstérite. L'énergie d'activation que nous avons déterminée est plus faible que pour les études antérieures. Notre volume d'activation est similaire à celui déterminé par Nishihara *et al.* (2014) pour la forstérite. L'exposant de taille de grain a déjà été discuté plus haut.

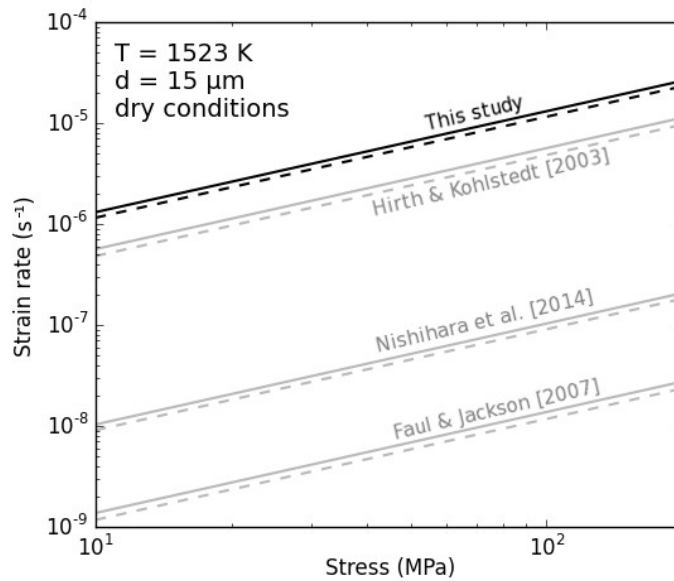
| Etudes                         | $X_{\text{Mg}}$ | $E^*$ (kJ.mol <sup>-1</sup> ) | $V^*$ (cm <sup>3</sup> .mol <sup>-1</sup> ) | $m$       | $n$  | $\log_{10} A$ (s <sup>-1</sup> .Pa <sup>-n</sup> .m <sup>m</sup> ) |
|--------------------------------|-----------------|-------------------------------|---|-----------|------|--|
| Cette étude ( $r_2$ )          | 0.9             | 272 (14)                      | 8.0 (0.6)                                   | 2.5 (0.1) | 1    | -15.5 (0.8)  |
| Hirth et Kohlstedt (2003)      | 0.9             | 375 (50)                      | -   | 3         | 1    | -14.82   |
| Faul et Jackson (2007)         | 0.9             | 484 (30)                      | -   | 3         | 1.37 | -13.70   |
| Nishihara <i>et al.</i> (2014) | 1               | 506 (34)                      | 8.2 (0.9)                                   | 2         | 1    | -7.25  |

**Table 5.4** – Comparaison de différentes lois de fluage diffusion pour l'olivine. Les valeurs entre parenthèses correspondent à l'erreur estimée sur le paramètre.



**Figure 5.20** – Contrainte en fonction de la pression et de la taille de grain pour la loi de fluage diffusion à une vitesse de déformation de  $2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et comparaison avec les points expérimentaux normalisés pour quatre températures différentes (cercles pleins, l'échelle de couleur renseigne sur la valeur de la taille de grain). Les incertitudes sur la pression et la contrainte de chaque point sont représentées. Le chiffre fait référence au numéro de l'expérience OLI. Les cercles correspondent aux points expérimentaux obtenus sur les biphasés.

En extrapolant les lois aux conditions expérimentales des études en presse Paterson *i.e.* à 100-300 MPa, 1250°C et pour des grains de 15  $\mu\text{m}$  (Fig. 5.21), la vitesse de déformation, pour une contrainte différentielle donnée, en fonction de la contrainte est légèrement supérieure

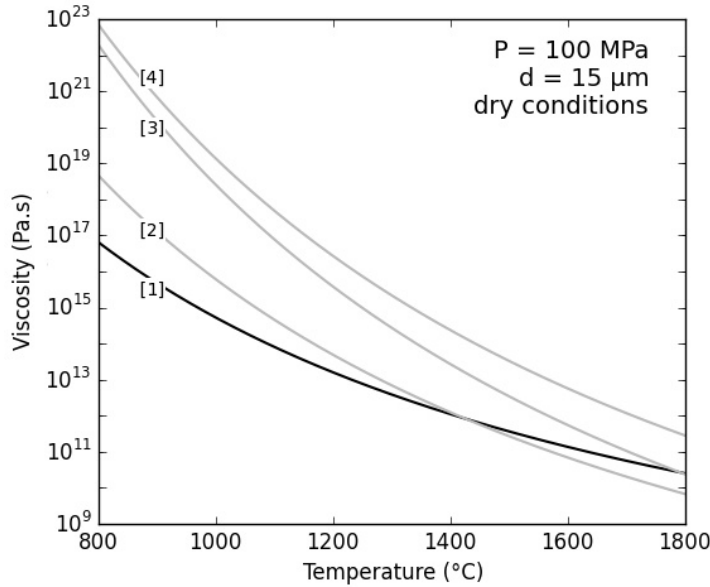


**Figure 5.21** – Extrapolation de la loi de fluage (régression  $r_2$ ) calculée pour une taille de grain de 15  $\mu\text{m}$ , une température de 1250°C (soit 1523 K) et pour des pressions de 100 MPa (traits pleins) et 300 MPa (traits pointillés) et comparaison avec les lois de fluage diffusion déterminées en presse Paterson, par [Hirth et Kohlstedt \(2003\)](#) et par [Faul et Jackson \(2007\)](#), et la loi de fluage diffusion pour la forstérite à haute pression en presse D-DIA par [Nishihara et al. \(2014\)](#).

à celle observée par la loi de fluage diffusion de [Hirth et Kohlstedt \(2003\)](#), basée sur les travaux de [Karato et al. \(1986\)](#); [Hirth et Kohlstedt \(1995b\)](#); [Kohlstedt et Zimmerman \(1996\)](#); [Mei et Kohlstedt \(2000a\)](#). En revanche, les lois de [Faul et Jackson \(2007\)](#) et [Nishihara et al. \(2014\)](#) montrent des vitesses de déformation 100 et 1000 fois plus faibles que pour notre étude, respectivement. Concernant l'étude de [Nishihara et al. \(2014\)](#), la différence peut être attribuée à un effet de la teneur en fer, leur étude ayant été réalisée sur des échantillons de forstérite. D'après [Faul et Jackson \(2007\)](#), la différence est due au fait que la synthèse de leurs échantillons, par la méthode sol-gel, ne contient pas de silicate fondu, contrairement aux études antérieures réalisées à partir d'échantillons naturels broyés.

Lorsque l'on s'intéresse à la viscosité de l'olivine en fonction de la température, pour les mêmes conditions de pression et taille de grain que celles de la figure 5.21, on peut se rendre compte de l'effet de la faible énergie d'activation déterminée dans cette étude, d'où une dépendance à la température moins marquée que pour les autres études (Fig. 5.22). Les lois déterminées par [Faul et Jackson \(2007\)](#) et [Nishihara et al. \(2014\)](#) prédisent une viscosité qui varie de  $10^{11}$  à  $10^{23}$  Pa.s entre 1800 et 800°C. Pour ce qui est de notre loi et de celle de [Hirth et Kohlstedt \(2003\)](#), la viscosité est semblable pour une température de 1400°C environ. Pour des températures plus faibles, la loi de ce dernier prédit une viscosité plus importante, d'environ  $10^{19}$  Pa.s contre  $10^{17}$  pour la notre, à 800°C. Proche de la température de fusion de





**Figure 5.22** – Evolution de la viscosité de l'olivine en fonction de la température pour une pression de 100 MPa et une taille de grain de 15  $\mu\text{m}$  et comparaison avec les études antérieures : [1] = cette étude (régression  $r_2$ ) ; [2] = Hirth et Kohlstedt (2003) ; [3] = Nishihara *et al.* (2014) et [4] = Faul et Jackson (2007).

l'olivine, à 1800°C, l'écart de viscosité est très faible entre les deux lois. Ainsi, pour des températures inférieures à 1300°C, la loi déterminée ici est celle qui prédit la plus faible viscosité.

En combinant la loi de diffusion avec des lois de déformation par fluage dislocation et glissement aux joints de grain, des cartes de mécanismes peuvent être réalisées à différentes conditions (Fig. 5.23). La loi de fluage dislocation utilisée est celle déterminée par Chopra et Paterson (1984) en considérant le volume d'activation de l'étude de Bollinger *et al.* (2014) :

$$\dot{\epsilon} = 10^{4.46 \pm 0.18} \sigma^{3.6 \pm 0.22} \exp\left(-\frac{535 \pm 33 + P \times 12.8 \pm 5}{RT}\right), \quad (5.9)$$

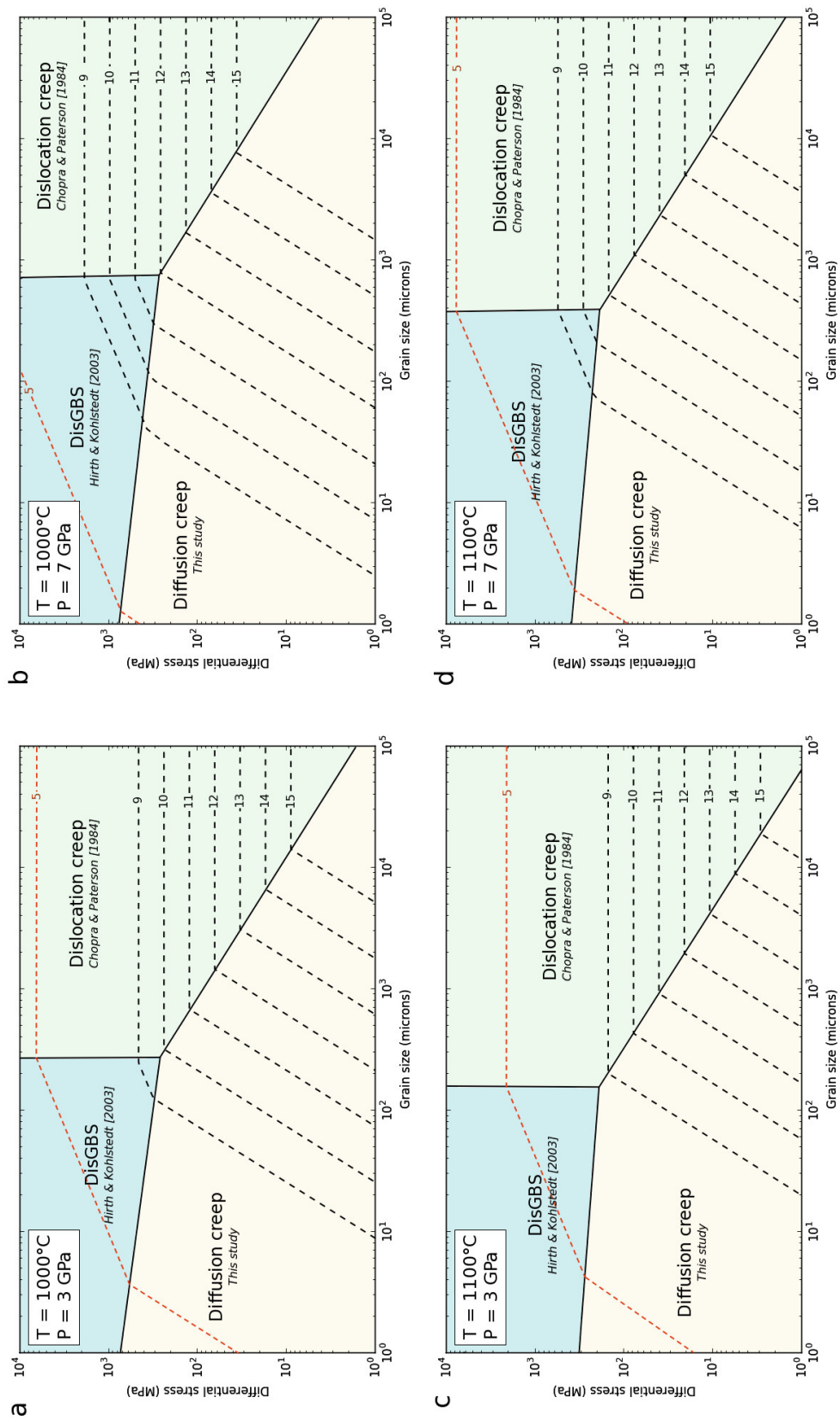
avec  $A$  en  $\text{s}^{-1} \cdot \text{MPa}^{-n}$ ,  $E^*$  en  $\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$  et  $V^*$  en  $\text{cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ .

Pour le glissement aux joints de grain, la loi utilisée est celle de Hirth et Kohlstedt (2003) avec le volume d'activation déterminé pour la forstérite par Nishihara *et al.* (2014) :

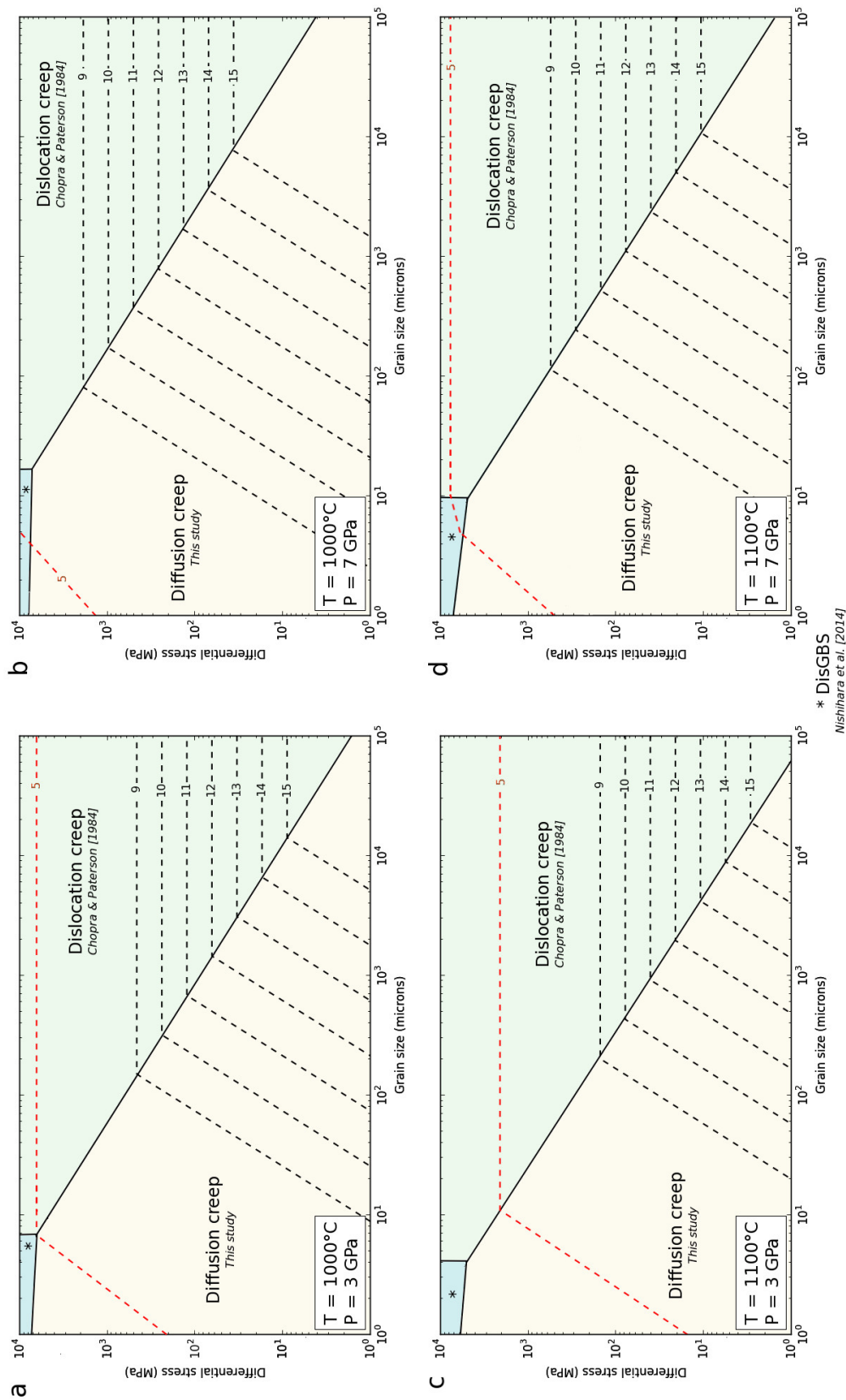
$$\dot{\epsilon} = 10^{9.18} d^{-3} \sigma \exp\left(-\frac{375 \pm 50 + P \times 7.5 \pm 1.0}{RT}\right), \quad (5.10)$$

avec  $A$  en  $\text{s}^{-1} \cdot \mu\text{m}^{-p} \cdot \text{MPa}^{-n}$ ,  $E^*$  en  $\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$  et  $V^*$  en  $\text{cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ .

## 5.4 Comparaison et cartes des mécanismes



**Figure 5.23** – Carte des mécanismes de déformation pour l'olivine (contrainte différentielle en fonction de la taille de grain) à : **a.** 1000°C - 3 GPa ; **b.** 1000°C - 7 GPa ; **c.** 1100°C - 3 GPa ; **d.** 1100°C - 7 GPa. Les paramètres rhéologiques utilisés pour la loi de fluage diffusion correspondent à ceux de la régression  $r_2$ . La loi de fluage dislocation est celle de l'étude de Chopra et Paterson (1984) en utilisant le volume d'activation déterminé par Bollinger et al. (2014) de  $12.8 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ . La loi de glissement des joints de grain accommodé par le déplacement des dislocations est celle de Hirth et Kohlstedt (2003) en utilisant le volume d'activation de Nishihara et al. (2014) de  $7.5 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ . Les valeurs,  $x$ , indiquent la vitesse de déformation avec  $10^{-x} \text{ s}^{-1}$  et en rouge, les conditions expérimentales ( $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ).

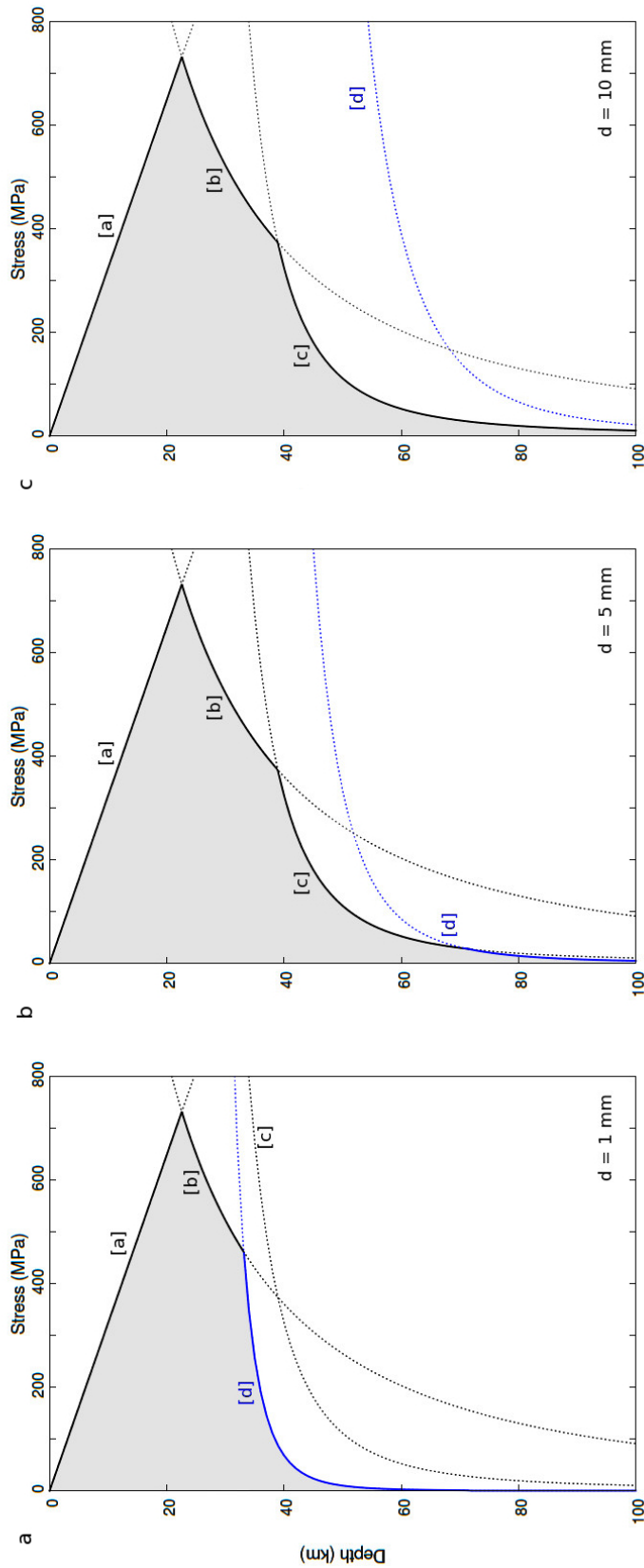


**Figure 5.24** – Carte des mécanismes de déformation pour l'olivine (contrainte différentielle en fonction de la taille de grain) à : **a.**  $1000^\circ\text{C}$  - 3 GPa ; **b.**  $1000^\circ\text{C}$  - 7 GPa ; **c.**  $1100^\circ\text{C}$  - 3 GPa ; **d.**  $1100^\circ\text{C}$  - 7 GPa. Les paramètres rhéologiques utilisés pour la loi de fluage diffusion correspondent à ceux de la régression  $r_2$ . La loi de fluage dislocation est celle de l'étude de Chopra et Paterson (1984) en utilisant le volume d'activation déterminé par Bollinger et al. (2014) de  $12.8 \text{ cm}^3 \text{ mol}^{-1}$ . La loi de glissement des joints de grain accommodé par le déplacement des dislocations est celle de Nishihara et al. (2014). Les valeurs, x, indiquent la vitesse de déformation avec  $10^{-x} \text{ s}^{-1}$  et en rouge, les conditions expérimentales ( $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ).

Pour des températures de 1000-1100°C et des pressions entre 3 et 7 GPa, la transition entre le fluage dislocation et le fluage diffusion a lieu lorsque les grains ont des tailles comprises entre 1 mm et 1 cm environ, en fonction des vitesses de déformation considérées (Fig. 5.23). Ainsi, en accord avec des observations d'échantillons naturels (Linckens *et al.*, 2011; Hansen et Warren, 2015), le fluage diffusion peut devenir le mécanisme prépondérant dans les zones de cisaillement où la recristallisation dynamique conduit à une diminution de la taille des grains sous l'échelle du millimètre. La loi de glissement aux joints de grain accommodée par la dislocation (ou Dis-GBS) reste encore mal contrainte. Pour la loi représentée, la transition entre le fluage diffusion et le Dis-GBS opère pour des contraintes supérieures à quelques centaines de MPa ou quelques GPa, or au cours de nos expériences, les échantillons se déforment par fluage diffusion même pour des contraintes élevées. Si l'on représente la loi de glissement aux joints de grain déterminée par Nishihara *et al.* (2014), celle-ci n'apparaît pas sur les cartes de mécanismes pour les conditions choisies (Fig. 5.24).

La taille de grain moyenne de l'olivine observée dans les xénolites mantelliques est comprise entre 5 et 10 mm (Avé Lallemant *et al.*, 1980). En considérant un géotherme océanique classique (Turcotte et Schubert, 2014) et en utilisant les lois de déformation pour la plasticité basse température, le fluage dislocation et le fluage diffusion (avec les paramètres cités ci-dessus), des profils rhéologiques peuvent être établis pour des tailles de grain différentes (Fig. 5.25). Etant donné la disparité des résultats concernant les lois de glissement aux joints de grain, ce mécanisme n'est pas représenté sur les profils rhéologiques. Pour un manteau constitué de grains de 1 mm de diamètre, la plasticité basse température est persistante jusqu'à 35 km de profondeur, alors qu'au-delà, la roche se déforme par fluage diffusion. Il en résulte une baisse de la contrainte très rapide, de 500 à 50 MPa en quelques km. Le fluage dislocation n'apparaît pas à ces conditions.

Pour des grains de 5 mm de diamètre, on passe d'une déformation basse température à du fluage dislocation à une profondeur légèrement supérieure, autour de 40 km. Le fluage diffusion n'apparaît qu'à une profondeur de 70 km. Enfin, si les grains ont une taille supérieure, le fluage diffusion n'apparaît pas sur le profil rhéologique. La déformation haute température ne se fait plus que par fluage dislocation. Ainsi, la taille des grains d'olivine dans le manteau est très importante car elle détermine le mécanisme de déformation.



**Figure 5.25** – Contrainte différentielle en fonction de la profondeur (km) dans le manteau terrestre pour les principaux mécanismes de déformation et profil rhéologique correspondant (enveloppe grise) calculés pour un géotherme océanique classique (e.g. Turcotte et Schubert (2014)) en considérant une vitesse de déformation de  $10^{-14} \text{ s}^{-1}$  et pour des tailles de grain de : **a.** 1 mm ; **b.** 5 mm ; **c.** 10 mm. Les lettres entre crochets correspondent à : [a] = Critère de Goetze ; [b] = Plasticité basse température déterminée par Mei et al. (2010) ; [c] = loi de fluage dislocation de Chopra et Paterson (1984) en considérant le volume d'activation déterminée par Bollinger et al. (2014) de  $12.8 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$  ; [d] = Fluage diffusion déterminée dans cette étude (régression  $r_2$ , en bleu).

Le modèle présenté ci-dessus est un modèle simpliste qui ne prétend pas représenter un profil rhéologique réaliste du manteau terrestre mais plutôt extraire des remarques générales. Ainsi, en utilisant ces lois de déformation, on remarque qu'il y a une compétition forte entre fluage dislocation et fluage diffusion lorsque la taille de grain est fixée à 5 mm. Au delà de cette taille, la fluage dislocation apparaît comme le mécanisme dominant, en deçà, il s'agit du fluage diffusion. Or, dans la réalité, la déformation et la taille des grains est hétérogène, particulièrement lorsque la déformation commence à se localiser. Les données sismologiques constatent une anisotropie sismique dans le manteau supérieur forte, qui laisse supposer que le fluage dislocation joue un rôle important. L'atténuation de cette anisotropie, à des profondeurs de 200 km environ, peut être reliée à un changement de système de glissement de l'olivine (Raterron *et al.*, 2011; Hilairet *et al.*, 2012) ou à une transition entre fluage dislocation et fluage diffusion (Karato, 1992). Les résultats obtenus ne permettent pas d'apporter de réponse à cette question mais aux vues des profils réalisés, une telle transition entre les deux mécanismes reste envisageable. Une étude plus approfondie sur les différents systèmes de glissement permettrait de raisonner non plus en utilisant une loi de fluage dislocation unique mais avec une loi incluant les différentes dépendances des systèmes de glissement de l'olivine (Hilairet *et al.*, 2012).

Enfin, dans cet exercice nous considérons uniquement la déformation de l'olivine, cependant le manteau contient également une quantité non négligeable de pyroxène, principalement de l'orthopyroxène. Cette phase participe également à la déformation et peut maintenir des tailles de grain faibles en inhibant la croissance cristalline par épinglage ("Zener pinning"). Le chapitre suivant traite de la déformation de l'orthopyroxène dans le domaine du fluage diffusion, compare les viscosités de ces deux minéraux et discute du partitionnement des contraintes dans un système biphasé.





# Chapitre 6

## Rhéologie de l'orthopyroxène et d'agrégats Ol-OPx

### Sommaire

---

|   |            |
|---|------------|
| <b>6.1 Déformation de l'orthopyroxène</b> . . . . .                 | <b>147</b> |
| 6.1.1 Microstructures . . . . .                                     | 147        |
| 6.1.1.1 Microstructures de type PX1 . . . . .                       | 149        |
| 6.1.1.2 Microstructures de type PX2 . . . . .                       | 149        |
| 6.1.1.3 Microstructures de type PX3 . . . . .                       | 152        |
| 6.1.1.4 Textures de l'orthopyroxène . . . . .                       | 152        |
| 6.1.2 Données mécaniques sur l'orthopyroxène . . . . .              | 156        |
| <b>6.2 Olivine vs. Orthopyroxène</b> . . . . .                      | <b>162</b> |
| <b>6.3 Rhéologie d'un système biphasé</b> . . . . .                 | <b>164</b> |
| 6.3.1 Microstructures des échantillons biphasés . . . . .           | 164        |
| 6.3.2 Partitionnement des contraintes . . . . .                     | 166        |
| 6.3.2.1 Modèles de Taylor et Sachs . . . . .                        | 166        |
| 6.3.2.2 Exemples dans la littérature . . . . .                      | 168        |
| 6.3.2.3 Analyse des données mécaniques sur les biphasés . . . . .   | 170        |
| 6.3.2.4 Corrélation avec les microstructures des biphasés . . . . . | 173        |

---



## 6.1 Déformation de l'orthopyroxène

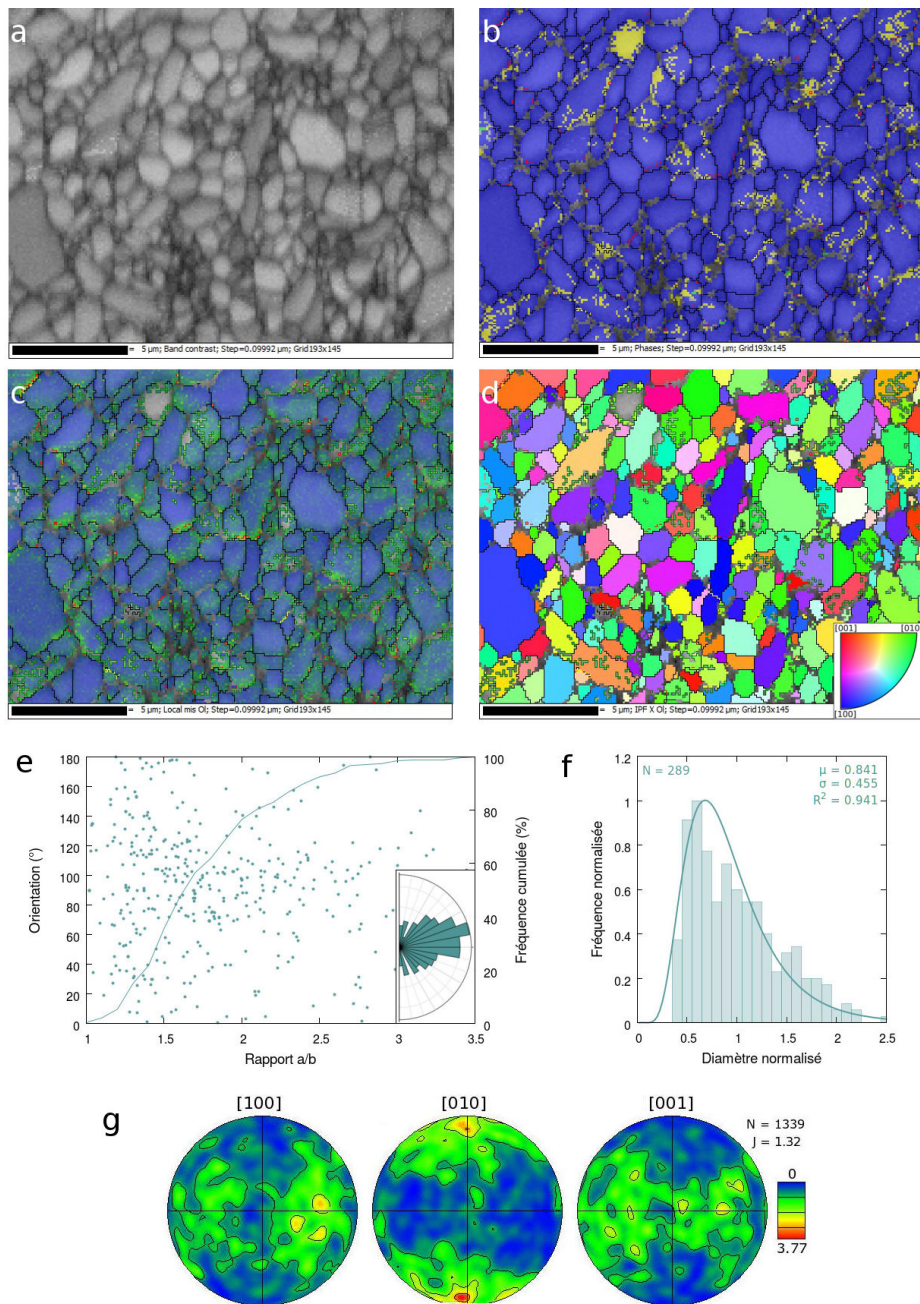
Le chapitre précédent traite des données mécaniques et microstructurales obtenues sur les échantillons d'olivine contenant entre 5 et 30 % de pyroxène. Au cours de la majorité des expériences de déformation, deux échantillons ont été déformés dans le même assemblage : une olivine et un biphasé ou une olivine et un pyroxène. Attention, chaque expérience est identifiable par un préfixe "OLI" suivi du numéro de l'expérience. Ainsi, le terme OLI peut faire référence aux deux échantillons d'une même expérience, que ce soit une olivine, un biphasé ou un pyroxène.

Dans ce nouveau chapitre, les données recueillies sur le pyroxène sont traitées en termes de microstructures et de données mécaniques. Les conditions de déformation des échantillons de pyroxènes sont reportées plus loin (Table 6.1). La loi rhéologique résultante prenant en compte les effets de pression, température et taille de grain permettra de comparer la rhéologie de l'olivine à celle de l'orthopyroxène. Enfin, le partitionnement des contraintes dans un système biphasé sera discuté.

Tout comme il a été présenté dans le chapitre précédent, une étude préliminaire en spectroscopie Raman indique que les échantillons d'olivine et de pyroxène contiennent très peu d'eau (sous forme de cations  $H^+$ ,  $OH^-$ , *etc.*) et sont considérés comme "anhydres" pour la suite (Fig. 5.1).

### 6.1.1 Microstructures

Les microstructures des échantillons de pyroxène sont présentées de la même façon que celles observées pour l'olivine : les microstructures des échantillons avant déformation sont reportées dans le chapitre 3. Les résultats obtenus par EBSD sur les échantillons déformés sont reportés dans les annexes : A.5 pour les principaux résultats, annexes A.43 à A.65 pour les résultats des cartographies ; annexes A.68 et A.69 pour les figures de pôles obtenues sur le pyroxène et annexes A.72 et A.73 pour les profils de désorientation non corrélée du pyroxène. Trois types de microstructures ont été observées et décrites dans cette partie (types PX1 à PX3).



**Figure 6.1** – Caractéristiques de l'échantillon de pyroxène de l'expérience OLI49 obtenues par EBSD : **a.** Contraste de bandes ; **b.** Couleur de phase (bleu = OPx et jaune = LCPx) ; **c.** Désorientation locale calculée avec un filtre 5x5 ; **d.** Figure de pôles inverses dans la direction de compression (voir code couleur dans l'encadré). L'échelle est représentée par la barre noire. Les joints de grain sont repérés en noir (désorientation > 20°) et en jaune (entre 15 et 20°), les sous-joints de grain en rouge (entre 2 et 15°) et les interphases, en vert ; **e.** Orientation des grains en fonction de l'aplatissement a/b (points) et fréquence cumulée de ce dernier (courbe). L'encadré est un diagramme en rose des vents de l'orientation des grains. La verticale du diagramme est la direction de compression ; **f.** Distribution normalisée de la taille de grain et paramètres d'ajustement ; **g.** Figures de pôles selon [100], [010] et [001]. La direction de compression est verticale. Le MUD, J-index (J) et nombre de points de mesure (N) sont renseignés.

### 6.1.1.1 Microstructures de type PX1

Les échantillons de pyroxène des expériences OLI49 et OLI56 ont été déformés autour de 4 GPa et des températures respectives de 1000 et 1100°C. Le premier est un fritté SPS (AN367) et le second un fritté mixte (VR11b-Px). Les caractéristiques de l'échantillon d'OPx de l'expérience OLI49 sont présentées dans la figure 6.1.

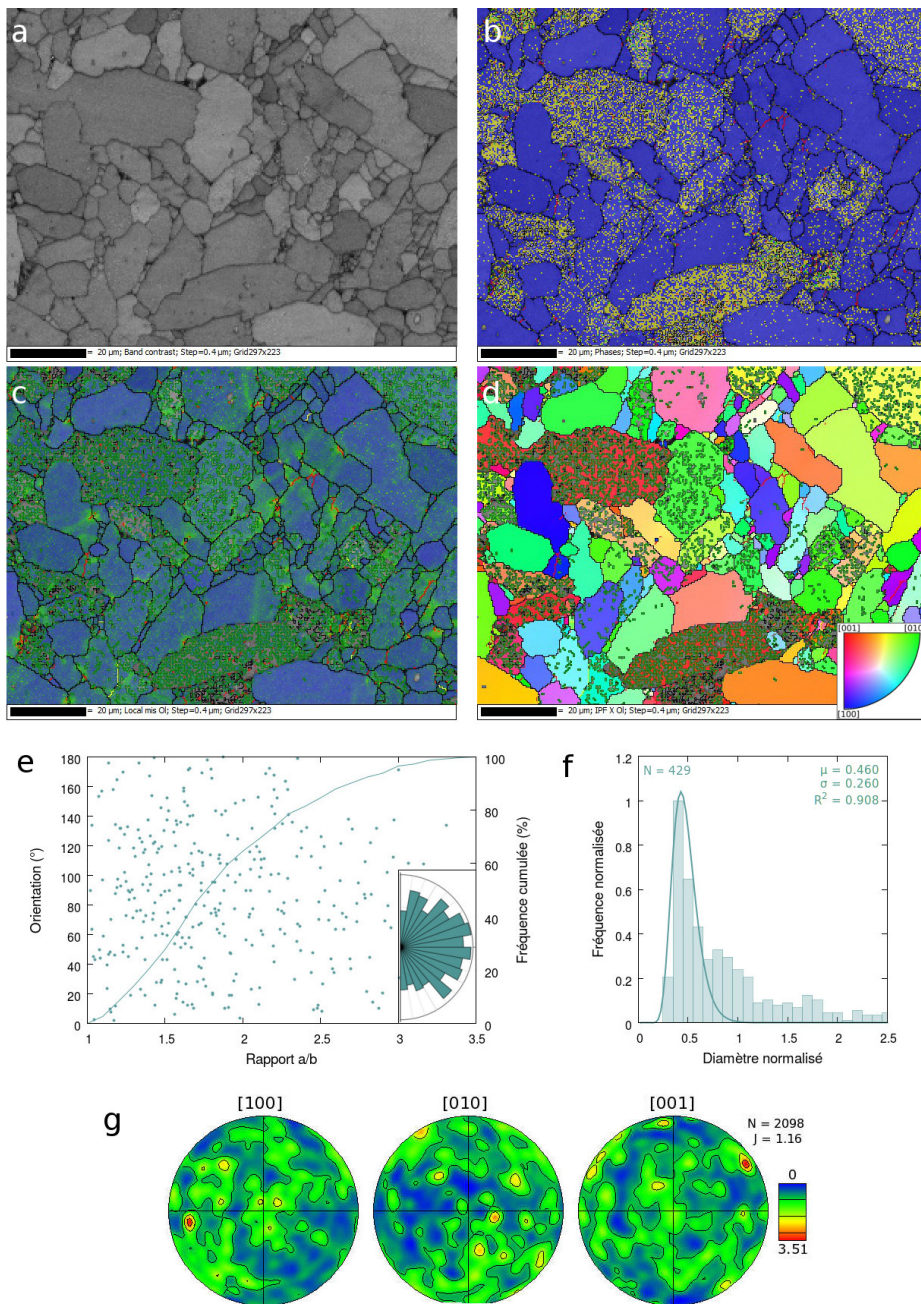
Les tailles de grain de ces deux échantillons sont très faibles, entre 0.95 et 1.7  $\mu\text{m}$  et la forme est légèrement aplatie, perpendiculairement à la direction de compression. Les joints de grains sont légèrement courbes et présentent des jonctions triples à 120° (Fig. 6.1a-f). Au sein des grains d'orthopyroxène, du low-clinopyroxène est présent en faible quantité. Cette phase s'observe surtout lorsque la déformation interne des grains est plus importante (Fig. 6.1b et c). De façon plus générale, la déformation interne des grains reste très faible, avec des désorientations internes inférieures à 5°. Quelques sous-joints de grains sont dispersés au sein de la microstructure.

Concernant l'orientation préférentielle de réseau pour l'échantillon OLI49, les figures de pôles suggèrent une texture similaire à la texture classique d'une olivine, avec des axes [010] qui se parallélisent à la direction de compression tandis que les axes [100] et [001] forment des couronnes dans le plan perpendiculaire. La valeur du J-index reste quant à elle relativement faible, avec une valeur de 1.32 tandis le profil de désorientation non corrélée ne montre pas de déviation par rapport à un profil de grains orientés aléatoirement. L'étude du facteur de Schmid (comme proposé dans le chapitre précédent, Fig. 5.6) en fonction des systèmes de glissement principaux de l'orthopyroxène, [001](100), [001](010) et [010](100), suggère que la plupart des grains sont orientés favorablement pour glisser selon le système [010](100). L'échantillon OLI56 ne présente pas de texture visible, en revanche le facteur de Schmid suggère lui aussi l'activation du système de glissement [010](100).

### 6.1.1.2 Microstructures de type PX2

Ce second type de microstructure concerne les échantillons de pyroxène des expériences OLI48, OLI51 et OLI60 déformés autour de 2 GPa et pour des températures allant de 1000 à 1200°C. Les échantillons de départ sont de nature différente : de la poudre de pyroxène pour OLI48, un agrégat synthétisé par SPS pour OLI51 (AN367) et par frittage sous vide pour OLI60 (VRa12d-Px). La figure 6.2 résume les principales observations tirées de l'analyse des microstructures du pyroxène de OLI60.

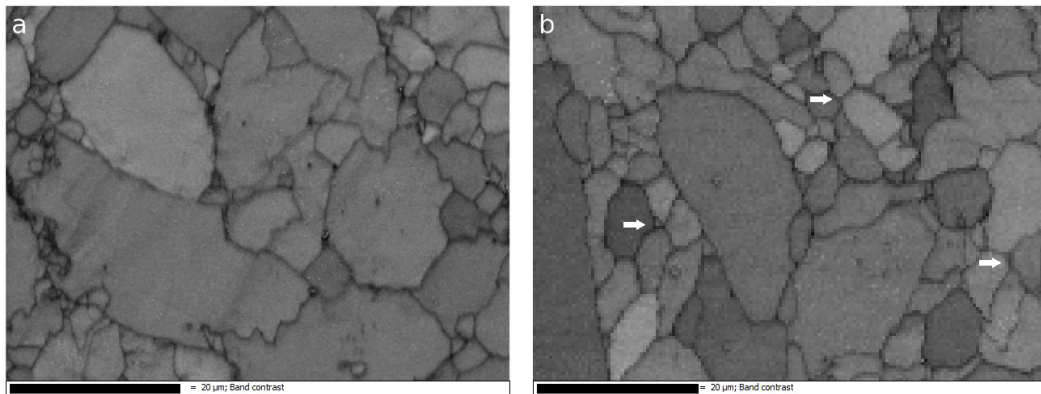




**Figure 6.2** – Caractéristiques de l'échantillon de pyroxène de l'expérience OLI60 obtenues par EBSD : **a.** Contraste de bandes ; **b.** Couleur de phase (bleu = OPx et jaune = LCPx) ; **c.** Désorientation locale calculée avec un filtre 5x5 ; **d.** Figure de pôles inverses dans la direction de compression (voir code couleur dans l'encadré). L'échelle est représentée par la barre noire. Les joints de grain sont repérés en noir (désorientation > 20°) et en jaune (entre 15 et 20°), les sous-joints de grain en rouge (entre 2 et 15°) et les interphases, en vert ; **e.** Orientation des grains en fonction de l'aplatissement a/b (points) et fréquence cumulée de ce dernier (courbe). L'encadré est un diagramme en rose des vents de l'orientation des grains. La verticale du diagramme est la direction de compression ; **f.** Distribution normalisée de la taille de grain et paramètres d'ajustement ; **g.** Figures de pôle selon [100], [010] et [001]. La direction de compression est verticale. Le MUD, J-index (J) et nombre de points de mesure (N) sont renseignés.

Les grains après déformation montrent des tailles allant de 2.7 à 5.5  $\mu\text{m}$ , avec une très forte hétérogénéité, particulièrement visible pour le pyroxène de OLI51. Cette hétérogénéité peut résulter d'une croissance anormale des grains pendant la phase de recuit à haute température précédant la déformation ou d'une recristallisation dynamique pendant la déformation. En effet, la présence de nombreux joints de grain qui s'interpénètrent et forment des lignes sinueuses très marquées ou "bulging" similaires à ceux observés par exemple dans des grains d'olivine d'un xénolithe de wehrlite (Morales et Tommasi, 2011) témoignent d'une migration des joints de grain (Fig. 6.2a, 6.3). Quelques jonctions quadruples suggèrent également un glissement aux joints de grain. En plus de cette variabilité dans la taille, on peut également noter que les grains les plus gros sont de forme allongée. Il n'y a pas d'orientation préférentielle de la forme des grains.

La déformation interne est très faible, avec seulement des débuts de formation de sous-joints de grain. Dans certains grains de l'expérience OLI51, le low-clinopyroxène forme des fines lamelles tandis que dans l'expérience OLI60, les deux phases semblent distribuées de façon aléatoire à l'intérieur du grain rendant l'interprétation des structures intracristallines complexes (Fig. 6.2b). Les figures de pôles ne montrent pas d'indices de texturation, de même que les J-index qui sont compris entre 1.16 et 1.20.



**Figure 6.3** – Détails des microstructures des pyroxènes des expériences de déformation : **a.** OLI48 ; **b.** OLI60. La barre noire représente 20  $\mu\text{m}$  pour les deux images de contraste de bandes de Kikuchi. En a, des lamelles de low-clinopyroxène sont visibles sur le grain situé en bas à gauche ainsi qu'une crénulation des joints de grain. En b, les joints de grains sont moins sinueux mais on peut noter la présence aussi bien de joints triples que de quelques joints quadruples (flèches blanches).



### 6.1.1.3 Microstructures de type PX3

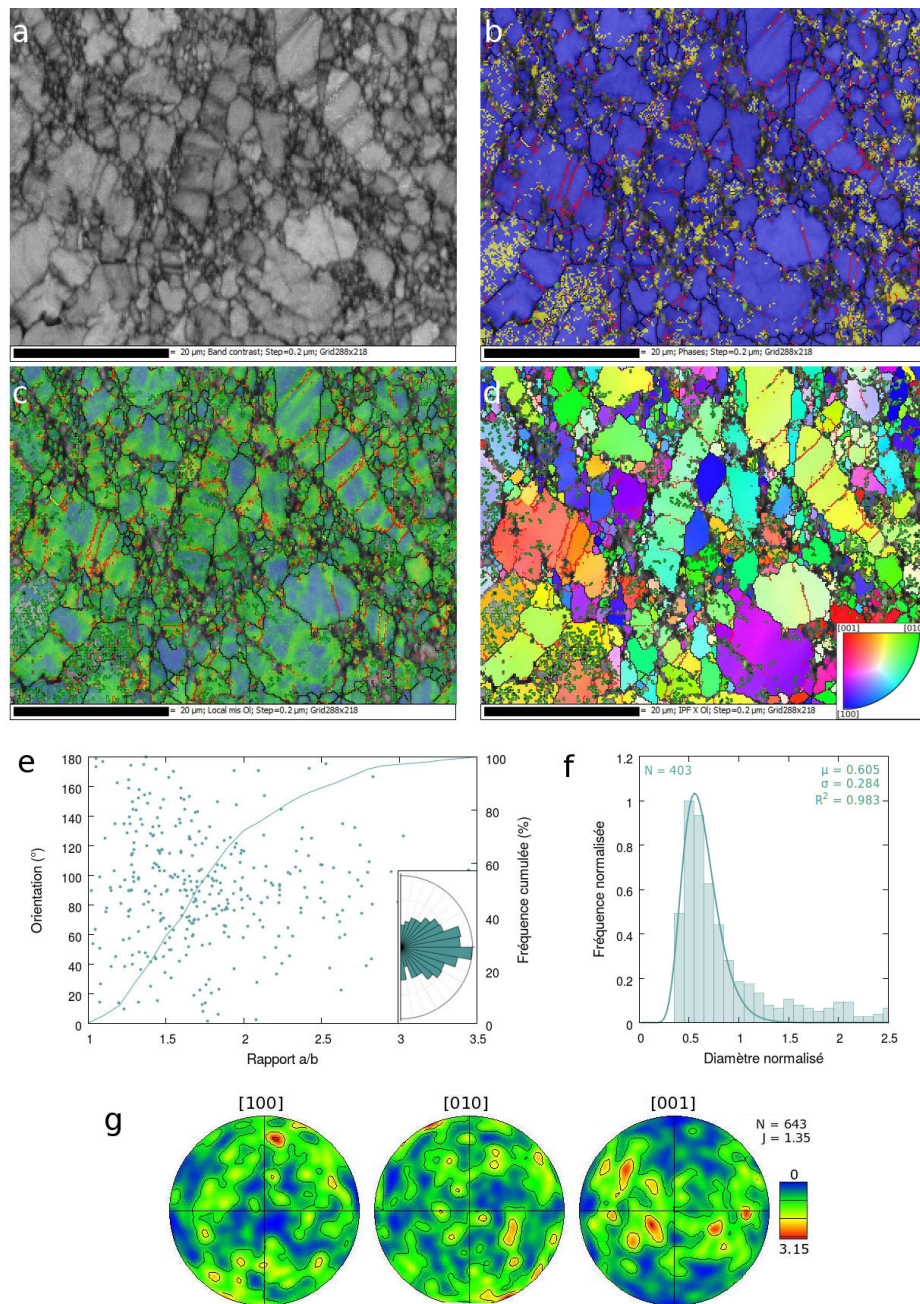
Les microstructures de cette catégorie ont été observées dans les pyroxènes des expériences OLI47, OLI57, OLI59 et OLI65 déformés à des conditions de pression et température très variables. Les échantillons de départ sont des agrégats frittés sous vide (VRa12d-Px pour OLI57 et OLI59, VR11b-Px pour OLI65) et un agrégat fritté par SPS (AN055 pour OLI47). Ces échantillons montrent des tailles de grain faibles après déformation, entre 1 et 2  $\mu\text{m}$ . L'échantillon OLI57, dont les caractéristiques principales sont résumées dans la figure 6.4, montre une taille de grain fortement hétérogène avec la présence de grains très allongés, de 20 à 30  $\mu\text{m}$  de longueur. Pour l'échantillon OLI59, des évidences de recristallisation sont visibles sur certains grains et pourraient expliquer l'hétérogénéité des tailles de grain. Il n'y a pas d'orientation préférentielle de forme marquée, sauf dans le pyroxène de OLI59.

Les grains les plus gros contiennent de nombreux sous-joints de grain et des lamelles de déformation (Fig. 6.4). L'étude du facteur de Schmid pour les différents systèmes de glissement ne permet pas de faire des suppositions concernant un système de glissement dominant. En revanche, les angles de désorientation faible sur l'ensemble des grains de OLI57, pour des angles compris entre 2 et 10°, indiquent une rotation autour de l'axe [010] (Fig. 6.5). Par analogie avec l'olivine, cela suggère que la déformation est accommodée par le système [100](010). Dans l'échantillon de OLI47, on peut noter la présence d'une lamelle de low-clinopyroxène au sein d'un grain d'orthopyroxène (Fig. 6.6).

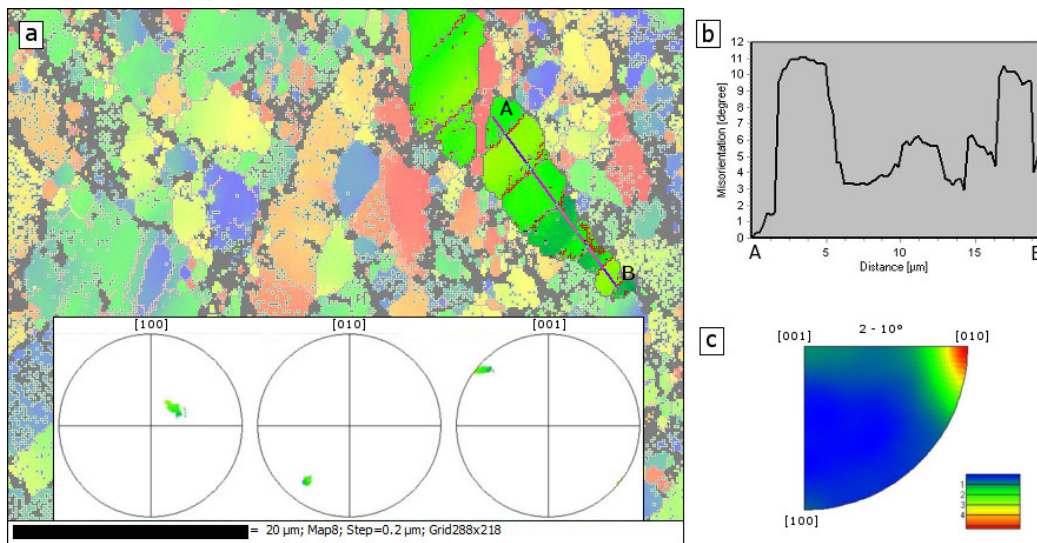
L'échantillon de l'expérience OLI65 contient environ 60 % vol. de low-clinopyroxène, ce qui rend l'analyse de la microstructure complexe. On peut cependant noter que les grains sont très déformés, surtout le low-clinopyroxène, avec de nombreuses lamelles de déformation et de sous-joints de grain. Les figures de pôles ne permettent pas d'observer une OPR et le J-index de 1.30 est lui aussi faible.

### 6.1.1.4 Textures de l'orthopyroxène

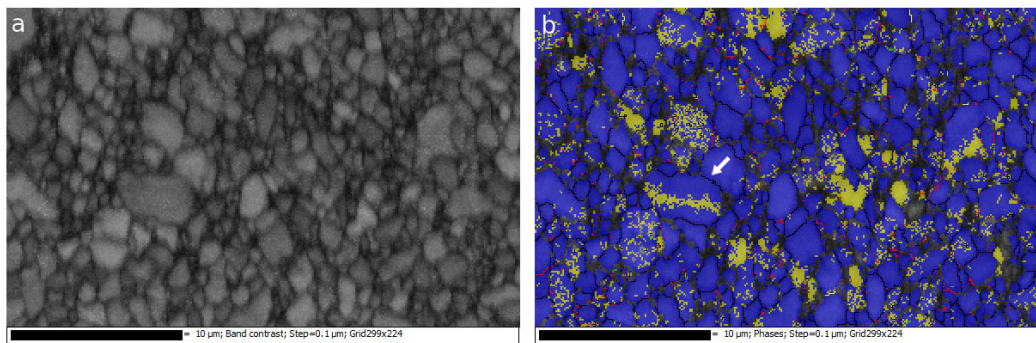
Comme évoqué plus haut, la distribution des valeurs de facteur de Schmid au sein d'un échantillon permet d'identifier un système de glissement lorsque un nombre important de grains sont orientés favorablement, *i.e.* lorsque le facteur de Schmid est élevé. Les principaux systèmes de glissement considérés sont : [001](100), [001](010) mais aussi le système défini par Jung *et al.* (2010) comme le type AB : [010](100). Lorsqu'un grain montre une déformation interne ou des lamelles de déformation (comme par exemple des "kink bands"), l'axe



**Figure 6.4** – Caractéristiques de l'échantillon de pyroxène de l'expérience OLI57 obtenues par EBSD : **a.** Contraste de bandes ; **b.** Couleur de phase (bleu = OPx et jaune = LCPx) ; **c.** Désorientation locale calculée avec un filtre 5x5 ; **d.** Figure de pôles inverses dans la direction de compression (voir code couleur dans l'encadré). L'échelle est représentée par la barre noire. Les joints de grain sont repérés en noir (désorientation > 20°) et en jaune (entre 15 et 20°), les sous-joints de grain en rouge (entre 2 et 15°) et les interphases, en vert ; **e.** Orientation des grains en fonction de l'aplatissement a/b (points) et fréquence cumulée de ce dernier (courbe). L'encadré est un diagramme en rose des vents de l'orientation des grains. La verticale du diagramme est la direction de compression ; **f.** Distribution normalisée de la taille de grain et paramètres d'ajustement ; **g.** Figures de pôles selon [100], [010] et [001]. La direction de compression est verticale. Le MUD, J-index (J) et nombre de points de mesure (N) sont renseignés.



**Figure 6.5** – Analyse de la déformation intracrystalline de l'orthopyroxène de OLI57 : **a.** Image EBSD des angles d'Euler. Les sous-joints de grains sont représentés en rouge. L'insert en bas correspond aux figures de pôles des axes  $[100]$ ,  $[010]$  et  $[001]$  des points composant le grain vert mis en évidence. On remarque une dispersion des axes  $\vec{a}$  et  $\vec{c}$  suggérant une rotation selon la direction  $\vec{b}$  ou  $[010]$  ; **b.** Profil de mésorientation le long du profil A-B en fonction de l'orientation cristallographique du point A. Les variations brusques correspondent à des lamelles de déformation ou "kink bands" ; **c.** Figure de désorientation dans le repère cristallographique de l'orthopyroxène pour des angles de désorientation compris entre 2 et  $10^\circ$  sur l'ensemble des points de l'image. L'échelle correspond au MUD. Les données suggèrent une rotation préférentielle selon l'axe  $\vec{b}$  ou  $[010]$ .

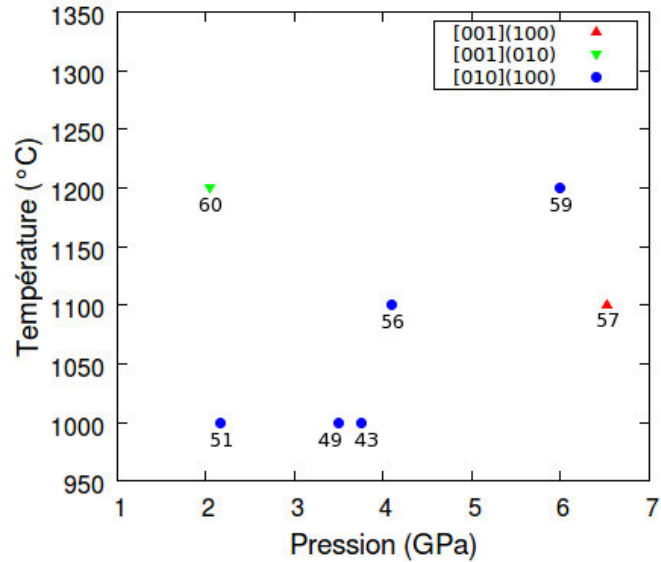


**Figure 6.6** – Images EBSD de l'échantillon de pyroxène de l'expérience OLI47 : **a.** contraste de bandes de Kikuchi ; **b.** couleur de phase (bleu = OPx ; jaune = LCPx). Le low-clinopyroxène forme des lamelles dans les grains d'OPx, visibles au niveau du grain repéré par une flèche.

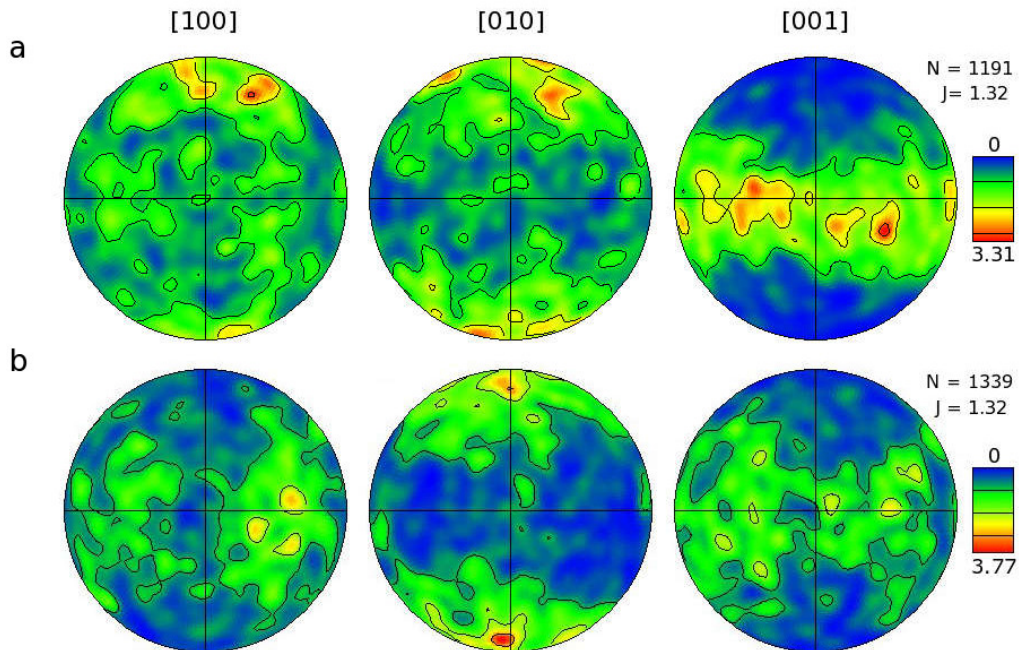
de rotation est lui aussi un indicateur du système de glissement (Raleigh (1968) et Fig. 5.4 du chapitre 5). En considérant ces indicateurs et en supposant que la déformation est suffisante pour produire une légère OPR (bien que les figures de pôles ne soient pas très marquées) on peut définir les domaines pour lesquels chaque système de glissement apparaît dominant (Fig. 6.7). Ainsi, le système de glissement  $[010](100)$  semble dominant sur une grande gamme de pression et température (type PX1 principalement) tandis que les systèmes  $[001](100)$  et



[001](010) n'apparaissent que pour des températures élevées à basse pression pour le premier (type PX3) ou à haute pression et basse température pour le second (type PX2).



**Figure 6.7** – Systèmes de glissement en fonction de la pression et de la température. Le mécanisme dominant est déterminé à partir du facteur de Schmid des trois systèmes de glissement principaux du pyroxène : [001](100), [001](010) et [010](100). Le numéro de l'expérience est renseigné sous chaque point.



**Figure 6.8** – Exemples de figures de pôles obtenues sur le pyroxène après déformation pour l'expérience : a. OLI43 ; b. OLI49. L'échelle de couleur correspond au MUD. Le nombre de points N utilisés pour réaliser la figure de pôles et le J-index J sont renseignés.

Les figures de pôles présentent des textures plus faibles que celles de l'olivine. Sur certains échantillons, un alignement des axes [001] perpendiculairement à la direction de compression est identifiable (Fig. 6.8). L'axe [010] tend à se paralléliser à la direction de compression tandis que l'axe [100] montre des orientations qui peuvent être parallèles comme pour l'expérience OLI43 (Fig. 6.8a) ou perpendiculaires (expérience OLI49, Fig. 6.8b). Ces textures sont en désaccord avec les systèmes proposés à l'aide des facteurs de Schmid (Fig. 6.7). Ainsi, les données présentées ne permettent pas de définir de manière robuste des systèmes de glissement dominants en raison des textures peu marquées et du faible nombre d'échantillons disponibles.

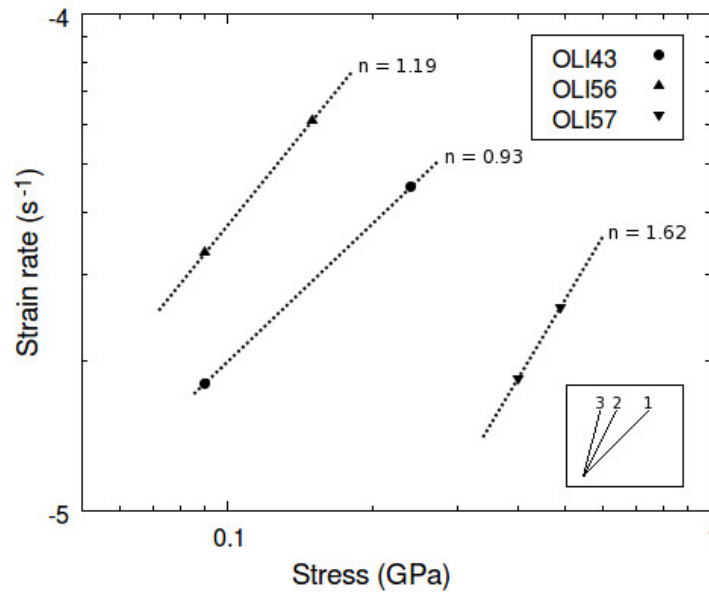
### 6.1.2 Données mécaniques sur l'orthopyroxène

L'estimation des erreurs relatives au calcul de la contrainte et de la pression est considérée comme étant la même que celle déterminée pour l'olivine (*cf.* chapitre 5, Fig. 5.12) soit une incertitude sur la contrainte de 150 MPa et de 300 MPa pour la pression. En réalité, les pics de diffraction de l'orthopyroxène sont moins bien définis que ceux de l'olivine. De plus, les paramètres élastiques sont également moins bien contraints. Il en résulte que l'erreur effective est sûrement sous-estimée.

Le jeu de données mécaniques obtenu sur le pyroxène est constitué de moins de points expérimentaux que pour l'olivine. De plus, la gamme de taille de grain des échantillons est restreinte, entre 0.8  $\mu\text{m}$  pour l'expérience OLI43 et 1.9  $\mu\text{m}$ , à l'exception de l'expérience OLI60 qui présente une taille de grain de 4.9  $\mu\text{m}$ . Par ailleurs, les échantillons de pyroxène ont des tailles de grain très hétérogènes pour lesquelles il est délicat d'utiliser la moyenne arithmétique des diamètres comme étant le diamètre moyen. Par exemple, pour les échantillons de pyroxène de OLI60 et OLI57, les distributions des tailles de grain normalisées à la taille moyenne peuvent être représentées par des courbes log-normales dont la valeur moyenne  $\mu$  vaut 0.46 et 0.6 fois la taille moyenne de OLI60 et OLI57, respectivement (Fig. 6.2f et 6.4f).

Pour ces raisons, la loi rhéologique est déterminée en fixant l'exposant de contrainte à 1 et l'exposant de taille de grain à une valeur de 2 et de 3. L'hypothèse d'une déformation par fluage diffusion provient de l'analyse des données mécaniques obtenues sur les expériences OLI43, OLI56 et OLI57. Pour celles-ci, deux états quasi-stationnaires ont été atteints pour des conditions de pression et température similaires et en supposant que la taille de grain ne varie pas en cours d'expérience. Ainsi, la différence de contrainte supportée par l'échantillon entre les deux états stationnaires est directement liée à la variation de vitesse de déformation selon la relation 5.7 énoncée dans le chapitre précédent. L'exposant de contrainte apparent

est compris entre 0.93 et 1.62 (Fig. 6.9).



**Figure 6.9** – Vitesse de déformation en fonction de la contrainte pour différentes expériences de déformation (échelles logarithmiques). La pente des droites en pointillés correspond à la valeur de l'exposant de contrainte  $n$  pour chaque expérience. Les valeurs calculées sont indiquées sur le graphe. Un insert représente les pentes pour des valeurs de  $n$  de 1, 2 et 3.

| Expérience | Echantillon | Temperature (°C) <sup>a</sup> | P (Px) <sup>b</sup><br>(GPa) | $\sigma$ (Px) <sup>b</sup><br>(GPa) | $\dot{\epsilon}$ (Px)<br>( $10^{-5}\text{s}^{-1}$ ) | $d_i$ (Px) <sup>c</sup><br>( $\mu\text{m}$ ) | $d_f$ (Px) <sup>c</sup><br>( $\mu\text{m}$ ) | $\epsilon$ (Px)<br>(%) | $\sigma$ (Al)<br>(GPa) |
|------------|-------------|-------------------------------|------------------------------|-------------------------------------|---|--|--|------------------------|------------------------|
| OLI43      | AL713       | 1000                          | 3.75 (0.46)                  | 0.24 (0.20)                         | 4.51  | 0.1 <sup>d</sup>                             | 0.8 (0.15)                                   | 15                     | -                      |
|            |             | 1000                          | 3.75 (0.46)                  | 0.09 (0.19)                         | 1.81  | 0.1 <sup>d</sup>                             | 0.8 (0.15)                                   | 15                     | -                      |
| OLI56      | VR11b-Px    | 1100                          | 4.09 (0.47)                  | 0.09 (0.19)                         | 3.32  | 2.75 (0.08)                                  | 1.66 (0.14)                                  | 25                     | -                      |
|            |             | 1100                          | 4.09 (0.47)                  | 0.15 (0.16)                         | 6.1   | 2.75 (0.08)                                  | 1.66 (0.14)                                  | 13                     | -                      |
| OLI57      | VRa12d-Px   | 1100                          | 6.52 (0.66)                  | 0.4 (0.18)                          | 1.85  | 2 <sup>d</sup>                               | 1.91 (0.18)                                  | 9                      | -                      |
|            |             | 1100                          | 6.52 (0.66)                  | 0.49 (0.19)                         | 2.57  | 2 <sup>d</sup>                               | 1.91 (0.18)                                  | 8                      | 0.74                   |
| OLI59      | VRa12d-Px   | 1200                          | 6.14 (0.74)                  | 0.05 (0.25)                         | 2.23  | 2 <sup>d</sup>                               | 1.43 (0.18)                                  | 26                     | 0.35                   |
| OLI60      | VRa12d-Px   | 1200                          | 2.05 (0.8)                   | 0.05 (0.15)                         | 2.8   | 2 <sup>d</sup>                               | 4.86 (0.44)                                  | 13                     | 0.97                   |
| OLI65      | VR11b-Px    | 900                           | 2.17 (0.44)                  | 0.22 (0.17)                         | 2.96  | 2.75 (0.08)                                  | 1.56 (0.10)                                  | 35                     | 0.97                   |

<sup>a</sup> L'erreur sur la température est estimée à 50°C.

<sup>b</sup> L'erreur sur la pression et la contrainte sont déterminées comme expliqué dans la section 5.3.1.4 du chapitre 5.

<sup>c</sup> Taille de grain déterminée en considérant la moyenne des diamètres de l'ensemble des grains. Les valeurs entre parenthèses correspondent à l'erreur-type calculée d'après la relation 5.3.

<sup>d</sup> Valeurs estimées sur un faible nombre de grains.

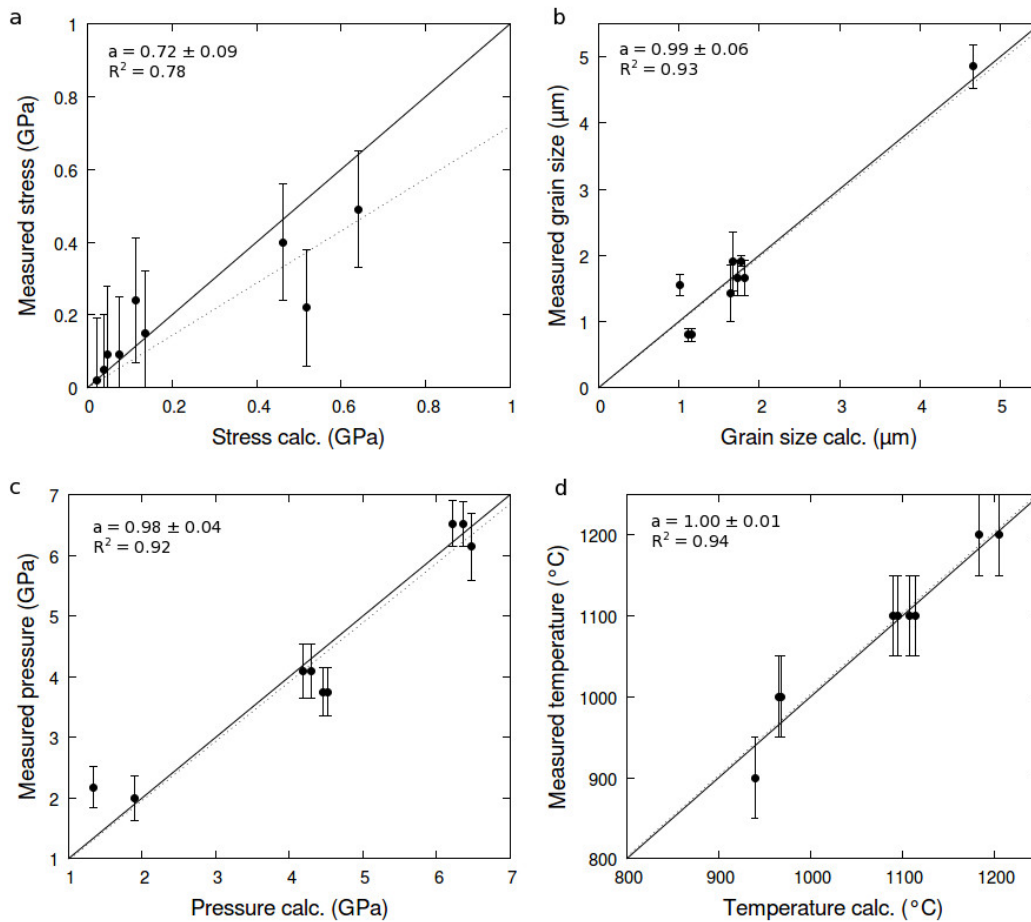
**Table 6.1** – Données mécaniques obtenues pour les échantillons monophasés de pyroxène.

Tout comme pour les données recueillies sur l'olivine, le jeu de données expérimentales pour le pyroxène ne permet pas lui non plus de rendre compte de façon indépendante de l'effet de la température, de la pression ou de la taille de grain. Une régression non linéaire globale prenant en compte les incertitudes sur la contrainte, la pression, la température et la taille de grain a ainsi été réalisée, en utilisant uniquement les données mécaniques acquises sur les échantillons de pyroxène (Table 6.1). Compte tenu de la faible teneur en pyroxène des échantillons biphasés (inférieur à 30 % vol), la rhéologie du système est fortement contrôlée

par la phase majoritaire, l'olivine. Ainsi, les résultats sur les échantillons biphasés n'ont pas été retenus pour l'estimation de la loi rhéologique du pyroxène.

| Régressions             | $E^*$ (kJ.mol <sup>-1</sup> ) | $V^*$ (cm <sup>3</sup> .mol <sup>-1</sup> ) | $m$ | $n$ | $\log_{10} A$ (s <sup>-1</sup> .Pa <sup>-n</sup> .m <sup>m</sup> ) |
|-------------------------|-------------------------------|---|-----|-----|--|
| <b><math>r_1</math></b> | <b>236 (28)</b>               | <b>10.0 (0.7)</b>                           | [2] | [1] | <b>-13.4 (1.0)</b>   |
| $r_2$                   | 293 (47)                      | 11.7 (1.0)                                  | [3] | [1] | -16.6 (1.7)  |

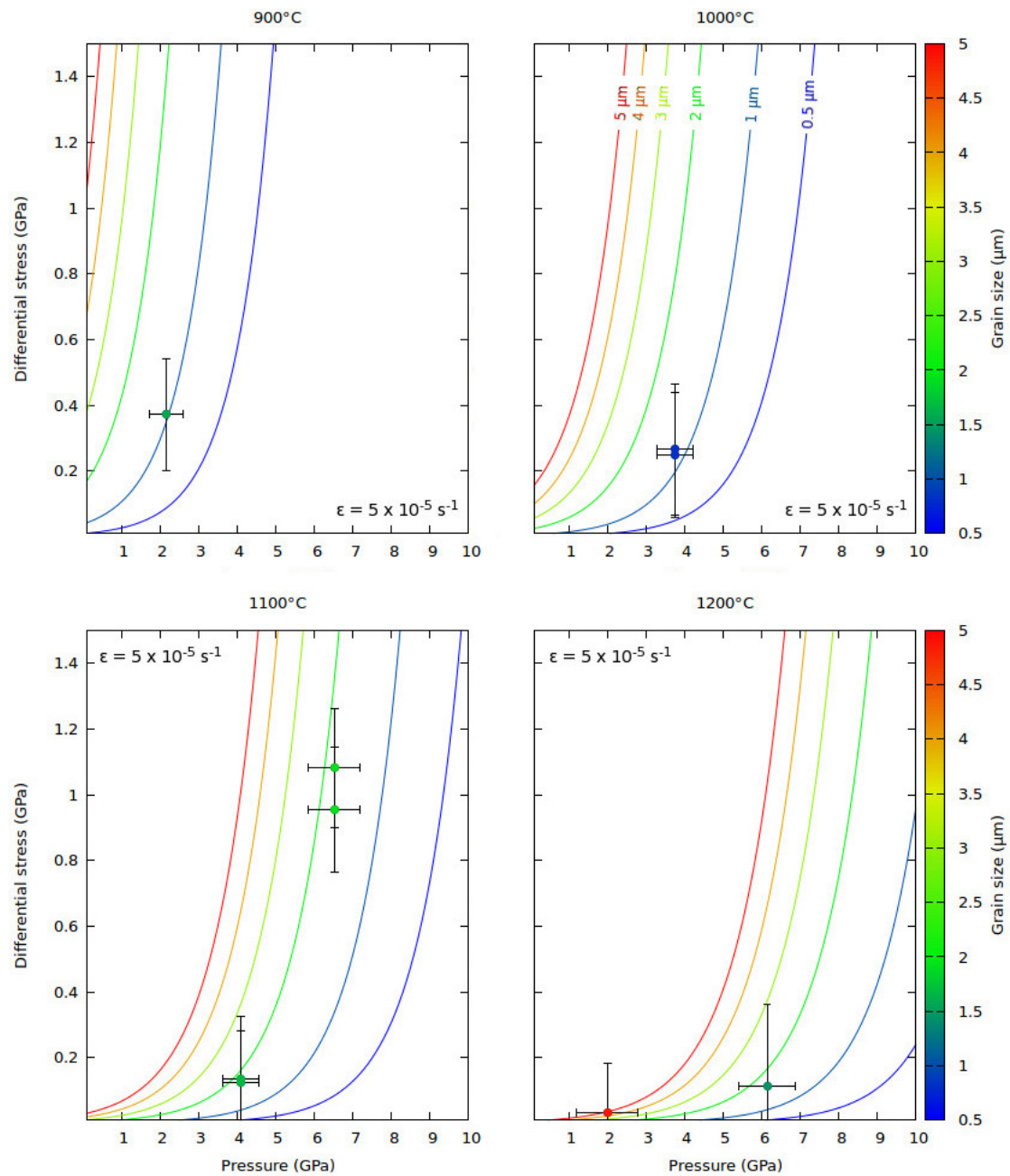
**Table 6.2** – Résultats des paramètres rhéologiques en fonction des différents ajustements réalisés sur le pyroxène. Les valeurs entre crochets sont des valeurs fixées lors de l'ajustement. Les valeurs entre parenthèses sont les écart-types estimés pour chaque paramètre. La régression  $r_1$  indiquée en gras est la loi utilisée pour la suite de la discussion.



**Figure 6.10** – Comparaison entre les données expérimentales et les valeurs recalculées en utilisant le modèle (régression  $r_1$ ) pour : a. la contrainte différentielle; b. la taille de grain; c. la pression; d. la température. Pour chaque paramètre, la droite en trait plein est une droite de pente égale à 1, la droite en pointillés est la droite de régression en prenant en compte les barres d'erreur. Les paramètres de la régression linéaire sont également renseignés : la pente  $a$  et le coefficient de régression  $R^2$ .



## 6.1 Déformation de l'orthopyroxène



**Figure 6.11** – Contrainte en fonction de la pression et de la taille de grain pour la loi de fluage diffusion à une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et comparaison avec les points expérimentaux normalisés pour quatre températures différentes. L'échelle de couleur renseigne sur la taille de grain. Les incertitudes sur la pression et la contrainte de chaque point sont représentées.

Les résultats obtenus par les régressions non linéaires, en prenant un exposant de taille de grain de 2 (régression  $r_1$ ) et de 3 (régression  $r_2$ ), sont présentés dans la table 6.2. Dans le premier cas, l'énergie d'activation est de  $236.2 \pm 27.8 \text{ kJ.mol}^{-1}$  et le volume d'activation de  $9.98 \pm 0.68 \text{ cm}^3.\text{mol}^{-1}$ . Dans le second cas, il résulte du changement de la valeur de  $m$  de 2 à 3, une augmentation de l'énergie et du volume d'activation qui passent respectivement à  $293.0 \pm 47.2 \text{ kJ.mol}^{-1}$  et  $11.68 \pm 1.00 \text{ cm}^3.\text{mol}^{-1}$ . A noter que l'ajustement  $r_2$  est nettement moins satisfaisant que l'ajustement  $r_1$ . Pour la suite, et sauf mention du contraire, la loi rhéologique utilisée est celle correspondant à la régression  $r_1$ .

La comparaison entre les données et le modèle est très satisfaisante lorsque l'on regarde la correspondance entre les valeurs expérimentales de contrainte, taille de grain, pression et température avec celles recalculées à partir du modèle (Fig. 6.10). Les expériences dont les points montrent des différences entre les contraintes (ou les tailles de grain) observées et calculées ne présentent pas de microstructures particulières qui témoigneraient de la contribution d'autres mécanismes de déformation, ainsi le mécanisme dominant reste le fluage diffusion pour l'ensemble des expériences. Par ailleurs, la contrainte mesurée dans le pyroxène de l'expérience OLI65 de 0.22 GPa est nettement inférieure à la valeur théorique de 0.52 GPa. Cette différence peut être attribuée aux conditions expérimentales. En effet, l'expérience ayant été réalisée à basse température, la transition entre l'orthopyroxène et le clinopyroxène est favorisée, comme suggéré dans l'étude de *Raleigh et al. (1971)*. Ce changement de phase est observé dans l'échantillon après déformation, avec plus de 60 % vol. de low-clinopyroxène présent dans la microstructure (voir annexe A.65).

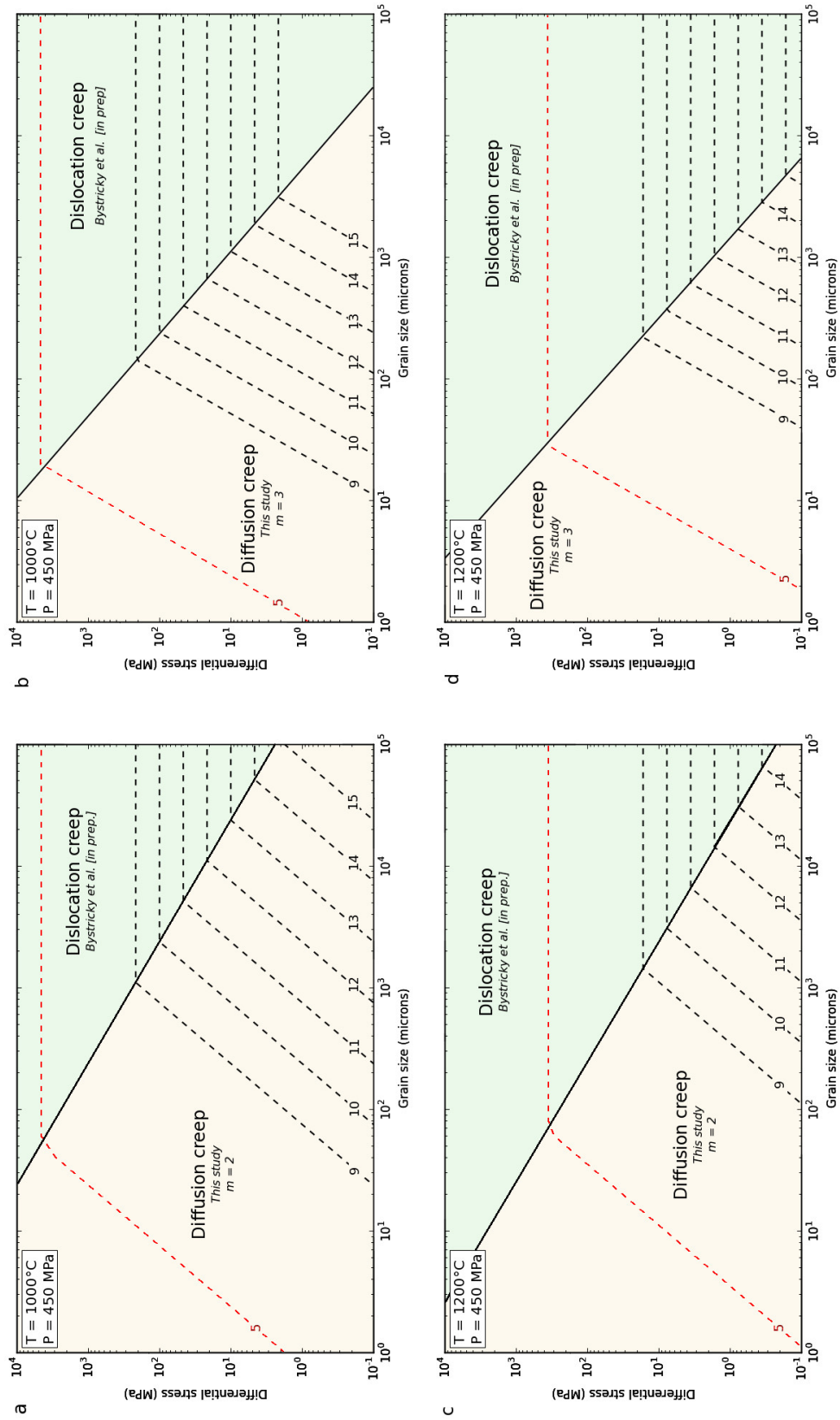
La figure 6.11 présente l'évolution de la contrainte pour les quatre températures étudiées, en fonction de la pression et pour une vitesse de déformation donnée. Les points expérimentaux normalisés à cette vitesse sont représentés. Les courbes correspondent à des tailles de grain différentes, allant de 0.5 à 5  $\mu\text{m}$ .

L'orthopyroxène étant un minéral dont la rhéologie est peu étudiée, il est difficile d'établir des cartes de mécanismes complètes. La figure 6.12 présente des cartes de mécanismes à basse pression (450 MPa) pour le fluage dislocation et le fluage diffusion (régressions  $r_1$  et  $r_2$ ), en fonction de la taille de grain, pour des températures de 1000 et 1200°C et des vitesses de déformation comprises entre  $10^{-15}\text{s}^{-1}$  et  $10^{-9}\text{s}^{-1}$ . La loi de fluage dislocation utilisée est celle de *Bystricky et al., in prep.*, basée sur les travaux de déformation en presse Paterson d'agrégats d'orthopyroxène (*Lawlis, 1998*) :

$$\dot{\epsilon} = 10^{8.63 \pm 0.73} \sigma^3 \exp\left(-\frac{600 \pm 21}{RT}\right), \quad (6.1)$$

avec  $A$  en  $\text{s}^{-1}.\text{MPa}^{-n}$ ,  $E^*$  en  $\text{kJ.mol}^{-1}$  et  $V^*$  en  $\text{cm}^3.\text{mol}^{-1}$ .

## 6.1 Déformation de l'orthopyroxène



**Figure 6.12** – Carte des mécanismes de déformation pour l'orthopyroxène (contrainte différentielle en fonction de la taille de grain) pour une pression de 450 MPa et des températures de : **a-b.**  $1000^\circ\text{C}$  ; **c-d.**  $1200^\circ\text{C}$ . Les paramètres rhéologiques utilisés pour la loi de fluage diffusion correspondent aux valeurs obtenues : **a-c.** avec la régression  $r_1$  ; **b-d.** avec la régression  $r_2$ . La loi de fluage dislocation utilisée est celle de Bystricky et al., *in prep.* Les valeurs,  $x$ , indiquent la vitesse de déformation avec  $10^{-x} \text{ s}^{-1}$  et en rouge, les conditions expérimentales ( $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ).

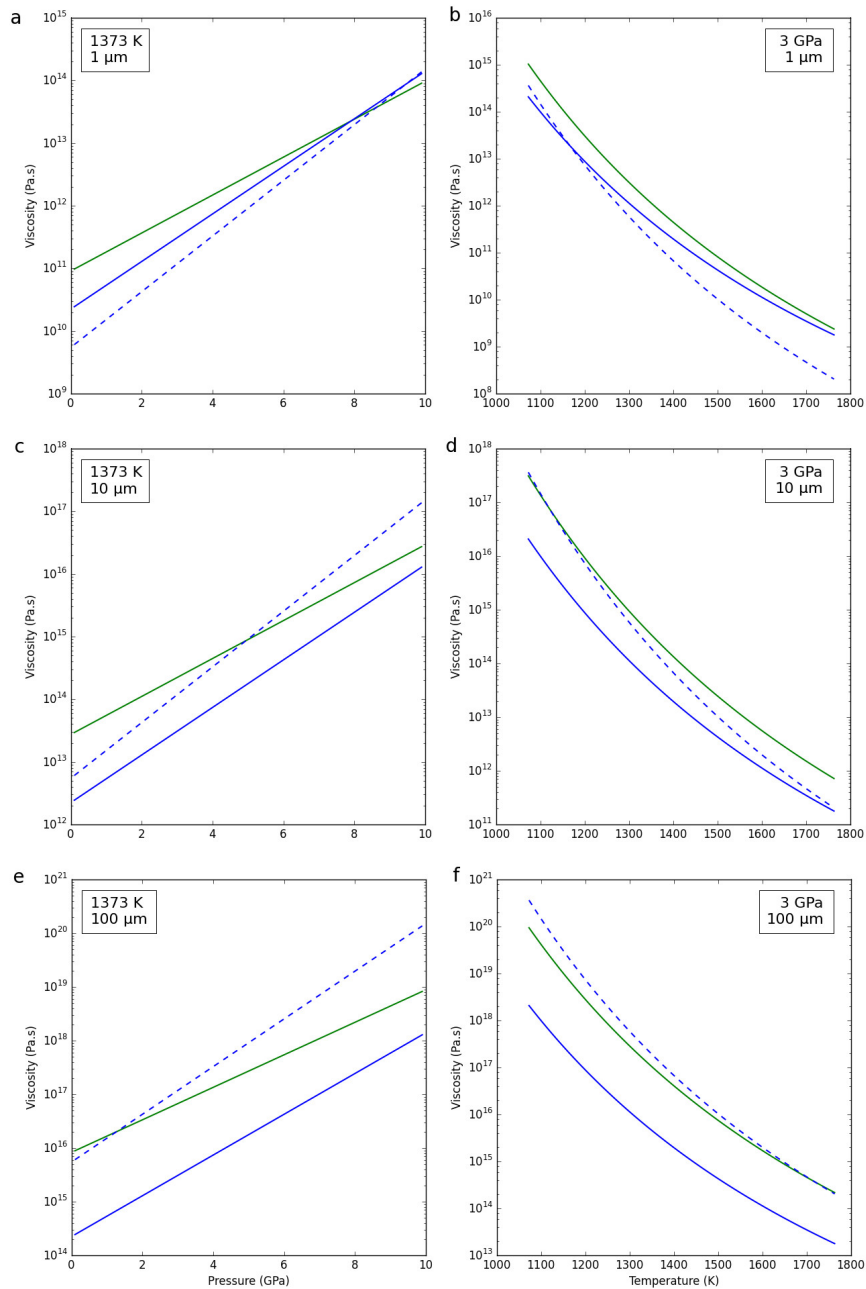
A 1000°C, en considérant la régression  $r_1$  (Fig. 6.12, colonne de gauche), le fluage diffusion est dominant pour des grains inférieurs à 1 mm, lorsque la vitesse de déformation est de  $10^{-9}\text{s}^{-1}$  et pour des grains de plusieurs cm aux conditions du manteau (*i.e.*  $10^{-14}\text{s}^{-1}$ ). A 1200°C, le fluage diffusion reste dominant pour des grains de 5 cm. Cette valeur peu réaliste signifierait que le fluage diffusion est le mécanisme dominant à basse pression et pour des tailles de grain centimétriques.

Cependant, comme évoqué plus haut, la dépendance de la taille de grain du mécanisme,  $m$ , pour le fluage diffusion reste très peu contraint. Lorsque l'on extrapole la loi à des tailles millimétriques voire centimétriques, la valeur de cette dépendance est primordiale. En effet, la carte des mécanismes de la contrainte en fonction de la taille de grain en utilisant la régression  $r_2$ , avec un  $m = 3$ , est nettement différente (Fig. 6.12, colonne de droite). La transition entre les deux mécanismes, aux vitesses de déformation typiques du manteau, a lieu pour des tailles de grains beaucoup plus faibles, entre 800  $\mu\text{m}$  et 2 mm. Ainsi, une détermination plus précise de l'effet de la taille de grain est nécessaire pour obtenir des cartes des mécanismes robustes. De même qu'une estimation du volume d'activation pour le fluage dislocation.

## 6.2 Olivine vs. Orthopyroxène

Connaissant les lois de déformation en fluage diffusion pour l'olivine et l'orthopyroxène, leur viscosité peut être comparée en fonction de la température, pression et de la taille des grains (Fig. 6.13). Pour des grains de 1  $\mu\text{m}$ , l'olivine et le pyroxène montrent des viscosités comparables, l'olivine étant sensiblement plus dure que le pyroxène. Cet écart de viscosité se réduit cependant à haute pression ou haute température. La dépendance à la taille de grain étant peu contrainte pour le pyroxène, les lois définies avec  $m = 2$  (régression  $r_1$ , traits pleins bleus) et  $m = 3$  (régression  $r_2$ , traits pointillés bleus) sont représentées sur la figure 6.13. Pour des grains de 1  $\mu\text{m}$ , cet écart est faible car les tailles de grain sont proches de celles des pyroxènes déformés. En revanche, pour des tailles de grain plus grandes, l'effet de l'exposant devient très important. Si l'on considère un exposant de 2, le pyroxène reste moins visqueux à toutes les conditions, pour une taille supérieure à 1  $\mu\text{m}$  et l'écart de viscosité est d'autant plus grand que la taille de grain augmente ( $m = 2.5$  pour l'olivine, traits verts). Pour des grains de 100  $\mu\text{m}$ , le pyroxène est 10 à 100 fois moins visqueux que l'olivine. En revanche, avec un exposant de 3, les viscosités de l'olivine et du pyroxène deviennent comparables pour des grains de 10  $\mu\text{m}$  puis le pyroxène devient plus visqueux pour des tailles de grain plus importantes. A noter que la régression réalisée avec  $m = 2$  est plus satisfaisante, ainsi l'exposant de taille de grain semble plus proche de 2 aux vues des résultats obtenus. Ainsi, en régime

diffusif, le pyroxène est une phase moins rigide que l'olivine.



**Figure 6.13** – Profils de viscosité calculés en utilisant les lois de fluage diffusion de l'olivine (en vert) et l'orthopyroxène (en bleu) pour des tailles de grain de 1, 10 et 100  $\mu\text{m}$ . La loi utilisée pour l'olivine est la régression  $r_2$  ( $n = 1$  et  $m = 2.5$ , cf. Table 5.3 du chapitre 5) et pour le pyroxène les régressions  $r_1$  (en traits pleins,  $n = 1$  et  $m = 2$ ) et  $r_2$  (en traits pointillés,  $n = 1$  et  $m = 3$ ). Les profils sont représentés : **a-c-e.** en fonction de la pression, à une température de 1100°C ; **b-d-f.** en fonction de la température, à une pression de 3 GPa.

Skemer et Karato (2008) ont étudié la déformation de xénolithes de lherzolites provenant de la kimberlite de Jagersfontein (Afrique du Sud). La recristallisation dynamique des échan-

tillons a conduit à une diminution de la taille des grains, avec une taille comprise entre 150 et 300  $\mu\text{m}$  pour l'olivine, et entre 30 et 50  $\mu\text{m}$  pour l'orthopyroxène. L'analyse des textures par EBSD montre une fabrique de réseau persistante pour l'olivine tandis que celle de l'OPx disparaît lorsque la taille de grain diminue. Ainsi, l'olivine semble se déformer par fluage dislocation pendant que l'OPx semble subir une déformation par fluage diffusion. Aux conditions de déformation des échantillons, estimées à 5.5 GPa, 1350°C et pour des contraintes différentielles comprises entre 15 et 40 MPa, le mécanisme de déformation dominant pour l'olivine (en utilisant les paramètres décrits dans la table 5.4) est le fluage diffusion. En effet, la présence d'une fabrique de réseau est compatible avec un tel mécanisme comme le montre l'analyse microstructurale des échantillons déformés en fluage diffusion (*cf.* chapitre 5 et l'étude de Miyazaki *et al.* (2013)). La loi rhéologique extrapolée aux conditions des lherzolites conduit à une vitesse de déformation comprise entre  $3 \times 10^{-8}$  et  $10^{-7} \text{s}^{-1}$  pour l'olivine. Le manque de données expérimentales sur l'OPx ne permet pas de construire les cartes de mécanismes aux pressions de cette étude. Si l'on suppose que le mécanisme dominant est le fluage diffusion, la loi obtenue sur le pyroxène prédit une vitesse de déformation légèrement inférieure à l'olivine, entre  $3 \times 10^{-9}$  et  $3 \times 10^{-8} \text{s}^{-1}$ . Les vitesses déterminées pour l'olivine et l'OPx sont du même ordre de grandeur, autour de  $10^{-8} \text{s}^{-1}$ , similaires aux résultats obtenus par Skemer et Karato (2008) (à partir des données de fluage dislocation de Karato et Jung (2003)) et Mercier (1979) et compatibles avec les vitesses de déformation associées à la mise en place d'une kimberlite.

### 6.3 Rhéologie d'un système biphasé

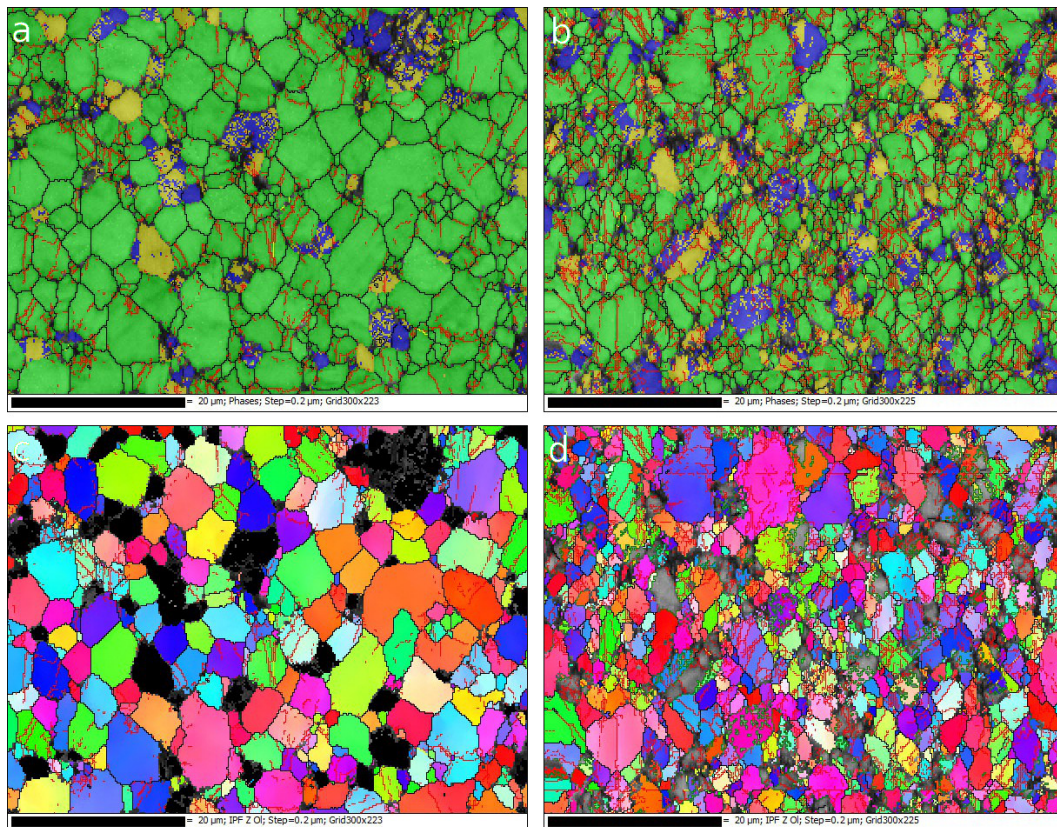
Des échantillons biphasés ayant des rapports volumiques Ol/Px de 70/30 et 80/20, ont été déformés entre 900 et 1000°C pour des pressions allant de 2 à 4 GPa (Fig. 5.2) en présence d'un second échantillon : un monophasé d'olivine ou de pyroxène. L'influence du pyroxène sur les microstructures observées et sur le comportement rhéologique des échantillons biphasés est discuté dans cette section.

#### 6.3.1 Microstructures des échantillons biphasés

Les monophasés d'olivine et les biphasés des expériences OLI62 et OLI63 (*cf.* chapitre 5) indiquent que, lorsque la quantité de pyroxène augmente dans la microstructure, la déformation interne des grains d'olivine devient plus importante (Fig. 6.14). En effet, la figure



de pôles de l'olivine de OLi63 est caractéristique d'une distribution de grains aléatoirement orientés, avec un J-index de seulement 1.07 (Fig. 6.15a). En revanche, la figure de pôles de l'olivine du biphasé indique un alignement des axes [010] dans la direction de compression et de l'axe [001] dans la direction transverse. Le J-index n'est pour autant pas significativement plus élevé, de 1.12 (Fig. 6.15b). Enfin, le pyroxène du biphasé présente également une texture, avec des axes [001] qui se réarrangent dans la même direction que les grains d'olivine. Un début d'alignement des axes [100] et [010] est également envisageable.



**Figure 6.14** – Microstructure comparée entre une olivine (colonne de gauche) et un échantillon biphasé (colonne de droite) de l'expérience OLi63 : **a-b**. Carte EBSD des phases (vert = OI; bleu = OPx et jaune = LCPx); **c-d**. Figure de pôles inverses selon la direction perpendiculaire à la direction de compression (le code couleur est identique à celui de la figure 6.4). La direction de compression est horizontale sur les images.

Pour les échantillons biphasés, on ne remarque pas de corrélation entre le J-index déterminé sur les grains d'olivine et de pyroxène (Fig. 6.16a). Sur certains échantillons, le J-index est faible, autour de 1.1 et 1.3 pour l'olivine et le pyroxène. Sur certaines expériences, un J-index élevé est associé à une valeur faible sur l'autre phase. A noter également que pour les expériences de déformation composées de monophasés d'olivine et de pyroxène, aucune corrélation entre le J-index de l'olivine et le pyroxène n'est visible (Fig. 6.16b). Dans les deux cas, le J-index varie entre 1.1 et 1.7 de façon indépendante.



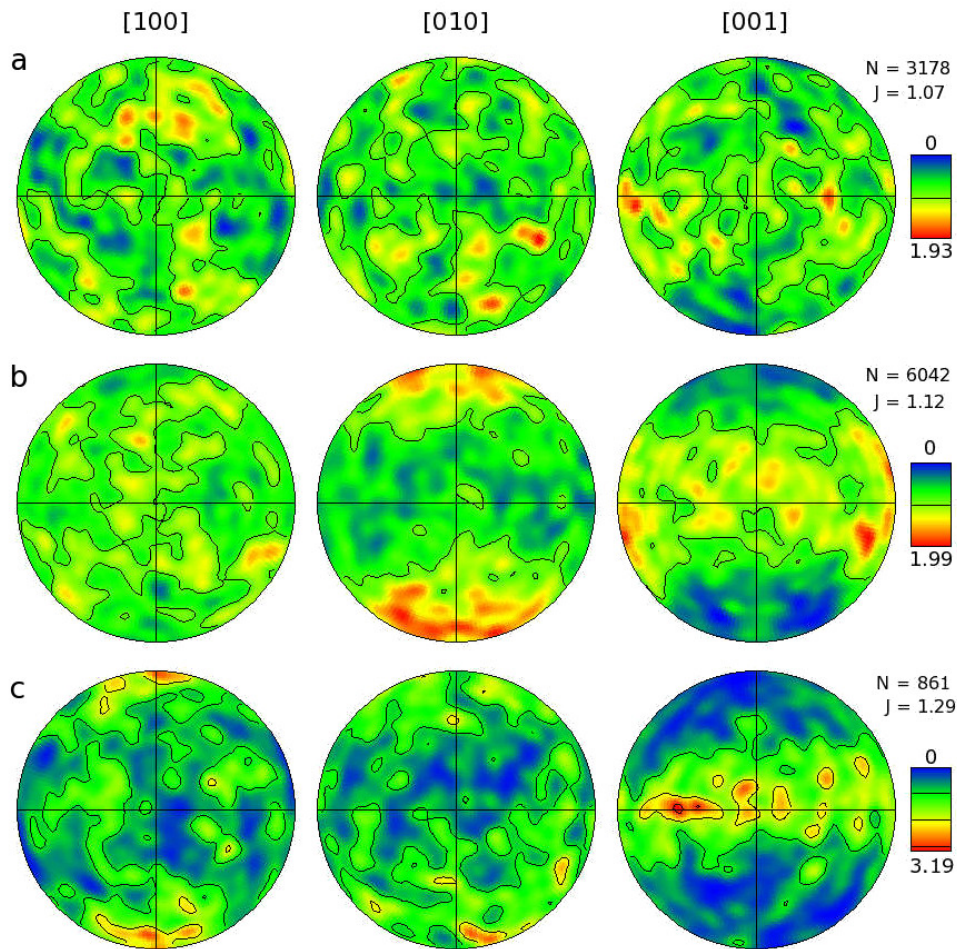


Figure 6.15 – Figures de pôles obtenues après l'expérience de déformation OLI63 : a. sur un échantillon monophasé d'olivine ; b. sur la fraction d'olivine et c. de pyroxène de l'échantillon biphase.

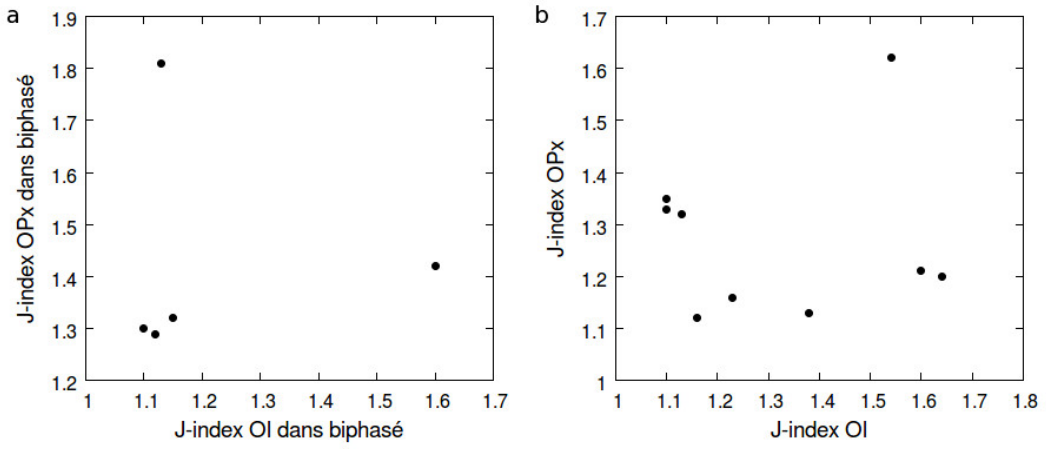
## 6.3.2 Partitionnement des contraintes

### 6.3.2.1 Modèles de Taylor et Sachs

Cette partie s'intéresse à la rhéologie d'un système polyphasé par rapport à celle d'un échantillon monophasé, d'olivine ou de pyroxène.

L'évolution de la contrainte moyenne d'un système biphase  $\sigma_B$  en fonction de la composition est limitée par les modèles de Sachs (équivalent de Reuss pour la plasticité), *i.e.* une contrainte identique pour tous les grains d'un biphase, ou de Taylor (équivalent de Voigt pour la plasticité), *i.e.* une déformation identique pour tous les grains du système (*e.g.* Tullis *et al.*

(1991)).



**Figure 6.16** – Comparaison du J-index obtenu sur l'ensemble du jeu de données expérimental : **a.** entre les grains d'olivine et de pyroxène d'un biphasé ; **b.** entre des échantillons monophasés d'olivine et de pyroxène.

Dans le premier cas, si l'on considère un système biphasé Ol+Px, l'approximation revient à :  $\sigma_B = \sigma_{Ol} = \sigma_{Px}$ . La vitesse de déformation du biphasé,  $\dot{\epsilon}_B$ , est alors additive et s'exprime sous la forme :

$$\dot{\epsilon}_B = \dot{\epsilon}_{Ol}^B \times f_{Ol} + \dot{\epsilon}_{Px}^B \times f_{Px} , \quad (6.2)$$

avec  $f_{Ol}$  et  $f_{Px}$ , les pourcentages volumiques d'olivine et de pyroxène respectivement,  $\dot{\epsilon}_{Ol}^B$  la vitesse de déformation de l'olivine dans le biphasé et  $\dot{\epsilon}_{Px}^B$  celle du pyroxène. En connaissant les lois de déformation des deux phases, la relation 6.2 peut s'exprimer sous la forme :

$$\dot{\epsilon}_B = A_{Ol} \sigma_B^{n_{Ol}} d_{Ol}^{-m_{Ol}} \exp\left(-\frac{E_{Ol}^* + PV_{Ol}^*}{RT}\right) \times f_{Ol} + A_{Px} \sigma_B^{n_{Px}} d_{Px}^{-m_{Px}} \exp\left(-\frac{E_{Px}^* + PV_{Px}^*}{RT}\right) \times f_{Px} , \quad (6.3)$$

Dans le cas où les deux phases se déforment par fluage diffusion, l'expression se réduit à :

$$\dot{\epsilon}_B = \sigma_B \left( \frac{f_{Ol}}{\eta_{Ol}} + \frac{f_{Px}}{\eta_{Px}} \right) \quad (6.4)$$

avec  $\eta_{Ol}$  et  $\eta_{Px}$ , la viscosité de l'olivine et du pyroxène. La contrainte dans le biphasé,  $\sigma_B$ , s'exprime alors sous la forme :

$$\sigma_B = \frac{\dot{\epsilon}_B}{\left( \frac{f_{Ol}}{\eta_{Ol}} + \frac{f_{Px}}{\eta_{Px}} \right)} \quad (6.5)$$

Pour le modèle de Taylor, on pose  $\dot{\epsilon}_B = \dot{\epsilon}_{Ol} = \dot{\epsilon}_{Px}$  avec :

$$\sigma_B = \sigma_{Ol}^B \times f_{Ol} + \sigma_{Px}^B \times f_{Px} \quad (6.6)$$

De la même manière, en supposant une déformation par fluage diffusion, on arrive à :

$$\sigma_B = \dot{\epsilon}_B (f_{Ol} \times \eta_{Ol} + f_{Px} \times \eta_{Px}) \quad (6.7)$$

Les relations 6.5 et 6.7 permettent de représenter l'évolution de la contrainte supportée par le biphasé en fonction de la composition si l'on suppose le modèle de Sachs et Taylor, respectivement. Ces modèles sont des limites qui bornent la gamme de contraintes possibles pour le biphasé en fonction de la composition (Fig. 6.17 e,f et 6.18 e,f).

### 6.3.2.2 Exemples dans la littérature

Le modèle numérique de *Madi et al.* (2005), réalisé pour un système biphasé composé à 70 % vol. de magnésio-wustite (phase rigide) et à 30 % vol. de Mg-Fe pérovskite, prévoit que les contraintes entre les deux phases se partitionnent, avec une contrainte dans la magnésio-wustite deux fois plus importante que dans la phase minoritaire, en accord avec le modèle de Taylor. Le modèle numérique élaboré par *Ford et Wheeler* (2004), en considérant une déformation par fluage diffusion, prévoit quant à lui que la déformation d'un système biphasé ne peut pas être modélisée par les lois de déformation des minéraux constitutifs du système.

Des études de déformation expérimentales récentes menées en presse D-DIA se sont également intéressées à ce partitionnement des contraintes (*Li et al.*, 2007; *Wang et al.*, 2013). L'étude de *Li et al.* (2007) concerne la déformation de MgO + spinelle  $MgAl_2O_4$  en proportions variables. La contrainte dans les deux phases montre un caractère non linéaire en fonction de la proportion des phases. Pour une proportion de phase rigide similaire à celle de notre étude (75-80 % vol. de spinelle et 20-25 % vol. de MgO, avec  $\eta_{MgO} < \eta_{MgAl_2O_4}$ ), la variation de contrainte est très importante : 80 MPa dans le spinelle contre 0 MPa dans le MgO à 1000°C et 3.5 GPa dans le spinelle contre 500 MPa dans le MgO à 800°C, ce qui laisse supposer que la phase rigide supporte la majorité des contraintes et que les conditions sont proches du modèle de Taylor.

L'étude de *Wang et al.* (2013) menée sur un système constitué de pérovskite  $CaGeO_3$  et de MgO compare la contrainte supportée par un échantillon monphasé de  $CaGeO_3$  avec celles d'un système biphasé constitué à 70 % vol. de  $CaGeO_3$  et de 30 % vol. de MgO. Les résultats suggèrent que la contrainte dans le système monphasé est inférieure à celle de la pérovskite dans le biphasé. La contrainte dans le MgO est quant à elle très faible. Etant donné la vitesse de déformation similaire entre le monphasé et le biphasé et le fait que la déformation soit indépendante de la taille des grains, un tel cas de figure est incompatible avec les modèles de

Taylor et Sachs.

La déformation à basse pression, dans des presses de type Paterson et Heard, sur des échantillons de calcite + anhydrite a également été étudiée (Bruhn *et al.*, 1999). Les résultats indiquent que les échantillons biphasés sont moins visqueux que les pôles purs mais ne respectent pas les limites définies par les modèles de Taylor et Sachs. Cela serait dû à un changement de mécanisme de déformation, de fluage dislocation pour les pôles purs vers du fluage diffusion avec une diffusion aux interphases plus efficace. Ce changement est souligné par des textures plus faibles (Bruhn et Casey, 1997).

L'étude de Hitchings *et al.* (1989) de déformation en presse Paterson d'olivine + pyroxène montre une viscosité comparable entre les deux pôles purs. En ce qui concerne les échantillons biphasés, une baisse de la résistance est constatée, avec une contrainte environ deux fois plus faible pour une teneur en pyroxène de 20 % vol. Ji *et al.* (2001) ont déformé des agrégats de forstérite + enstatite pour des teneurs en forstérite comprises entre 0 et 100 % vol. Aux conditions expérimentales de leur étude, la forstérite se comporte comme la phase la plus rigide et se déforme en fluage dislocation tandis que l'enstatite se déforme par fluage diffusion accommodée par du fluage dislocation. Tandis qu'aucun changement de mécanisme de déformation n'est observé sur l'ensemble des échantillons, aucun modèle théorique n'est capable de prédire l'évolution de la viscosité pour la gamme entière de composition en particulier le saut de contrainte observée pour des compositions intermédiaires (entre 40 et 60 % vol. de pyroxène). Pour des teneurs en Fo élevées, la texture est de type LBF d'après la nomenclature de Handy (1990). A ces compositions, l'échantillon supporte une contrainte qui est légèrement inférieure à la limite de Taylor.

Enfin, des expériences de cisaillement étudient également le comportement d'un système biphasé. C'est le cas de l'étude de déformation en presse Paterson d'agrégats d'olivine et magnésio-wüstite (Bystricky *et al.*, 2006). Tandis que la déformation est accommodée majoritairement par la phase la moins visqueuse, la contrainte supportée par le biphasé tend vers le modèle de Sachs lorsque la déformation finie augmente. Sundberg et Cooper (2008) ont déformé des agrégats d'olivine + orthopyroxène dans une presse Griggs. L'orientation préférentielle de réseau ainsi que la baisse de résistance des échantillons biphasés par rapport aux pôles purs, indique une déformation par fluage diffusion contrôlée par la diffusion aux interphases. En effet, l'échange atomique de O et Mg entre l'olivine et le pyroxène étant plus rapide que la diffusion du Si, il en résulte un changement de mécanisme par rapport aux pôles purs associé à une baisse de la viscosité du biphasé.

### 6.3.2.3 Analyse des données mécaniques sur les biphasés

Les expériences de déformation sur faisceau synchrotron que nous avons réalisé permettent de déterminer la contrainte supportée par chacune des deux phases dans l'échantillon biphasé. Les résultats obtenus sont résumés dans la table 6.3. Les échantillons sont composés principalement d'olivine et d'environ 20-30 % vol. de pyroxène. La texture est considérée, d'après la nomenclature proposée par Handy (1990), de "Load-bearing framework" *i.e.* roche constituée à plus de 75 % vol. de la phase la plus rigide (ici l'olivine) et d'une seconde phase moins visqueuse (l'orthopyroxène). La contrainte dans l'olivine et le pyroxène montre des valeurs similaires (dans la gamme d'erreur estimée) avec, dans tous les cas, une contrainte supportée par l'olivine légèrement supérieure : 0.8 contre 0.5 GPa pour l'expérience OLI62, 1.4 contre 1.2 GPa pour OLI63 et 0.5 contre 0.4 GPa pour OLI65. Ces résultats indiquent que les données sont proches du modèle de Sachs qui prédit une contrainte similaire pour l'ensemble des grains du biphasé.

| Biphasés | Echantillon | % vol. Ol | T (°C) <sup>a</sup> | $\dot{\epsilon}$ ( $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ) | $\epsilon$ (%) | Phase | P (GPa) <sup>b</sup> | $\sigma$ (GPa) <sup>b</sup> | $d_i$ ( $\mu\text{m}$ ) <sup>c</sup> | $d_f$ ( $\mu\text{m}$ ) <sup>c</sup> |
|----------|-------------|-----------|---------------------|---|----------------|-------|----------------------|-----------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|
| OLI51    | AN368       | 70        | 1000                | 2.19  | 20             | Ol    | 2.12 (0.32)          | 0.29 (0.20)                 | 0.4 (0.1)                            | 1.79 (0.24)                          |
|          |             |           |                     |   |                | OPx   | -                    | -                           | 0.4 (0.1)                            | 1.36 (0.10)                          |
| OLI62    | VR18a-Ol    | 82        | 1000                | 1.45  | 18             | Ol    | 2.07 (0.38)          | 0.77 (0.19)                 | 1.30 (0.06)                          | 2.11 (0.12)                          |
|          |             |           |                     |   |                | OPx   | 1.78 (0.37)          | 0.49 (0.19)                 | 1.67 (0.10)                          | 1.56 (0.11)                          |
| OLI63    | VR18a-Ol    | 82        | 1000                | 1.98  | 23             | Ol    | 4.12 (0.39)          | 1.44 (0.18)                 | 1.30 (0.06)                          | 1.99 (0.09)                          |
|          |             |           |                     |   |                | OPx   | 4.28 (0.60)          | 1.24 (0.23)                 | 1.67 (0.10)                          | 1.46 (0.11)                          |
| OLI65    | VR16a-Ol    | 82        | 900                 | 0.46  | 6              | Ol    | 1.85 (0.34)          | 0.52 (0.18)                 | 2.34 (0.11)                          | 3.09 (0.15)                          |
|          |             |           |                     |   |                | OPx   | 1.95 (0.37)          | 0.38 (0.17)                 | 2.16 (0.14)                          | 1.96 (0.13)                          |

<sup>a</sup> L'erreur sur la température est estimée à 50°C.

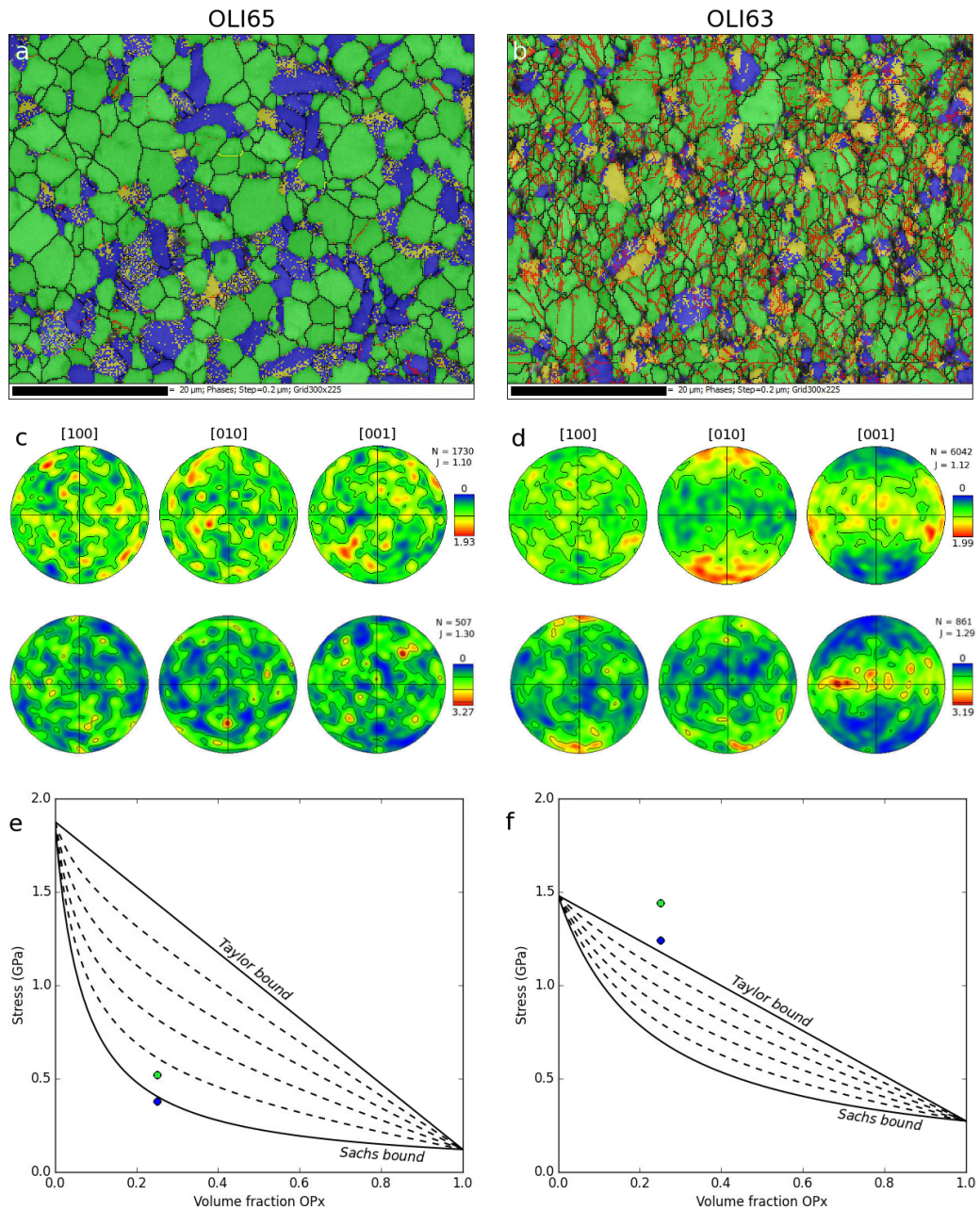
<sup>b</sup> Les erreurs sur la pression et la contrainte sont déterminées comme expliqué dans la section 5.3.1.4 du chapitre 5.

<sup>c</sup> Taille de grain déterminée en considérant la moyenne des diamètres de l'ensemble des grains. Les valeurs entre parenthèses correspondent à l'erreur-type calculée d'après la relation 5.3.

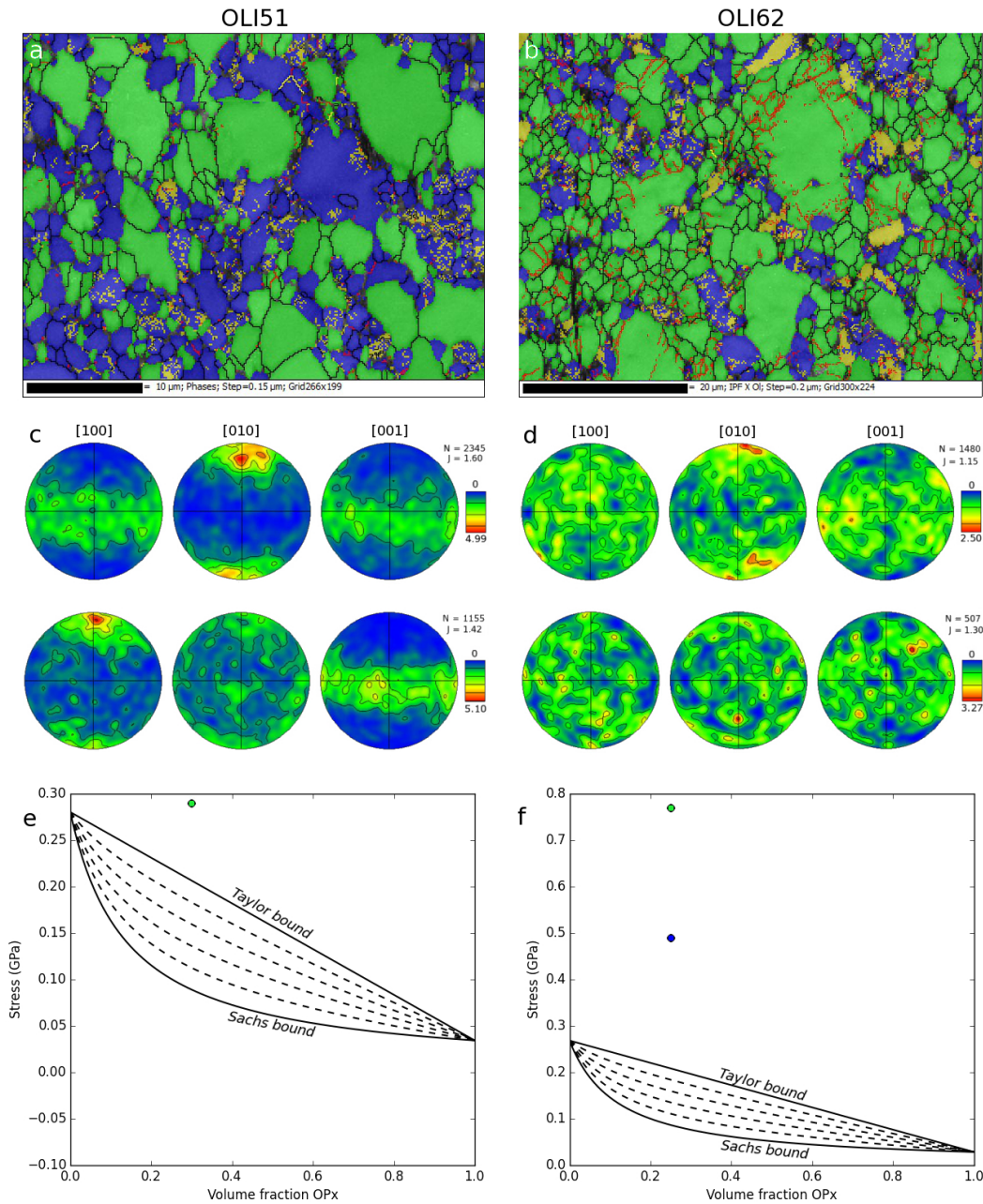
**Table 6.3** – Données mécaniques obtenues pour les échantillons biphasés.

En supposant les lois de déformation de l'olivine (régression  $r_2$ , Table 5.3 du chapitre 5) et du pyroxène (régression  $r_1$ , Table 6.2 de la section 6.1.2), l'évolution théorique de la contrainte moyenne du biphasé peut être représentée en considérant les modèles de Taylor et Sachs (Fig. 6.17 e,f et 6.18 e,f). Pour l'expérience OLI65 (Fig.6.17e), les contraintes de l'olivine et du pyroxène montrent des valeurs faibles (0.4-0.5 GPa) comparées à celles attendues si la microstructure était constituée uniquement d'olivine ( $\sim 1.7$  GPa). La contrainte moyenne du biphasé, comprise entre 0.4 et 0.5 GPa, correspond à celle prédite par le modèle de Sachs.





**Figure 6.17** – Comparaison des microstructures des échantillons biphasés après déformation pour l'expérience OLI63 (colonne de gauche) et OLI65 (colonne de droite) : **a-b.** Image des phases (vert = OI, bleu = OPx, et jaune = LCPx). Les joints de grain sont représentés en noir (désorientation > 20°) et en jaune (entre 15 et 20°), les sous-joints de grain en rouge (entre 2 et 15°) et les interphases en vert. L'échelle est représentée par la barre noire et la direction de compression est horizontale ; **c-d.** Figures de pôles selon les axes [100], [010] et [001] obtenus sur l'olivine (en haut) et le pyroxène (en bas). Le nombre de grains et le J-index sont renseignés. La direction de compression est verticale ; **e-f.** Evolution de la contrainte théorique pour un système biphasé en fonction de la teneur en pyroxène. Les courbes en traits pleins correspondent aux modèles de Sachs et Taylor. Les courbes en pointillés représentent des situations intermédiaires à ces deux modèles à 20, 40, 60 et 80 %. Les données brutes obtenues sur l'olivine et le pyroxène du biphasé sont représentées par les points vert et bleu, respectivement.



**Figure 6.18** – Comparaison des microstructures des échantillons biphasés après déformation pour l'expérience OLI51 (colonne de gauche) et OLI62 (colonne de droite) : **a-b.** Image des phases (vert = OI, bleu = OPx, et jaune = LCPx). Les joints de grain sont représentés en noir (désorientation > 20°) et en jaune (entre 15 et 20°), les sous-joints de grain en rouge (entre 2 et 15°) et les interphases en vert. L'échelle est représentée par la barre noire et la direction de compression est horizontale; **c-d.** Figures de pôles selon les axes [100], [010] et [001] obtenus sur l'olivine (en haut) et le pyroxène (en bas). Le nombre de grains et le J-index sont renseignés. La direction de compression est verticale; **e-f.** Evolution de la contrainte théorique pour un système biphasé en fonction de la teneur en pyroxène. Les courbes en traits pleins correspondent aux modèles de Sachs et Taylor. Les courbes en pointillés représentent des situations intermédiaires à ces deux modèles à 20, 40, 60 et 80 %. Les données brutes obtenues sur l'olivine et le pyroxène du biphasé sont représentées par les points vert et bleu, respectivement.



Pour l'expérience OLI63 (Fig. 6.17f), la contrainte de l'olivine dans le biphasé correspond à celle attendue pour le pôle pur. La contrainte moyenne semble proche de la valeur supposée par le modèle de Taylor. Pour les expériences OLI51 (Fig. 6.18e) et OLI62 (Fig. 6.18f), les contraintes mesurées dans le biphasé montrent des valeurs très supérieures à celles prédites par les lois des monophasés. Concernant l'expérience OLI51, la qualité des spectres de diffraction ne permet pas de mesurer la contrainte dans le pyroxène.

#### 6.3.2.4 Corrélation avec les microstructures des échantillons biphasés

Une corrélation entre les contraintes mesurées, la microstructure et la texture a été effectuée grâce aux analyses EBSD. L'échantillon de l'expérience OLI65 (microstructure de type OLIV1, voir chapitre 5, p.108) montre des grains d'olivine et de pyroxène de tailles homogènes, légèrement aplatis et contenant peu de sous-joints de grain (Fig. 6.17, colonne de gauche). Les figures de pôles associées pour les deux phases n'indiquent pas de texture forte. Ces caractéristiques supposent que le mécanisme dominant dans cette expérience est le fluage diffusion. De plus, la vitesse de déformation de OLI65, à  $4.6 \times 10^{-6} \text{s}^{-1}$ , est la plus faible de tous nos biphasés, favorable à une déformation contrôlée par la diffusion.

L'expérience OLI63 (microstructure de type OLIV2, voir chapitre 5, p.111) est très clairement différente, avec la présence de nombreux sous-joints de grain qui forment, sur certains grains, des lamelles de déformation (Fig. 6.17, colonne de droite). Les figures de pôles témoignent également de la présence d'une orientation préférentielle de réseau, avec l'alignement de l'axe  $\vec{b}$  de l'olivine et des axes  $\vec{a}$  et  $\vec{b}$  de l'orthopyroxène dans la direction de compression, compatibles avec l'activation des systèmes de glissement typiques de ces minéraux. Le biphasé de l'expérience OLI62 (microstructure de type OLIV2, voir chapitre 5, p.111) possède des caractéristiques microstructurales semblables, avec moins de sous-joints de grain mais une taille de grain hétérogène (Fig. 6.18, colonne de droite). La texture est cependant moins marquée que pour OLI63.

L'expérience OLI51 (microstructure de type OLIV4, voir chapitre 5, p.118) montre une taille de grain hétérogène pour l'olivine et le pyroxène (Fig. 6.18, colonne de gauche). La texture associée est très forte, en particulier pour l'olivine.

Ainsi, pour les expériences OLI63, OLI62 et OLI51, le fluage diffusion ne semble pas être le seul mécanisme de déformation actif à ces conditions. Une contribution de mécanismes impliquant la présence de dislocations est très probable, comme le fluage dislocation, le glissement aux joints de grain ou encore la plasticité basse température. Un tel changement de mé-

canisme permet d'expliquer la forte viscosité observée sur les biphasés de ces expériences. En effet, en extrapolant les lois de déformation des mécanismes cités ci-dessus, la contrainte calculée est beaucoup plus importante que celle prédite par les lois de fluage diffusion.

En résumé, la contrainte dans les biphasés montre un léger partitionnement, avec une contrainte estimée dans l'olivine légèrement plus élevée que celle du pyroxène. Un tel caractère est compatible avec le modèle de Sachs. La seule expérience pour laquelle les lois de déformation obtenues sur l'olivine et le pyroxène permettent de modéliser la déformation du biphasé, en considérant des contraintes égales dans tous les grains de l'agrégat, est l'expérience OLI65. Les microstructures ainsi que les textures de cet échantillon laissent supposer que le fluage diffusion est le seul mécanisme de déformation actif. Pour les autres expériences, le partitionnement des contraintes reste similaire à celui de OLI65 mais montre des valeurs plus élevées que celles attendues par les modèles. La différence est attribuée à la contribution d'autres mécanismes de déformation comme le fluage dislocation ou le glissement aux joints de grain. Une étude plus approfondie est cependant nécessaire pour avoir une estimation de cette contribution et pour des teneurs en pyroxène différentes.

## Conclusion et perspectives

L'olivine et l'orthopyroxène sont des minéraux-clés lorsque l'on s'intéresse à la déformation du manteau supérieur terrestre. Les avancées technologiques de la fin du XX<sup>ème</sup> siècle offrent maintenant la possibilité d'étudier leur comportement rhéologique aux conditions de pression et température régnant à ces profondeurs. Cette étude a permis d'obtenir des lois rhéologiques pour ces deux phases lorsque le fluage diffusion est le mécanisme de déformation dominant et d'étudier les microstructures obtenues. Au total, 16 expériences de déformation ont été réalisées dans la presse D-DIA installée sur la ligne X17B2 du synchrotron NSLS (New York), à des pressions comprises entre 2 et 6 GPa et pour des températures allant de 900 à 1200°C.

Pour cela, nous avons établi un protocole expérimental de synthèse par frittage flash et par frittage sous vide, à partir de poudres d'oxydes nanométriques. Le matériel de départ se présente sous forme d'agrégats denses composés de grains fins et de taille relativement homogène. Nous avons ainsi été à même de caractériser les échantillons avant déformation.

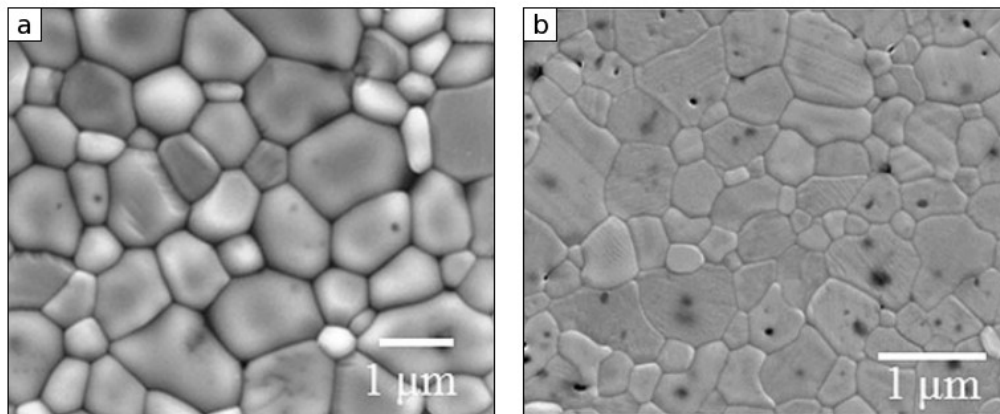
L'analyse par EBSD des microstructures obtenues sur l'olivine après déformation montre des caractéristiques variables avec des textures ou des orientations de forme plus ou moins marquées, la présence de sous-joints de grain et de lamelles de déformation sur certains échantillons. Malgré ces indices qui soulignent l'activité de différents systèmes de glissement, les données mécaniques suggèrent que le fluage diffusion reste le mécanisme qui contrôle la déformation aux conditions des expériences. La régression non-linéaire des données expérimentales conduit à une loi de fluage avec un exposant de contrainte de 1, un exposant de taille de grain de  $2.5 \pm 0.1$ , une énergie d'activation de  $272 \pm 14 \text{ kJ.mol}^{-1}$  et un volume d'activation de  $8.0 \pm 0.6 \text{ cm}^3.\text{mol}^{-1}$ .

L'analyse des microstructures obtenues sur les échantillons de pyroxène après déformation est compliquée par la présence de clinopyroxène au sein de l'orthopyroxène, résultant

de la compétition entre la transformation OPx-CPx et la déformation par fluage diffusion. On remarque des caractéristiques similaires à celles observées dans les olivines, avec des textures généralement moins marquées. De la même façon, une régression non-linéaire conduit à un exposant de contrainte de 1, un exposant de taille de grain fixé à 2, une énergie d'activation de  $236 \pm 28 \text{ kJ.mol}^{-1}$  et un volume d'activation de  $10.0 \pm 0.7 \text{ cm}^3.\text{mol}^{-1}$ .

Une étude pilote de déformation d'échantillons biphasés, avec des rapports volumiques Ol/Px de 70/30 et 80/20 a également été menée. Les résultats obtenus indiquent que la contrainte déterminée sur l'olivine et le pyroxène est en accord avec le modèle d'homogénéité de la contrainte (modèle de Sachs) lorsque l'échantillon se déforme par fluage diffusion. Dans les cas pour lesquels la microstructure révèle la présence de nombreux sous-joints de grain ou d'une texture forte, la contrainte calculée n'obéit pas aux modèles de Sachs et Taylor, avec une contrainte dans l'olivine et dans le pyroxène au sein du biphasé supérieure à la contrainte estimée pour les pôles purs. Dans ce cas, la contribution d'un autre mécanisme de déformation est envisagée.

Par ailleurs, une expérience de déformation réalisée à température ambiante et pour des pressions allant de 3.5 à 6.8 GPa sur la presse D-DIA installée sur la ligne ID06 du synchrotron ESRF (Grenoble) a permis de contraindre l'effet de la pression sur les mécanismes de plasticité basse température de l'olivine.

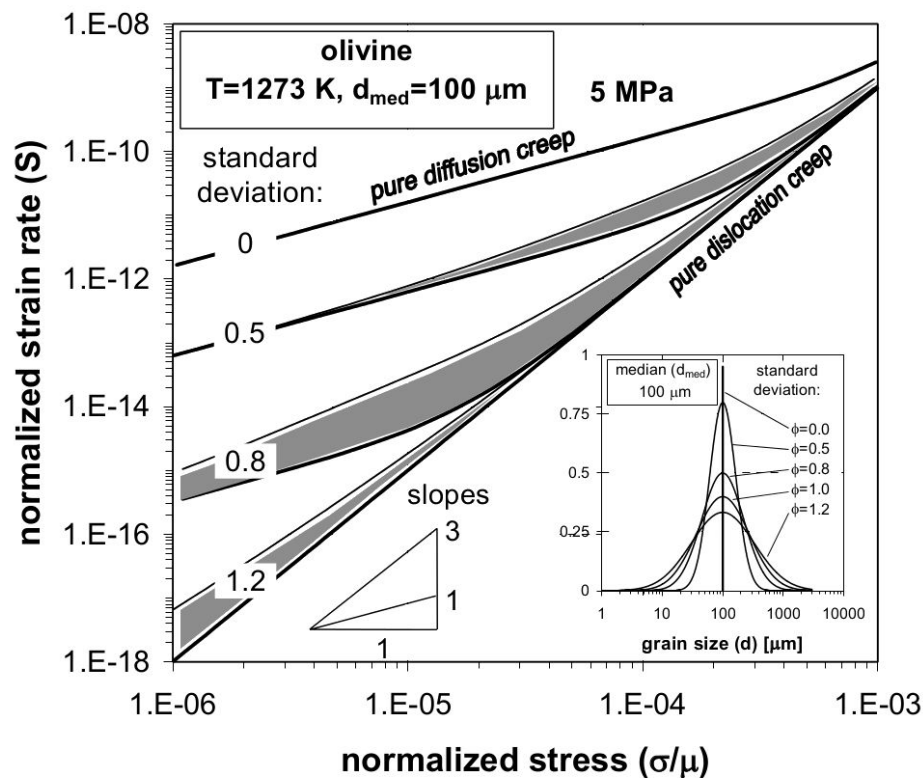


**Figure C.1** – Microstructures d'agrégats frittés sous vide : a. olivine frittée à 1240°C pendant 2 h ; b. enstatite frittée à 1310°C pendant 2 h (d'après Koizumi *et al.* (2010)).

Au-delà des résultats, il découle également d'un travail de thèse, des perspectives à plus ou moins long terme. Concernant l'étape de synthèse minérale par frittage sous vide, des efforts restent à fournir afin d'améliorer la qualité des échantillons de départ (moins de porosité) et d'avoir un meilleur contrôle de la taille de grain pour les expériences de déformation. Une telle amélioration se fera certainement par un protocole de synthèse des poudres plus adapté, afin d'obtenir des résultats similaires à ceux de Koizumi *et al.* (2010); Tasaka *et al.*

(2013a,b); Nishihara *et al.* (2014) (Fig.C.1).

La détermination de la taille de grain moyenne d'un agrégat après déformation (Eq. 5.1), réalisée à partir des données EBSD, reste une méthode approximative, peu sensible aux hétérogénéités dans la distribution de la taille de grain. Dans le cadre d'une déformation par fluage diffusion, ce paramètre est très sensible pour l'obtention d'une loi rhéologique précise. En particulier, la distribution de la taille de grain d'un agrégat peut avoir un impact sur la réponse mécanique de celui-ci (Heege, 2002) comme on peut l'observer sur la figure C.2. Une modélisation EPSC ("Elasto-plastic self consistent modelling") capable d'interpréter les hétérogénéités des contraintes sur différents plans cristallographiques permettra également de raffiner les données mécaniques et avoir une meilleure détermination de la contrainte macroscopique subie par l'échantillon.



**Figure C.2** – Effet de la distribution de la taille des grains, pour des distributions de taille de grain plus ou moins resserrées autour de la valeur médiane (représentées dans l'encadré et repérées par la valeur de la déviation standard) sur la carte des mécanismes d'une olivine hydratée de taille moyenne de  $100 \mu\text{m}$ , à  $1000^\circ\text{C}$  (d'après Heege (2002)). Les lois de déformation pour le fluage diffusion et le fluage dislocation sont tirées de l'étude de Karato *et al.* (1986). Les courbes épaisses correspondent au calcul de la vitesse de déformation lorsque l'on se place en conditions de Reuss et les courbes fines, en conditions de Voigt.

En complément des analyses EBSD, une étude de microscopie électronique en transmission est nécessaire pour caractériser les dislocations au sein des échantillons. Leur étude

permettra de clarifier la contribution d'autres mécanismes de déformation impliquant la nucléation et le transport des dislocations comme le fluage dislocation, la plasticité basse température ou encore le glissement aux joints de grain.

L'estimation de la teneur en eau des échantillons après déformation mérite également d'être approfondie afin de vérifier les résultats préliminaires obtenus sur une olivine et un pyroxène d'une seule expérience.

Enfin, une modélisation VPSC ("Viscoplastic self consistent modelling") peut s'avérer utile afin de relier les informations sur les faibles textures obtenues sur les échantillons déformés et ainsi déterminer les systèmes de glissement actifs lors des expériences.







# Table des matières

|   |            |
|---|------------|
| <b>Liste des figures</b>                              | <b>xv</b>  |
| <b>Liste des tables</b>                               | <b>xxi</b> |
| <b>Introduction</b>                                   | <b>1</b>   |
| <b>1 La rhéologie du manteau</b>                      | <b>5</b>   |
| 1.1 Minéralogie du manteau terrestre . . . . .        | 7          |
| 1.2 Les mécanismes de déformation . . . . .           | 9          |
| 1.3 Olivine . . . . .                                 | 16         |
| 1.4 Orthopyroxène . . . . .                           | 23         |
| <b>2 Techniques</b>                                   | <b>31</b>  |
| 2.1 Techniques expérimentales . . . . .               | 33         |
| 2.2 Techniques analytiques . . . . .                  | 42         |
| <b>3 Synthèse des échantillons</b>                    | <b>57</b>  |
| 3.1 Matériel de départ . . . . .                      | 59         |
| 3.2 Synthèses minérales . . . . .                     | 60         |
| 3.3 Frittage . . . . .                                | 61         |
| <b>4 Déformation de l'olivine à basse température</b> | <b>77</b>  |

|          |   |            |
|----------|---|------------|
| 4.1      | Résumé de l'article . . . . .                               | 79         |
| 4.2      | Abstract . . . . .  | 82         |
| 4.3      | Introduction . . . . .                                      | 82         |
| 4.4      | Experimental procedure . . . . .                            | 84         |
| 4.5      | Results . . . . .   | 89         |
| 4.6      | Discussion . . . . .  | 92         |
| <b>5</b> | <b>Rhéologie de l'olivine</b>                               | <b>103</b> |
| 5.1      | Introduction . . . . .                                      | 105        |
| 5.2      | Microstructures . . . . .                                   | 106        |
| 5.3      | Données mécaniques . . . . .                                | 122        |
| 5.4      | Comparaison et cartes des mécanismes . . . . .              | 135        |
| <b>6</b> | <b>Rhéologie de l'orthopyroxène et d'un système biphasé</b> | <b>145</b> |
| 6.1      | Déformation de l'orthopyroxène . . . . .                    | 147        |
| 6.2      | Olivine <i>vs.</i> Orthopyroxène . . . . .                  | 162        |
| 6.3      | Rhéologie d'un système biphasé . . . . .                    | 164        |
|          | <b>Conclusion et perspectives</b>                           | <b>175</b> |
|          | <b>Table des matières</b>                                   | <b>181</b> |
|          | <b>Index</b>  | <b>183</b> |
|          | <b>Acronymes et abréviations</b>                            | <b>185</b> |
|          | <b>Annexes</b>  | <b>187</b> |
| <b>A</b> | <b>Tables et figures</b>                                    | <b>189</b> |
| <b>B</b> | <b>Paramètres élastiques des minéraux utilisés</b>          | <b>275</b> |
|          | <b>Références bibliographiques</b>                          | <b>281</b> |

# Index

- AL049, 37  
AL711, 68  
AL713, 155  
AM067, 131  
AN054, 63–65, 69, 199  
AN055, 63–65, 69, 79, 84, 114, 117, 199, 201  
AN056, 203  
AN286, 63–65, 199  
AN367, 203  
AN368, 67, 107, 117, 132, 168, 203, 269  
AN369, 67, 203, 269
- OL5, 49, 79, 85, 199  
OLI37, 199, 202  
OLI38, 199, 202  
OLI39, 199, 202  
OLI40, 199, 202  
OLI41, 130, 131, 133, 199, 202–206, 265, 269  
OLI42, 199, 202  
OLI43, 128, 153–155, 199, 202–204, 207–209, 267, 271  
OLI44, 199, 202  
OLI45, 41, 117–120, 199, 202, 203, 241, 265, 269  
OLI47, 114, 115, 150, 152, 199, 202–204, 242, 243, 265, 267, 269, 271  
OLI48, 41, 53, 117, 119, 120, 149, 199, 202–204, 244, 245, 265, 267, 269, 271  
OLI49, 51, 107, 146, 147, 153, 154, 199, 202–204, 246, 247, 265, 267, 269, 271  
OLI50, 199, 202  
OLI51, 117, 128, 132, 149, 153, 168, 170, 171, 199, 202, 203, 210–212, 248, 249, 265, 267, 269, 271  
OLI52, 199, 202  
OLI56, 53, 114, 116, 122, 128, 130, 131, 147, 153, 155, 200, 202–204, 213–216, 250, 251, 265, 267, 270, 271  
OLI57, 112, 128, 131, 150–155, 200, 202–204, 217–220, 252, 253, 265, 267, 270, 271  
OLI59, 114, 128, 131, 150, 153, 155, 200, 202–204, 221–223, 254, 255, 266, 268, 270, 272  
OLI60, 107, 131, 148, 149, 153–155, 200, 202–204, 256, 257, 266, 268, 270, 272  
OLI61, 105, 106, 199, 202  
OLI62, 109, 110, 113, 122, 128, 129, 131, 132, 134, 162, 168, 170, 171, 200, 202–204, 224–228, 258, 259, 266, 268, 270, 272  
OLI63, 71, 109–111, 114, 122, 123, 125, 126, 128, 129, 131–133, 162–164, 168, 169, 171, 200, 202–204, 229–233, 260, 261, 266, 268, 270, 272  
OLI64, 71, 107, 122, 128, 130, 131, 134, 200, 202, 203, 234–236, 262  
OLI65, 53, 107–109, 122, 128, 129, 132, 134, 150, 155, 158, 168, 169, 171, 200, 202–204, 237–240, 263, 264, 266, 268, 270, 272
- VR11b-Px, 71–74, 155  
VR12a-Ol, 107, 109, 114, 131, 201  
VR16a-Ol, 74, 107, 132, 168, 201, 203, 269  
VR18a-Ol, 109, 132, 168, 201  
VR19b-Ol, 71–74  
VRa12d-Px, 155  
VRb15a-Ol, 70, 72–74, 107, 109, 131



# Acronymes et abréviations

|                |       |  |
|----------------|-------|--|
| <b>ATG</b>     | ..... | Analyse thermogravimétrique              |
| <b>BE</b>      | ..... | Epoxy de bore                            |
| <b>BET</b>     | ..... | Brunauer-Emmett-Teller                   |
| <b>CPx</b>     | ..... | Clinopyroxène                            |
| <b>DAC</b>     | ..... | Diamond anvil cell                       |
| <b>Dis-GBS</b> | ..... | Dislocation grain boundary sliding       |
| <b>EBSD</b>    | ..... | Electron backscatter diffraction         |
| <b>EDS</b>     | ..... | Energy-dispersive detector               |
| <b>EPSC</b>    | ..... | Elasto-plastic self consistent modelling |
| <b>ESRF</b>    | ..... | European Synchrotron Radiation Facility  |
| <b>FEG</b>     | ..... | Field emission gun                       |
| <b>FSD</b>     | ..... | Forward scatter detector                 |
| <b>GBS</b>     | ..... | Grain boundary sliding                   |
| <b>GHW</b>     | ..... | Gaussian half-width                      |
| <b>ICP</b>     | ..... | Inductively coupled plasma               |
| <b>IW</b>      | ..... | Iron-wüstite                             |
| <b>LBF</b>     | ..... | Load-bearing framework                   |
| <b>LCPx</b>    | ..... | Low-clinopyroxène                        |
| <b>MEB</b>     | ..... | Microscope électronique à balayage       |
| <b>MUD</b>     | ..... | Multiple of uniform distribution         |
| <b>NSLS</b>    | ..... | National Synchrotron Light Source        |

|                        |   |
|------------------------|---|
| <b>ODF</b>             | Orientation distribution function       |
| <b>OES</b>             | Optical emission spectrometry           |
| <b>OI</b>              | Olivine                                 |
| <b>OPF</b>             | Orientation préférentielle de forme     |
| <b>OPR</b>             | Orientation préférentielle de réseau    |
| <b>OPx</b>             | Orthopyroxène                           |
| <b>PNF<sup>2</sup></b> | Plateforme nationale de frittage flash  |
| <b>PREM</b>            | Preliminary reference Earth model       |
| <b>Px</b>              | Pyroxène                                |
| <b>RDA</b>             | Rotational Drickamer apparatus          |
| <b>SEM</b>             | Scanning electron microscope            |
| <b>SPS</b>             | Spark plasma sintering                  |
| <b>VPSC</b>            | Visco-plastic self consistent modelling |
| <b>YAG</b>             | Yttrium aluminium grenat                |



# Annexes



Annexe **A**

Tables et figures



# Liste des figures de l'annexe

|      |  |     |
|------|--|-----|
| A.1  | Abaque de la fugacité en oxygène pour le mélange gazeux Ar/H <sub>2</sub> /H <sub>2</sub> O. . . . . | 197 |
| A.2  | Abaque de la fugacité en oxygène pour le mélange gazeux CO/CO <sub>2</sub> . . . . .                 | 198 |
| A.3  | Convention des angles d'Euler et code-couleur. . . . .   | 199 |
| A.4  | Images MEB des échantillons d'olivine et biphasés après frittage. . . . .                            | 203 |
| A.5  | Observation au microscope optique des assemblages après déformation. . . . .                         | 206 |
| A.6  | Résultats de l'expérience OLI41. . . . .   | 207 |
| A.7  | Résultats obtenus sur l'olivine de l'expérience OLI41. . . . .                                       | 208 |
| A.8  | Résultats de l'expérience OLI43. . . . .   | 209 |
| A.9  | Résultats obtenus sur le pyroxène de l'expérience OLI43. . . . .                                     | 210 |
| A.10 | Résultats obtenus sur l'alumine de l'expérience OLI43. . . . .                                       | 211 |
| A.11 | Résultats de l'expérience OLI51. . . . .   | 212 |
| A.12 | Résultats obtenus sur l'olivine de l'échantillon biphasé de l'expérience OLI51. . . . .              | 213 |
| A.13 | Résultats obtenus sur un piston d'alumine de l'expérience OLI51. . . . .                             | 214 |
| A.14 | Résultats de l'expérience OLI56. . . . .   | 215 |
| A.15 | Résultats obtenus sur l'olivine de l'expérience OLI56. . . . .                                       | 216 |
| A.16 | Résultats obtenus sur le pyroxène de l'expérience OLI56. . . . .                                     | 217 |
| A.17 | Résultats obtenus sur un piston d'alumine de l'expérience OLI56. . . . .                             | 218 |

|  |     |
|--|-----|
| A.18 Résultats de l'expérience OLI57. . . . .  | 219 |
| A.19 Résultats obtenus sur l'olivine de l'expérience OLI57. . . . .                            | 220 |
| A.20 Résultats obtenus sur le pyroxène de l'expérience OLI57. . . . .                          | 221 |
| A.21 Résultats obtenus sur un piston d'alumine de l'expérience OLI57. . . . .                  | 222 |
| A.22 Résultats de l'expérience OLI59. . . . .  | 223 |
| A.23 Résultats obtenus sur l'olivine de l'expérience OLI59. . . . .                            | 224 |
| A.24 Résultats obtenus sur le pyroxène de l'expérience OLI59. . . . .                          | 225 |
| A.25 Résultats de l'expérience OLI62. . . . .  | 226 |
| A.26 Résultats obtenus sur l'olivine de l'expérience OLI62. . . . .                            | 227 |
| A.27 Résultats obtenus sur l'olivine de l'échantillon biphasé de l'expérience OLI62. . . . .   | 228 |
| A.28 Résultats obtenus sur le pyroxène de l'échantillon biphasé de l'expérience OLI62. . . . . | 229 |
| A.29 Résultats obtenus sur un piston d'alumine de l'expérience OLI62. . . . .                  | 230 |
| A.30 Résultats de l'expérience OLI63. . . . .  | 231 |
| A.31 Résultats obtenus sur l'olivine de l'expérience OLI63. . . . .                            | 232 |
| A.32 Résultats obtenus sur l'olivine de l'échantillon biphasé de l'expérience OLI63. . . . .   | 233 |
| A.33 Résultats obtenus sur le pyroxène de l'échantillon biphasé de l'expérience OLI63. . . . . | 234 |
| A.34 Résultats obtenus sur un piston d'alumine de l'expérience OLI63. . . . .                  | 235 |
| A.35 Résultats de l'expérience OLI64. . . . .  | 236 |
| A.36 Résultats obtenus sur l'olivine de l'expérience OLI64. . . . .                            | 237 |
| A.37 Résultats obtenus sur un piston d'alumine de l'expérience OLI64. . . . .                  | 238 |
| A.38 Résultats de l'expérience OLI65. . . . .  | 239 |
| A.39 Résultats obtenus sur l'olivine de l'échantillon biphasé de l'expérience OLI65. . . . .   | 240 |
| A.40 Résultats obtenus sur le pyroxène de l'échantillon biphasé de l'expérience OLI65. . . . . | 241 |
| A.41 Résultats obtenus sur un piston d'alumine de l'expérience OLI65. . . . .                  | 242 |

|  |     |
|--|-----|
| A.42 Analyse de l'échantillon d'olivine de l'expérience de déformation OLI45 . . . . | 243 |
| A.43 Analyse de l'échantillon d'olivine de l'expérience de déformation OLI47 . . . . | 244 |
| A.44 Analyse de l'échantillon de pyroxène de l'expérience de déformation OLI47 . .   | 245 |
| A.45 Analyse de l'échantillon d'olivine de l'expérience de déformation OLI48 . . . . | 246 |
| A.46 Analyse de l'échantillon de pyroxène de l'expérience de déformation OLI48 . .   | 247 |
| A.47 Analyse de l'échantillon biphasé de l'expérience de déformation OLI49 . . . .   | 248 |
| A.48 Analyse de l'échantillon de pyroxène de l'expérience de déformation OLI49 . .   | 249 |
| A.49 Analyse de l'échantillon biphasé de l'expérience de déformation OLI51 . . . .   | 250 |
| A.50 Analyse de l'échantillon de pyroxène de l'expérience de déformation OLI51 . .   | 251 |
| A.51 Analyse de l'échantillon d'olivine de l'expérience de déformation OLI56 . . . . | 252 |
| A.52 Analyse de l'échantillon de pyroxène de l'expérience de déformation OLI56 . .   | 253 |
| A.53 Analyse de l'échantillon d'olivine de l'expérience de déformation OLI57 . . . . | 254 |
| A.54 Analyse de l'échantillon de pyroxène de l'expérience de déformation OLI57 . .   | 255 |
| A.55 Analyse de l'échantillon d'olivine de l'expérience de déformation OLI59 . . . . | 256 |
| A.56 Analyse de l'échantillon de pyroxène de l'expérience de déformation OLI59 . .   | 257 |
| A.57 Analyse de l'échantillon d'olivine de l'expérience de déformation OLI60 . . . . | 258 |
| A.58 Analyse de l'échantillon de pyroxène de l'expérience de déformation OLI60 . .   | 259 |
| A.59 Analyse de l'échantillon d'olivine de l'expérience de déformation OLI62 . . . . | 260 |
| A.60 Analyse de l'échantillon biphasé de l'expérience de déformation OLI62 . . . .   | 261 |
| A.61 Analyse de l'échantillon d'olivine de l'expérience de déformation OLI63 . . . . | 262 |
| A.62 Analyse de l'échantillon biphasé de l'expérience de déformation OLI63 . . . .   | 263 |
| A.63 Analyse de l'échantillon d'olivine de l'expérience de déformation OLI64 . . . . | 264 |
| A.64 Analyse de l'échantillon biphasé de l'expérience de déformation OLI65 . . . .   | 265 |
| A.65 Analyse de l'échantillon de pyroxène de l'expérience de déformation OLI65 . .   | 266 |

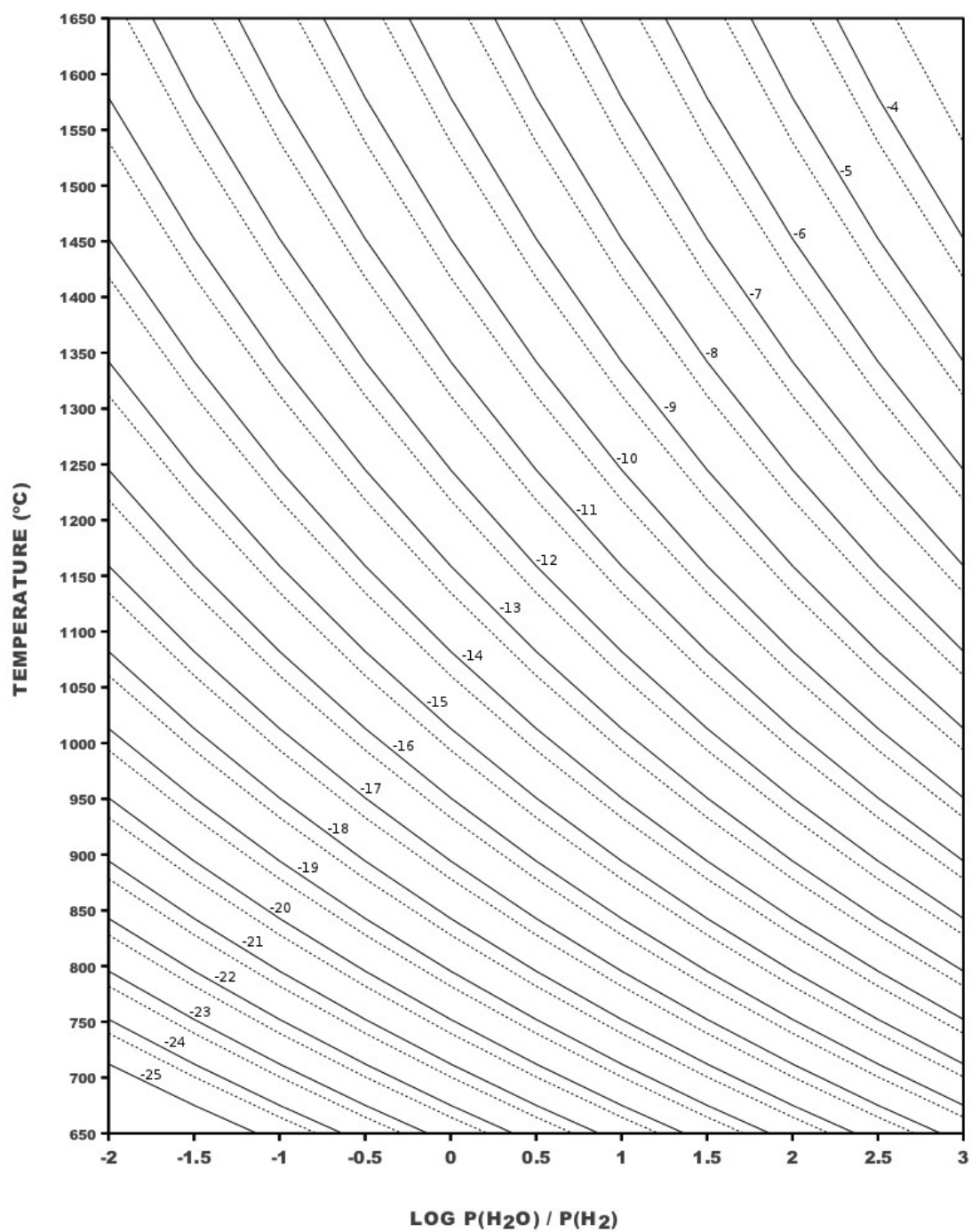


|   |     |
|---|-----|
| A.66 Figures de pôles de l'olivine obtenues sur les olivines et les biphasés (Ol) déformés. . . . .           | 267 |
| A.67 Figures de pôles de l'olivine obtenues sur les olivines et les biphasés (Ol) déformés (suite). . . . .   | 268 |
| A.68 Figures de pôles du pyroxène obtenues sur les pyroxènes et les biphasés (Px) déformés. . . . .           | 269 |
| A.69 Figures de pôles du pyroxène obtenues sur les pyroxènes et les biphasés (Px) déformés (suite). . . . .   | 270 |
| A.70 Profils de désorientation non corrélée obtenus sur l'olivine et les biphasés (Ol). . . . .               | 271 |
| A.71 Profils de désorientation non corrélée obtenus sur l'olivine et les biphasés (Ol) (suite). . . . .       | 272 |
| A.72 Profils de désorientation non corrélée obtenus sur l'orthopyroxène et les biphasés (Px). . . . .         | 273 |
| A.73 Profils de désorientation non corrélée obtenus sur l'orthopyroxène et les biphasés (Px) (suite). . . . . | 274 |

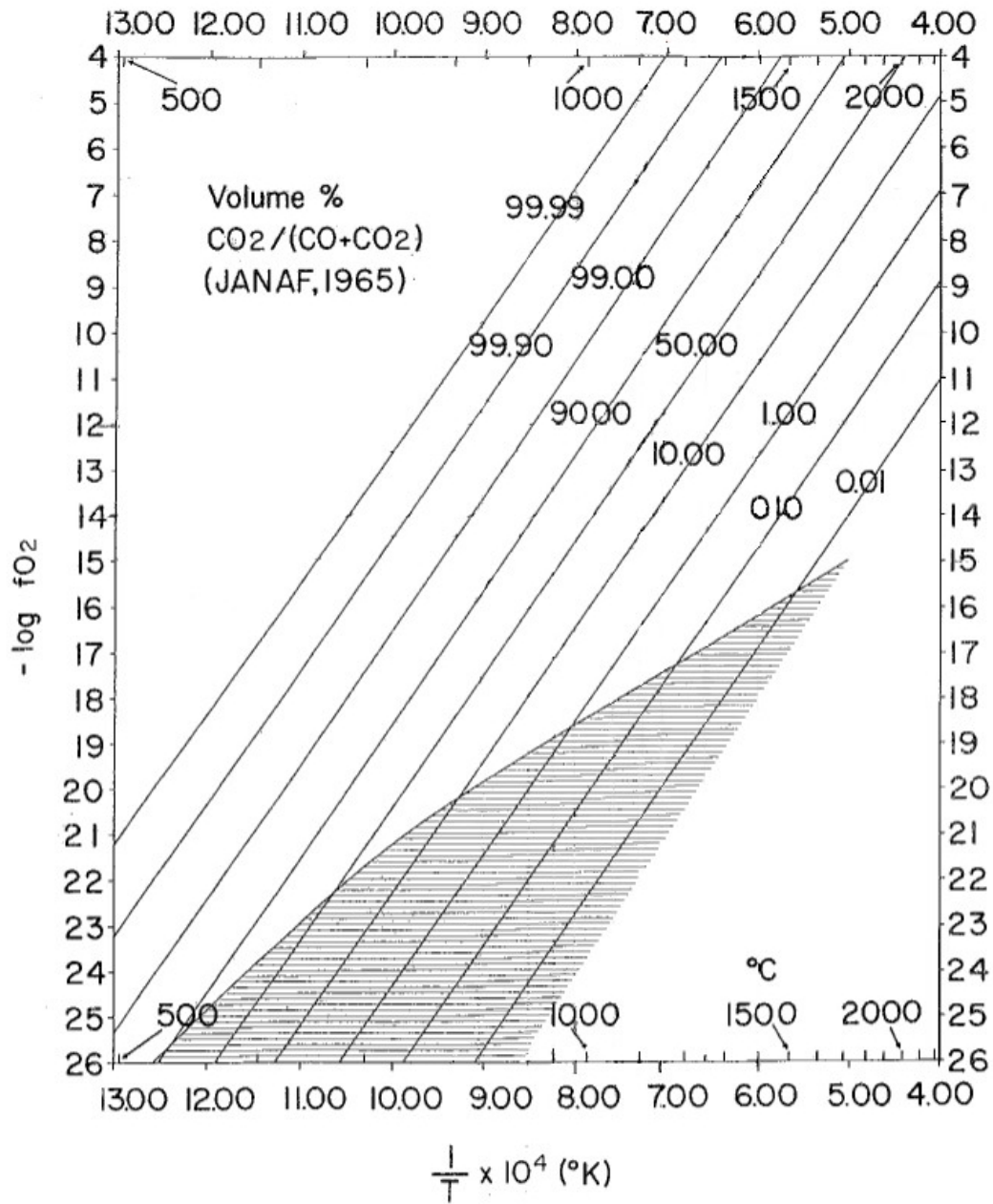
# Liste des tables de l'annexe

|     |  |     |
|-----|--|-----|
| A.1 | Résumé des expériences de synthèse. . . . .                                    | 200 |
| A.2 | Résumé des expériences de frittage flash (SPS). . . . .                        | 201 |
| A.3 | Résumé des expériences de frittage sous vide recuit à une atmosphère. . . . .  | 202 |
| A.4 | Résumé des expériences de déformation HT (NSLS). . . . .                       | 204 |
| A.5 | Résumé des observations EBSD sur les échantillons frittés et déformés. . . . . | 205 |





**Figure A.1** – Abaque de la fugacité en oxygène en fonction de la température et du rapport entre  $P(\text{H}_2\text{O})$  et  $P(\text{H}_2)$ . Les lignes en pointillés correspondent à  $5 \times 10^n$  avec  $n$ , la valeur indiquée par la ligne continue sous-jacente.



**Figure A.2** – Abaque de la fugacité en oxygène en fonction de la température et du pourcentage volumique de CO<sub>2</sub> dans le mélange gazeux.

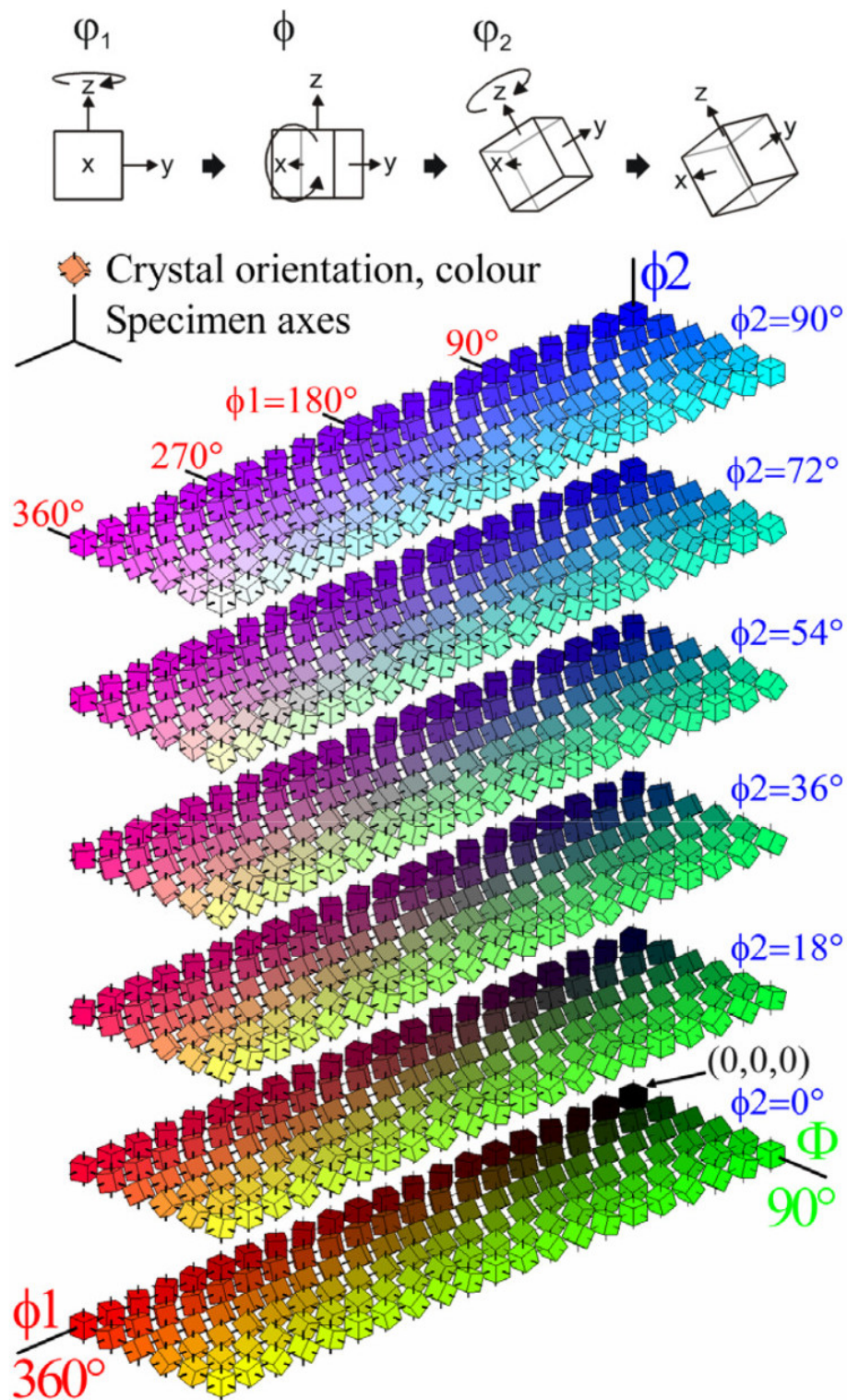


Figure A.3 – Convention des angles d'Euler  $\phi_1$ ,  $\Phi$  et  $\phi_2$  et code-couleur utilisé par le logiciel AZtechKL.



| Name                      | Date                      | Composition modale       |           |                                  |                    |                     | Conditions de synthèse |          |                       |                                     |                      |         |           | Compo recalculé avec nouvelles ATG (%vol) |
|---------------------------|---------------------------|--------------------------|-----------|----------------------------------|--------------------|---------------------|------------------------|----------|-----------------------|-------------------------------------|----------------------|---------|-----------|---|
|                           |                           | m SiO <sub>2</sub>       | m MgO     | m Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | %vol OI            | %vol Px             | T °C                   | t (h)    | fO <sub>2</sub> (atm) | contrôle FO <sub>2</sub>            | mi                   | mf      | Perte (%) |   |
| Fa <sub>100</sub> -p1     | Fa100-p1b                 | 10/08/11                 | 0.7412    | 0                                | 1.59212            | 100                 | 0                      | 900      | 2                     | 10 <sup>13</sup>                    | CO / CO <sub>2</sub> | 0.81285 | 0.7256    | 10.73                                     |
|                           | Fa100-p1c                 | 10/08/11                 |           |                                  |                    |                     |                        | 900      | 2                     | 10 <sup>13</sup>                    | CO / CO <sub>2</sub> | 0.64644 | 0.63463   | 1.83                                      |
| Fo <sub>90</sub> -90En-p1 | Fo <sub>90</sub> En-p1a1  | 11/01/12                 | 1.3111    | 1.4124                           | 0.27647            | 90                  | 10                     | 950      | 2                     | 10 <sup>14</sup> - 10 <sup>15</sup> | CO / CO <sub>2</sub> | 1.01365 | 0.79298   | 21.77                                     |
|                           | Fo <sub>90</sub> En-p1a2  | 12/01/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>15.7</sup>                  | CO / CO <sub>2</sub> | 0.68285 | 0.65592   | 3.94                                      |
|                           | Fo <sub>90</sub> En-p1a3  | 30/01/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>15.7</sup>                  | CO / CO <sub>2</sub> | 0.54608 | 0.52016   | 4.75                                      |
|                           | Fo <sub>90</sub> En-p1b1  | 11/01/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 1050     | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | CO / CO <sub>2</sub> | 1.04214 | 0.82431   | 20.90                                     |
|                           | Fo <sub>90</sub> En-p1b2  | 15/01/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 1050     | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | CO / CO <sub>2</sub> | 0.72902 | 0.71131   | 2.43                                      |
|                           | Fo <sub>90</sub> En-p1b3  | 01/02/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 1050     | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | CO / CO <sub>2</sub> | 0.61275 | 0.59165   | 3.44                                      |
|                           | Fo <sub>90</sub> En-p1c1  | 15/01/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 1150     | 2                     | 10 <sup>12.4</sup>                  | CO / CO <sub>2</sub> | 1.12585 | 0.8773    | 22.08                                     |
|                           | Fo <sub>90</sub> En-p1c2  | 17/01/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 1150     | 2                     | 10 <sup>12.4</sup>                  | CO / CO <sub>2</sub> | 0.79004 | 0.73431   | 7.05                                      |
|                           | Fo <sub>90</sub> En-p1c3  | 06/02/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 1150     | 2                     | 10 <sup>12.4</sup>                  | CO / CO <sub>2</sub> | 0.65401 | 0.6439    | 1.55                                      |
|                           | Fo <sub>90</sub> -90En-p2 | Fo <sub>90</sub> En-p2a1 |           |                                  |                    |                     |                        | 22/02/12 | 0.4064                | 0.4965                              | 0.0972               | 90      | 10        | 950                                       |
| Fo <sub>90</sub> En-p2a2  |                           | 28/02/12                 | 950       | 2                                | 10 <sup>15.7</sup> | Ar/H <sub>2</sub> O | 0.42707                | 0.41633  |                       |                                     |                      |         |           | 2.51                                      |
| Fo <sub>90</sub> -90En-p3 | Fo <sub>90</sub> En-p3a1  | 11/02/12                 | 0.8741    | 0.9416                           | 0.1843             | 90                  | 10                     | 950      | 2                     | 10 <sup>15.5</sup>                  | Ar/H <sub>2</sub> O  | 0.87289 | 0.59991   | 31.27                                     |
|                           | Fo <sub>90</sub> En-p3a2  | 22/02/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>15.5</sup>                  | Ar/H <sub>2</sub> O  | 0.48875 | 0.47468   | 2.88                                      |
| Fa <sub>100</sub> -p2     | Fa100-p2a1                | 09/02/12                 | 0.7028    | 0                                | 1.5935             | 100                 | 0                      | 950      | 2                     | 10 <sup>15.7</sup>                  | CO / CO <sub>2</sub> | 0.47766 | 0.40479   | 15.26                                     |
|                           | Fa100-p2a2                | 21/02/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 3                     | 10 <sup>15.7</sup>                  | CO / CO <sub>2</sub> | 0.3295  | 0.32104   | 2.57                                      |
|                           | Fa100-p2b1                | 05/03/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>16</sup>                    | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.22423 | 1.09704   | 10.39                                     |
|                           | Fa100-p2b2                | 07/03/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>16</sup>                    | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.05936 | 1.0247    | 3.27                                      |
| En <sub>95</sub> -95Fo-p1 | En <sub>95</sub> Fo-p1a1  | 23/02/12                 | 1.7490    | 1.0462                           | 0.2048             | 5                   | 95                     | 950      | 2                     | 10 <sup>15.5</sup>                  | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.0799  | 0.80017   | 25.90                                     |
|                           | En <sub>95</sub> Fo-p1a2  | 27/02/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>15.7</sup>                  | Ar/H <sub>2</sub> O  | 0.78085 | 0.7722    | 1.11                                      |
|                           | En <sub>95</sub> Fo-p1b1  | 11/09/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>15.7</sup>                  | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.2106  | 0.8926    | 26.27                                     |
|                           | En <sub>95</sub> Fo-p1b2  | 13/09/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 1000     | 2                     | 10 <sup>14.8</sup>                  | Ar/H <sub>2</sub> O  | 0.7978  | 0.737     | 7.62                                      |
| Fo <sub>95</sub> -95En-p1 | Fo <sub>95</sub> En-p1a1  | 06/03/12                 | 2.5716    | 2.8672                           | 0.5612             | 95                  | 5                      | 950      | 2                     | 10 <sup>15.7</sup>                  | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.31528 | 0.95268   | 27.57                                     |
|                           | Fo <sub>95</sub> En-p1a2  | 08/03/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>15.7</sup>                  | Ar/H <sub>2</sub> O  | 0.94737 | 0.9204    | 2.85                                      |
|                           | Fo <sub>95</sub> En-p1b1  | 12/09/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>15.5</sup>                  | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.598   | 0.887     | 44.49                                     |
|                           | Fo <sub>95</sub> En-p1b2  | 17/09/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>15.5</sup>                  | Ar/H <sub>2</sub> O  | 0.856   | 0.833     | 2.69                                      |
|                           | Fo <sub>95</sub> En-p1c1  | 19/09/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>15.5</sup>                  | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.648   | 1.252     | 24.03                                     |
|                           | Fo <sub>95</sub> En-p1c2  | 21/09/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>15.5</sup>                  | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.232   | 1.209     | 1.87                                      |
|                           | Fo <sub>95</sub> En-p1d1  | 18/02/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>15</sup>                    | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.605   | 1.186     | 26.11                                     |
|                           | Fo <sub>95</sub> En-p1d2  | 19/02/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>15</sup>                    | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.188   | 1.159     | 0.77                                      |
| En <sub>95</sub> -95Fo-p2 | En <sub>95</sub> Fo-p2a1  | 25/09/12                 | 1.7448    | 1.0468                           | 0.2047             | 5                   | 95                     | 1000     | 3                     | 10 <sup>14.5</sup>                  | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.336   | 1.13      | 15.42                                     |
|                           | En <sub>95</sub> Fo-p2a2  | 26/09/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 1000     | 3                     | 10 <sup>14.5</sup>                  | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.12    | 1.11      | 0.89                                      |
|                           | En <sub>95</sub> Fo-p2b1  | 08/11/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>15.7</sup>                  | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.492   | 1.252     | 16.09                                     |
|                           | En <sub>95</sub> Fo-p2b2  | 09/11/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>15.7</sup>                  | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.233   | 1.219     | 1.14                                      |
|                           | En <sub>95</sub> Fo-p2c1  | 13/11/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>15.7</sup>                  | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.21    | 1.017     | 15.95                                     |
|                           | En <sub>95</sub> Fo-p2c2  | 14/11/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>15.7</sup>                  | Ar/H <sub>2</sub> O  | 0.99    | 0.984     | 0.61                                      |
|                           | En <sub>95</sub> Fo-p2d1  | 22/11/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>15.7</sup>                  | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.23    | 1.0859    | 11.72                                     |
|                           | En <sub>95</sub> Fo-p2d2  | 28/11/12                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>15.7</sup>                  | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.07    | 1.0595    | 0.98                                      |
| En <sub>95</sub> -95Fo-p3 | En <sub>95</sub> Fo-p3a1  | 15/01/13                 | 3.4973    | 2.0932                           | 0.41013            | 5                   | 95                     | 1000     | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | CO / CO <sub>2</sub> | 1.6376  | 1.346     | 17.81                                     |
|                           | En <sub>95</sub> Fo-p3a2  | 16/01/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 1000     | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | CO / CO <sub>2</sub> | 1.2497  | 1.2426    | 0.57                                      |
|                           | En <sub>95</sub> Fo-p3b1  | 22/01/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>15.7</sup>                  | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.315   | 1.084     | 17.57                                     |
|                           | En <sub>95</sub> Fo-p3b2  | 24/01/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>15.7</sup>                  | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.074   | 1.063     | 1.02                                      |
| En <sub>95</sub> -p1      | En <sub>95</sub> -p1a1    | 18/02/13                 | 1.7745    | 1.025                            | 0.2005             | 0                   | 100                    | 1000     | 4                     | 10 <sup>14</sup>                    | CO / CO <sub>2</sub> | 1.786   | 1.468     | 17.81                                     |
|                           | En <sub>95</sub> -p1a2    | 18/02/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 1100     | 4                     | 10 <sup>15</sup>                    | CO / CO <sub>2</sub> | 1.464   | 1.45      | 0.96                                      |
|                           | En <sub>95</sub> -p1b1    | 02/05/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 1000     | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.425   | 1.168     | 18.04                                     |
|                           | En <sub>95</sub> -p1b2    | 03/05/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 1000     | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.156   | 1.1335    | 1.95                                      |
| En <sub>95</sub> -95Fo-p4 | En <sub>95</sub> Fo-p4a1  | 22/05/13                 | 3.3651    | 2.2038                           | 0.431              | 5                   | 95                     | 1000     | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.274   | 0.9183    | 27.92                                     |
|                           | En <sub>95</sub> Fo-p4a2  | 23/05/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 1000     | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | Ar/H <sub>2</sub> O  | 0.88    | 0.874     | 0.68                                      |
| Fo <sub>95</sub> -95En-p2 | Fo <sub>95</sub> En-p2a1  | 27/05/13                 | 2.57062   | 2.86836                          | 0.56102            | 95                  | 5                      | 950      | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.535   | 1.2136    | 20.94                                     |
|                           | Fo <sub>95</sub> En-p2a2  | 28/05/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.201   | 1.193     | 0.67                                      |
|                           | Fo <sub>95</sub> En-p2b1  | 06/11/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 900      | 1                     | 10 <sup>13</sup>                    | CO / CO <sub>2</sub> | 1.947   | 1.533     | 21.26                                     |
|                           | Fo <sub>95</sub> En-p2c1  | 13/06/14                 |           |                                  |                    |                     |                        | 900      | 1                     | 10 <sup>13</sup>                    | CO / CO <sub>2</sub> | 2.081   | 1.628     | 21.77                                     |
| En <sub>90</sub> -90Fo-p1 | En <sub>90</sub> Fo-p1a1  | 28/05/13                 | 2.20836   | 1.49855                          | 0.29309            | 10                  | 90                     | 1000     | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | CO / CO <sub>2</sub> | 1.331   | 1.076     | 19.16                                     |
|                           | En <sub>90</sub> Fo-p1a2  | 29/05/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 1000     | 3                     | 10 <sup>14</sup>                    | CO / CO <sub>2</sub> | 1.0175  | 1.0106    | 0.68                                      |
|                           | En <sub>90</sub> Fo-p1b1  | 29/05/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.305   | 1.0545    | 19.20                                     |
|                           | En <sub>90</sub> Fo-p1b2  | 30/05/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.0466  | 1.0399    | 0.64                                      |
|                           | En <sub>90</sub> Fo-p1c1  | 19/06/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.329   | 1.074     | 19.19                                     |
|                           | En <sub>90</sub> Fo-p1c2  | 20/06/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.065   | 1.058     | 0.66                                      |
| Fo <sub>95</sub> -95En-p3 | Fo <sub>95</sub> En-p3a1  | 04/06/13                 | 1.62644   | 1.9853                           | 0.3883             | 95                  | 5                      | 950      | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.377   | 0.976     | 29.12                                     |
|                           | Fo <sub>95</sub> En-p3a2  | 06/06/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | Ar/H <sub>2</sub> O  | 0.973   | 0.964     | 0.92                                      |
|                           | Fo <sub>95</sub> En-p3b1  | 04/06/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 1000     | 3                     | 10 <sup>14</sup>                    | CO / CO <sub>2</sub> | 1.397   | 0.9925    | 28.95                                     |
|                           | Fo <sub>95</sub> En-p3b2  | 05/06/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | CO / CO <sub>2</sub> | 0.982   | 0.974     | 0.81                                      |
|                           | Fo <sub>95</sub> En-p3c1  | 18/09/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 1000     | 2.5                   | 10 <sup>14</sup>                    | CO / CO <sub>2</sub> | 2.095   | 1.488     | 28.97                                     |
|                           | Fo <sub>95</sub> En-p3c2  | 18/09/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 1000     | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | CO / CO <sub>2</sub> | 1.488   | 1.475     | 0.87                                      |
| Fo <sub>50</sub> -50En-p1 | Fo <sub>50</sub> En-p1a1  | 01/08/13                 | 0.9656    | 0.8652                           | 0.1692             | 50                  | 50                     | 950      | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | CO / CO <sub>2</sub> | 1.768   | 1.344     | 23.98                                     |
|                           | Fo <sub>50</sub> En-p1a2  | 02/08/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | CO / CO <sub>2</sub> | 1.334   | 1.324     | 0.75                                      |
| En <sub>90</sub> -90Fo-p1 | En <sub>90</sub> Fo-p1a1  | 01/08/13                 | 0.9801    | 0.3695                           | 0.6504             | 10                  | 90                     | 950      | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.206   | 1.007     | 16.50                                     |
|                           | En <sub>90</sub> Fo-p1a2  | 02/08/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 950      | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.003   | 0.987     | 1.60                                      |
| Fo <sub>90</sub> -70En-p1 | Fo <sub>90</sub> En-p1a1  | 17/09/13                 | 1.3461    | 1.3833                           | 0.2705             | 70                  | 30                     | 1000     | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | Ar/H <sub>2</sub> O  | 1.288   | 0.969     | 24.77                                     |
|                           | Fo <sub>90</sub> En-p1a2  | 18/09/13                 |           |                                  |                    |                     |                        | 1000     | 2                     | 10 <sup>14</sup>                    | Ar/H <sub>2</sub> O  | 0.966   | 0.963     | 0.31                                      |
| Fo90En-p1                 | Fo90En-p1a1               | 22/01/14                 | 1.2986    | 1.7014                           | -                  | 90                  | 10                     | 980***   | 1                     | -                                   | -                    | 1.811   | 1.215     | 32.91                                     |
|                           | Fo90En-p1a2               | 22/01/14                 |           |                                  |                    |                     |                        | 980***   | 1                     | -                                   | -                    | 1.215   | 1.212     | 0.25                                      |
|                           | Fo90En-p1b1               | 04/02/14                 |           |                                  |                    |                     |                        | 980***   | 1                     | -                                   | -                    | 1.943   | 1.316     | 32.27                                     |
|                           | Fo90En-p1b2               | 04/02/14                 |           |                                  |                    |                     |                        | 980***   | 1                     | -                                   | -                    | 1.307   | 1.301     | 0.46                                      |
| Fo95En-p1                 | Fo95En-p1a1               | 11/02/14                 | 1.0375    | 1.9625*                          | -                  | 95                  | 5                      | 1000***  | 1                     | -                                   | -                    | 3.16    | 2.146     | 32.09                                     |
|                           | Fo95En-p1a2               | 11/02/14                 |           |                                  |                    |                     |                        | 1000***  | 1                     | -                                   | -                    | 2.16    | 2.135     | 1.16                                      |
| Fo98En-p1                 | Fo98En-p1a1               | 20/02/14                 | 1.12027** | 1.88015*                         | -                  | 98                  | 2                      | 1000***  | 1.5                   | -                                   | -                    | 3.044   | 2.1225    | 30.27                                     |
|                           | Fo98En-p1a2               | 21/02/14                 |           |                                  |                    |                     |                        | 1000***  | 1.5                   | -                                   | -                    | 2.16    | 2.07      | 4.17                                      |
| Fo <sub>95</sub> -95En-p4 | Fo <sub>95</sub> En-p4a1  | 05/03/14                 | 1.62644   | 1.9853                           | 0.3883             | 95                  | 5                      | 860      | 2.5                   | 10 <sup>14</sup>                    | CO / CO <sub>2</sub> | 2.12    | 1.68      | 20.75                                     |
|                           | Fo <sub>95</sub> En-p4b1  | 28/08/14                 |           |                                  |                    |                     |                        | 860      | 3                     | 10 <sup>14</sup>                    | CO / CO <sub>2</sub> | 2.066   | 1.63      | 21.10                                     |
|                           | En <sub>90</sub> -90Fo-p2 | En <sub>90</sub> Fo-p2a1 |           |                                  |                    |                     |                        | 06/03/14 | 1.65627               | 1.12391                             | 0.21982              | 10      | 90        | 860                                       |
| En <sub>90</sub> -90Fo-p1 | En <sub>90</sub> Fo-p1a1  | 06/06/14                 | 1.55178   | 1.21131                          | 0.23691            | 30                  | 70                     | 900      | 3                     | 10 <sup>14</sup>                    | CO / CO <sub>2</sub> | 1.847   | 1.412     | 23.55                                     |
|                           | En <sub>90</sub> Fo-p1a2  | 06/06/14                 |           |                                  |                    |                     |                        | 1100     | 3                     | 10 <sup>15</sup>                    | Ar/H <sub>2</sub> O  | 0.65    | 0.507     | 22.00                                     |
| Fo <sub>50</sub> -50En-p2 | Fo <sub>50</sub> En-p2a1  | 26/06/14                 | 1.44841   | 1                                |                    |                     |                        |          |                       |                                     |                      |         |           |   |



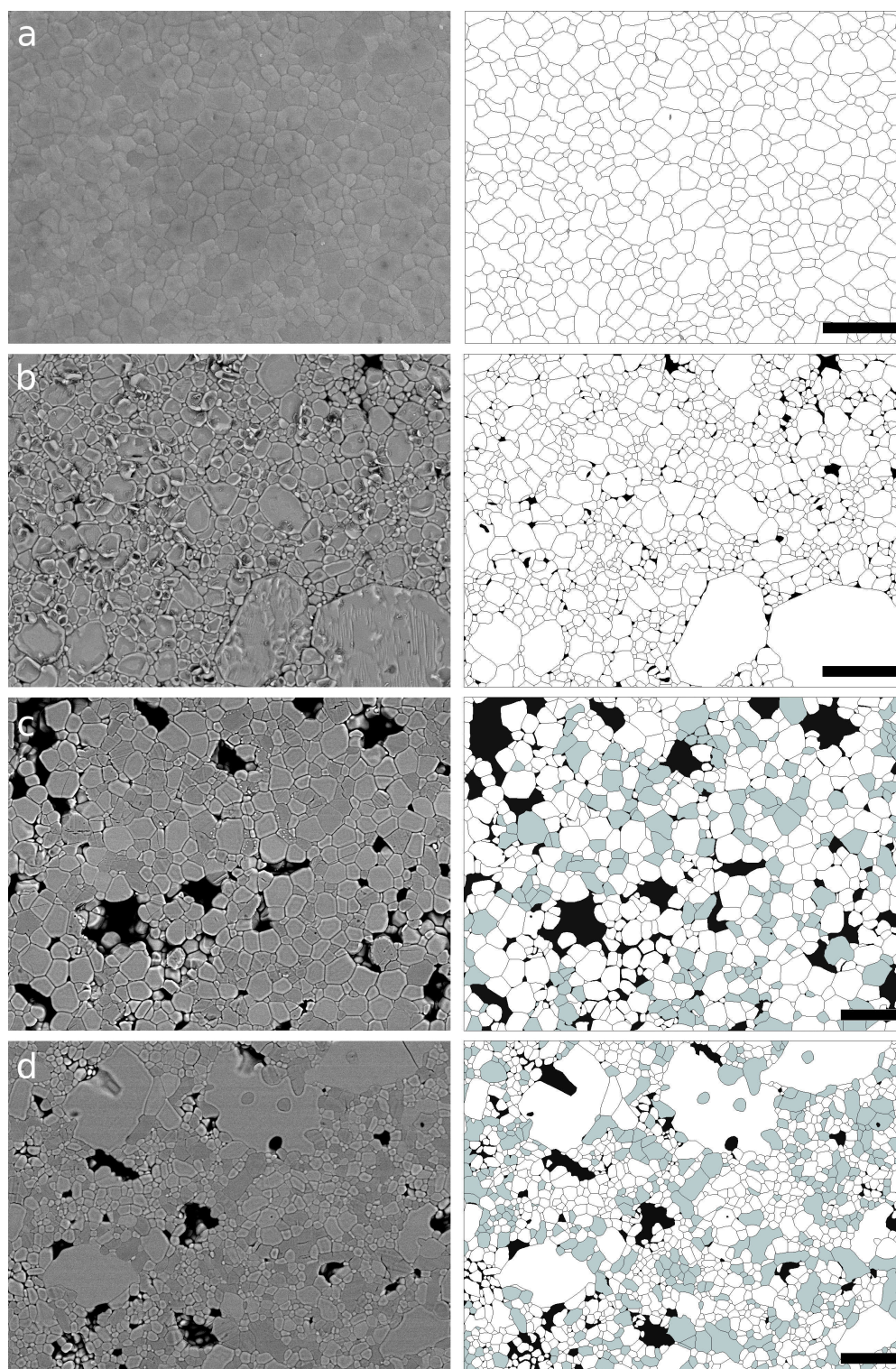
| Nom du fritté | Nom SPS | Date de frittage | Nom de la poudre                  | Température(s) de palier (°C) | Temps de palier (min) | P (MPa) | Etat du fritté | Densité calculée | Expériences                       |
|---------------|---------|------------------|-----------------------------------|-------------------------------|-----------------------|---------|----------------|------------------|-----------------------------------|
| OI-1          | AL043   | 01/03/12         | Fo <sub>0,9</sub> 90En-p1a3       | 1000                          | 15                    | 100     | Blow-out       | -                | -                                 |
| OI-2          | AL044   | 01/03/12         | Fo <sub>0,9</sub> 90En-p2a2       | 1000                          | 15                    | 100     | Poreux         | 3.049            | -                                 |
| OI-3          | AL047   | 01/03/12         | Fo <sub>0,9</sub> 90En-p3a2       | 1000                          | 15                    | 100     | OK             | 3.336            | -                                 |
| OI-4          | AL049   | 01/03/12         | Fo <sub>0,9</sub> 90En-p1b3       | 1100                          | 15                    | 100     | OK             | 3.214            | Oli37                             |
| OI-5          | AL112   | 21/03/12         | Fo <sub>0,9</sub> 95En-p1a2       | 1000                          | 15                    | 100     | OK             | 3.288            | Oli38, Oli39, Oli40               |
| OI-6          | AL711   | 27/09/12         | Fo <sub>0,9</sub> 95En-p1a2       | 1000                          | 20                    | 100     | OK             | 3.243            | -                                 |
| OI-7          | AM064   | 19/12/12         | Fo <sub>0,9</sub> 95En-p1b2       | 1000 – 1100                   | 15 – 60               | 100     | OK             | 3.296            | -                                 |
| OI-8          | AM067   | 19/12/12         | Fo <sub>0,9</sub> 95En-p1(b2+ c2) | 1000                          | 15                    | 100     | OK             | 3.265            | Oli41, Oli42                      |
| OI-9          | AN055   | 28/06/13         | Fo <sub>0,9</sub> 95En-p3a2       | 1000                          | 15                    | 100     | OK             | 3.262            | OI5, Oli45, Oli47, Oli48          |
| OI-10         | AN057   | 28/06/13         | Fo <sub>0,9</sub> 95En-p3a2       | 1180 – 1400 (P)               | 15 – 30               | 100     | OK             | 3.27             |                                   |
| OI-11         | AN286   | 06/08/13         | Fo <sub>0,9</sub> 50En-p1a2       | 1000                          | 15                    | 100     | Poreux         | 3.085            |                                   |
| OI-12         | AN291   | 06/08/13         | Fo <sub>0,9</sub> 50En-p1a2       | 1280 (P)                      | 15                    | 100     | OK             | 3.237            |                                   |
| OI-13         | AN368   | 20/09/13         | Fo <sub>0,9</sub> 70En-p1a2       | 1100                          | 15                    | 100     | OK             | 3.25             | Oli49, Oli50, Oli51               |
| OI-14         | AN369   | 20/09/13         | Fo <sub>0,9</sub> 95En-p3b2       | 1000                          | 15                    | 100     | OK             | 3.21             | Oli61                             |
| OI-15         | AN372   | 20/09/13         | Fo <sub>0,9</sub> 95En-p3c2       | 1100                          | 15                    | 100     | OK             | 3.24             |                                   |
| OI-16         | AP750   | 02/09/14         | Fo <sub>0,9</sub> 95En-p4a1       | 1000                          | 15                    | 100     | OK             | 3.22             |                                   |
| OI-17         | AP752   | 02/09/14         | Fo <sub>0,9</sub> 50En-p2a1       | 1100                          | 15                    | 100     | OK             | 3.24             |                                   |
| OI-18         | AP753   | 02/09/14         | Fo <sub>0,9</sub> 95En-p2c1       | 1000                          | 15                    | 50      | OK             | 3.25             |                                   |
| Px-1          | AL710   | 27/09/12         | En <sub>0,9</sub> 95Fo-p1a2       | 1000                          | 20                    | 100     | OK             | 2.967            | -                                 |
| Px-2          | AL712   | 27/09/12         | En <sub>0,9</sub> 95Fo-p1b2       | 900                           | 20                    | 100     | Poreux         | 2.783            | -                                 |
| Px-3          | AL713   | 27/09/12         | En <sub>0,9</sub> 95Fo-p2a2       | 950 – 1100                    | 15 – 15               | 100     | OK             | 3.131            | Oli38, Oli39, Oli40, Oli41, Oli43 |
| Px-4          | AL714   | 27/09/12         | En <sub>0,9</sub> 95Fo-p2a2       | 950 – 1250 (P)                | 15 – 15               | 100     | Blow-out       | -                | -                                 |
| Px-5          | AM063   | 19/12/12         | En <sub>0,9</sub> 95Fo-p2b2       | 1030 – 1300 (P)               | 15 – 120              | 100     | OK             | 3.056            | -                                 |
| Px-6          | AM211   | 31/01/12         | En <sub>0,9</sub> 95Fo-p2b2       | 1030 – 1200 (P)               | 15 – 120              | 100     | OK             | 3.078            | -                                 |
| Px-7          | AM213   | 31/01/12         | En <sub>0,9</sub> 95Fo-p2c2       | 1030 (P)                      | 120                   | 100     | Poreux         | 2.7              | -                                 |
| Px-8          | AM308   | 20/02/13         | En <sub>0,9</sub> 95Fo-p2c2       | 1300 (P)                      | 15                    | 100     | OK             | 3.071            | -                                 |
| Px-9          | AM310   | 20/02/13         | En <sub>0,9</sub> 95Fo-p2d2       | 1100                          | 15                    | 100     | OK             | 3.146            | -                                 |
| Px-10         | AM312   | 20/02/13         | En <sub>0,9</sub> - p1a2          | 1300 (P)                      | 15                    | 100     | OK             | 3.072            | -                                 |
| Px-11         | AM314   | 20/02/13         | En <sub>0,9</sub> - p1a2          | 1100                          | 15                    | 100     | OK             | 3.112            | Oli42                             |
| Px-12         | AN054   | 28/06/13         | En <sub>0,9</sub> 90Fo-p1a2       | 1100                          | 15                    | 100     | OK             | 3.198            | Oli44, Oli47                      |
| Px-13         | AN056   | 28/06/13         | En <sub>0,9</sub> 90Fo-p1a2       | 1030 – 1200 (P)               | 15 – 120              | 100     | OK             | 3.144            |                                   |
| Px-14         | AN058   | 28/06/13         | En <sub>0,9</sub> 90Fo-p1b2       | 1180 – 1400 (P)               | 15 – 30               | 100     | Poudreux       | -                | -                                 |
| Px-15         | AN289   | 06/08/13         | En <sub>0,9</sub> 90Fo-p1a2       | 1100                          | 15                    | 100     | Blow-out       | 3.55             |                                   |
| Px-16         | AN367   | 20/09/13         | En <sub>0,9</sub> 90Fo-p1b2       | 1100                          | 15                    | 100     | OK             | 3.165            | Oli49, Oli50, Oli51, Oli52        |
| Px-17         | AN370   | 20/09/13         | En <sub>0,9</sub> 90Fo-p1c2       | 1100                          | 15                    | 100     | OK             | 3.21             | Oli61                             |
| Px-18         | AP751   | 02/09/14         | En <sub>0,9</sub> 90Fo-p2a1       | 1100                          | 15                    | 100     | OK             | 3.17             |                                   |

Table A.2 – Résumé des expériences de frittage flash (SPS).

| Nom du fritté          | Nom de la poudre de départ | Date de frittage sous vide | Conditions de frittage sous vide | Nom du fritté sous vide | Date de frittage à l'air | Durée de la rampe (h) | Température(s) de palier (°C) | Temps de palier (h) | Densité calculée après frittage sous vide | Densité calculée après frittage à l'air | Porosité après frittage sous vide (%) | Porosité après frittage à l'air (%) | Expériences          |
|------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------------|-------------------------|--------------------------|-----------------------|-------------------------------|---------------------|---|---|---------------------------------------|-------------------------------------|----------------------|
| VR05a-Fo               | Fo <sub>09</sub> En-p1a2   | 03/02/14                   | 1260°C – 12h                     | V05a-Fo                 | 05/02/14                 | 1                     | 1400                          | 24                  | 3.02                                      | 3.09                                    | 7.6                                   | 5.5                                 | -                    |
| VR05b-Fo               | Fo <sub>09</sub> En-p1b    |                            |                                  | V05b-Fo                 |                          |                       |                               |                     | 2.7                                       | 3.02                                    | 17.1                                  | 7.2                                 | -                    |
| VR06a-Fo               | Fo <sub>09</sub> En-p1a2   | 12/02/14                   | 1260°C – 5h                      | V06a-Fo                 | 13/02/14                 | 1                     | 1400                          | 24                  | 2.87                                      | 3.09                                    | 12.2                                  | 5.5                                 | -                    |
| VR06b-Fo               | Fo <sub>09</sub> En-p1a2   |                            |                                  | V06b-Fo                 |                          |                       |                               |                     | 3.05                                      | 3.07                                    | 6.7                                   | 6.1                                 | -                    |
| VR06c-Fo               | Fo <sub>09</sub> En-p1b    |                            |                                  | V06c-Fo                 |                          |                       |                               |                     | 3.15                                      | 3.13                                    | 3.7                                   | 4.3                                 | -                    |
| VR11a-Oi               | Fo <sub>09</sub> 95En-p2b1 | 27/02/14                   | 1240°C – 5h                      | V11a-Oi                 | 03/03/14                 | 4                     | 1360                          | 24                  | 3.05                                      | 3.08                                    | 8.4                                   | 7.5                                 | -                    |
| VR11b-Px               | En <sub>09</sub> 90Fo-p1c2 |                            |                                  | V11b-Px                 |                          |                       |                               |                     | 2.99                                      | 2.99                                    | 8.7                                   | 8.7                                 | OLI56,65             |
| VR12a-Oi               | Fo <sub>09</sub> 95En-p4a1 |                            |                                  | V12a-Oi                 |                          | 2                     | 1360                          | 24                  | 2.99                                      | 3.11                                    | 10.2                                  | 6.6                                 | OLI56,57,59,60 et 62 |
| VR12b-Oi               | Fo <sub>09</sub> 95En-p2b1 |                            |                                  | V12b-Oi                 | 11/03/14                 |                       |                               |                     | 2.8                                       | 2.91                                    | 15.9                                  | 12.6                                | -                    |
| VR <sub>3</sub> 12c-Px | En <sub>09</sub> 90Fo-p2a1 | 06/03/14                   | 1260°C – 5h                      | V12c-Px                 |                          | 5                     | 1300                          | 66                  | 2.93                                      | 2.95                                    | 10.5                                  | 9.9                                 | -                    |
| VR <sub>3</sub> 12d-Px | En <sub>09</sub> 90Fo-p1c2 |                            |                                  | V12d-Px                 |                          |                       |                               |                     | 2.98                                      | 3.02                                    | 9.0                                   | 7.8                                 | OLI57, 59 et 60      |
| VR <sub>3</sub> 12c-Px | En <sub>09</sub> 90Fo-p2a1 |                            |                                  | V12c-Px                 | 12/03/14                 | 4                     | 1360                          | 48                  | 2.93                                      | 2.97                                    | 10.5                                  | 9.3                                 | -                    |
| VR <sub>3</sub> 12d-Px | En <sub>09</sub> 90Fo-p1c2 |                            |                                  | V12d-Px                 |                          |                       |                               |                     | 2.98                                      | 2.99                                    | 9.0                                   | 8.7                                 | -                    |
| VR13a-Oi               | Fo <sub>09</sub> 95En-p4a1 |                            |                                  | V13a-Oi                 |                          |                       |                               |                     | 3.03                                      | 3.19                                    | 9.0                                   | 4.2                                 | -                    |
| VR13b-Oi               | Fo <sub>09</sub> 95En-p2b1 | 30/04/14                   | 1320°C – 5h                      | V13b-Oi                 | 05/05/14                 | 3                     | 1420                          | 24                  | 2.87                                      | 3.09                                    | 13.8                                  | 7.2                                 | -                    |
| VR13c-Px               | En <sub>09</sub> 90Fo-p2a1 |                            |                                  | V13c-Px                 |                          |                       |                               |                     | 2.95                                      | 2.95                                    | 9.9                                   | 9.9                                 | -                    |
| VR13d-Px               | En <sub>09</sub> 90Fo-p2a1 |                            |                                  | V13d-Px                 |                          |                       |                               |                     | 2.96                                      | 2.95                                    | 9.6                                   | 9.9                                 | -                    |
| VR14b-Px               | En <sub>09</sub> 90Fo-p2a1 | 26/05/14                   | 1100°C – 5h                      | V14b-Px                 |                          |                       |                               |                     | 2.95                                      | 2.88                                    | 9.9                                   | 12.1                                | -                    |
| VR15a-Oi               | Fo <sub>09</sub> 95En-p4a1 | 27/05/14                   | 1260°C – 5h                      | V15a-Oi                 | 05/06/14                 | 4                     | 1300                          | 24                  | 3   | 3.13                                    | 9.9                                   | 6.0                                 | -                    |
| VR15b-Px               | En <sub>09</sub> 90Fo-p2b1 |                            |                                  | V15b-Px                 | 05/06/14<br>10/07/14     | 4 – 3                 | 1300 – 1420                   | 24 – 24             | 2.93                                      | 2.8                                     | 10.5                                  | 14.5                                | -                    |
| VRb15a-Oi              | Fo <sub>09</sub> 95En-p4a1 |                            |                                  | V15a-Oi                 |                          |                       |                               |                     | 3   | -                                       | 9.9                                   | -                                   | OLI63,64             |
| VR16a-Oi               | Fo <sub>09</sub> 95En-p2b1 | 12/06/14                   | 1260°C – 5h                      | V16a-Oi                 | 16/06/14                 | 3                     | 1360<br>1420                  | 24<br>~ 8           | -   | 3.07                                    | -                                     | 7.0                                 | OLI65                |
| VR16b-Px               | En <sub>09</sub> 70Fo-p1a1 |                            |                                  | V16b-Px                 |                          |                       |                               |                     | -   | 2.7                                     | -                                     | 17.6                                | -                    |
| VR18a-Oi               | Fo <sub>09</sub> 95En-p2c1 | 19/06/14                   | 1260°C – 5h                      | V18a-Oi                 | 23/06/14                 | 3                     | 1420                          | ~ 8                 | 2.9                                       | 3.09                                    | 12.1                                  | 6.4                                 | OLI62,63             |
| VR18b-Px               | En <sub>09</sub> 70Fo-p1a1 |                            |                                  | V18b-Px                 |                          |                       |                               |                     | 2.86                                      | 3.04                                    | 12.7                                  | 7.2                                 | -                    |
| VR19a-Oi               | Fo <sub>09</sub> 95En-p4a1 | 07/07/14                   | 1260°C – 8h                      | V19a-Oi                 | 21/08/14                 | 4                     | 1360<br>1420                  | 12<br>12            | 2.8                                       | 3.19                                    | 15.2                                  | 3.3                                 | -                    |
| VR19b-Oi               | Fo <sub>09</sub> 95En-p2c1 |                            |                                  | V19b-Oi                 |                          |                       |                               |                     | 2.6                                       | 3.05                                    | 21.2                                  | 7.6                                 | -                    |
| VR19c-Oi               | Fo <sub>09</sub> 50En-p2a1 |                            |                                  | V19c-Oi                 |                          |                       |                               |                     | 2.9                                       | -                                       | 11.3                                  | -                                   | -                    |
| VR20a-Oi               | Fo <sub>09</sub> 95En-p4a1 | 28/08/14                   | 1260°C – 5h                      | V20a-Oi                 | 01/09/14                 | 3                     | 1300 – 1420                   | 12                  | 2.96                                      | 3.2                                     | 10.3                                  | 3.0                                 | -                    |
| VR20b-Oi               | Fo <sub>09</sub> 95En-p4b1 |                            |                                  | V20b-Oi                 |                          |                       |                               |                     | 2.98                                      | 3.21                                    | 9.7                                   | 2.7                                 | -                    |
| VR21a-Oi               | Fo <sub>09</sub> 95En-p4a1 | 25/02/15                   | 1260°C – 5h                      | V21a-Oi                 | 19/03/15                 | 3                     | 1360<br>1420                  | 12<br>12            | 2.85                                      | 3.09                                    | 13.6                                  | 6.4                                 | -                    |
| VR21b-Oi               | Fo <sub>09</sub> 95En-p5a1 |                            |                                  | V21b-Oi                 |                          |                       |                               |                     | 2.8                                       | 3.09                                    | 15.2                                  | 6.4                                 | -                    |
| VR21c-Oi               | Fo <sub>09</sub> 80Mw-p1a1 |                            |                                  | V21c-Oi                 |                          |                       |                               |                     | 2.75                                      | 2.94                                    | 16.7                                  | 10.9                                | -                    |
| VR24a-Oi               | Fo <sub>09</sub> 95En-p5b1 |                            |                                  | V24a-Oi                 |                          |                       |                               |                     | 2.82                                      | 2.98                                    | 14.5                                  | 9.7                                 | -                    |

Table A.3 – Résumé des expériences de frittage sous vide recuit à une atmosphère.





**Figure A.4** – Images MEB des échantillons d'olivine et biphasés utilisés dans les expériences de déformation : **a.** AN055 (la barre représente 1  $\mu\text{m}$ ) ; **b.** VR12a-OI (la barre représente 20  $\mu\text{m}$ ) ; **c.** VR16a-OI (la barre représente 10  $\mu\text{m}$ ) ; **d.** VR18a-OI (la barre représente 10  $\mu\text{m}$ ).

| Date       | Echantillons   | Assemblage           | Tonnage (tonnes) | P (GPa) OI | F (GPa) Biph (OI) | F (GPa) Px | F (GPa) Biph (Px) | T (°C)       | Chauffage avant déformation | Marqueurs            | Chémise | Etapes de déformation   | Remarque  |
|------------|--|----------------------|------------------|------------|-------------------|------------|-------------------|--------------|-----------------------------|----------------------|---------|---|---|
| Avril 12   | Olivine* (AN049)<br>Forstsite (AN274)  | Hybride              | 60               | ~ 5        | -                 | -          | -                 | -            | 1400°C - 4h                 | Nickel               | -       | -   | Manip de croissance   |
| Octobre 12 | Olivine* (AL112)<br>Enstatite* (AL173)                                       | Boron epoxy          | 40               | -          | -                 | -          | -                 | -            | -                           | Nickel               | Nickel  | -   | Manip de croissance (hors faisceau) - Pas de TC   |
| Octobre 12 | Olivine* (AL112)<br>Enstatite* (AL173)                                       | Boron epoxy          | 30               | -          | -                 | -          | -                 | -            | 1100°C - qq min             | Nickel               | Nickel  | -   | Blow-out (hors faisceau)  |
| Avril 2013 | Olivine* (AL112)<br>Enstatite* (AL173)                                       | Hybride              | 50               | -          | -                 | -          | -                 | ~ 700 (200W) | -                           | Nickel               | Nickel  | 200W - v = 0.002 mm.s <sup>-1</sup><br>200W - v = 0.008 mm.s <sup>-1</sup>  | TC en contact avec le four  |
| Avril 2013 | Olivine* (AN087)<br>Enstatite* (AL173)                                       | Hybride              | 50               | 3.56       | -                 | -          | -                 | 900          | -                           | Nickel               | Nickel  | 900°C - v = 0.002 mm.s <sup>-1</sup><br>900°C - v = 0.006 mm.s <sup>-1</sup>  | Interface courbe entre olivine et enstatite<br>A partir de midi (52, med soit 53,3h), baisse de P et perte de l'interface |
| Avril 2013 | Olivine* (AN087)<br>Enstatite* (AM037)                                       | Hybride              | 50               | -          | -                 | -          | -                 | -            | 1000°C - 30min              | Fer                  | Fer     | -   | Problème avec la résistance du four   |
| Avril 2013 | Enstatite* (AL173)<br>Alumine dense  | Mullite              | 40               | -          | -                 | 3.75       | -                 | 1000         | 1300°C - 5h                 | Nickel               | Nickel  | 1000°C - v = 0.004 mm.s <sup>-1</sup><br>1000°C - v = 0.002 mm.s <sup>-1</sup>  | Taille de grain de l'alumine élevée   |
| Avril 2013 | Enstatite (AN054)<br>Alumine dense   | Hybride              | 50               | -          | -                 | -          | -                 | -            | 1300°C - 1h                 | Pt saturé en fer     | Nickel  | -   | Fusion du marqueur de Pt  |
| Avril 2013 | Olivine (AN055)<br>Alumine dense   | Hybride              | 50               | ~ 2.5      | -                 | -          | -                 | 1200 - 1100  | 1300°C - 4h                 | Pt non saturé en fer | -       | 1200°C - v = 0.002 mm.s <sup>-1</sup><br>1100°C - v = 0.002 mm.s <sup>-1</sup>  | Fer pompé par platine   |
| Avril 2013 | Olivine (AN055)<br>Enstatite (AN054)   | Hybride              | 50               | -          | -                 | -          | -                 | 300W         | 360W - 30min                | Pt saturé en fer     | -       | 300W - v = 0.002 mm.s <sup>-1</sup><br>300W - v = 0.008 mm.s <sup>-1</sup>  | Fils de TC en contact en sortie de cube   |
| Avril 2013 | Olivine (AN055)<br>Alumine poreuse<br>En (poudre EnO <sub>3</sub> 300 p-182) | Hybride              | 50 - 30          | -          | -                 | -          | -                 | 1100         | 1300°C - 1h                 | Pt saturé en fer     | -       | 1100°C - 50t - v = 0.004 mm.s <sup>-1</sup><br>1100°C - 30t - v = 0.004 mm.s <sup>-1</sup>                              | Fer pompé par platine   |
| Avril 2013 | Biphase 70/30% OI/En (AN368)<br>Enstatite (AN367)                            | Hybride              | 50               | ~ 3.5      | -                 | -          | -                 | ~ 1000       | ~ 1100°C - 2h30             | Nickel               | Nickel  | -   | Perfs du TC à 800°C et 47 tonnes  |
| Avril 2013 | Biphase 70/30% OI/En (AN368)<br>Enstatite (AN367)                            | Hybride              | 30               | -          | -                 | -          | -                 | -            | -                           | Nickel               | Nickel  | -   | Fils de TC en contact en sortie de cube   |
| Avril 2013 | Biphase 70/30% OI/En (AN368)<br>Enstatite (AN367)                            | Hybride              | 20               | -          | 2.12              | 2.17       | -                 | 1000         | 1300°C - qq min             | Nickel               | Nickel  | 1000°C - v = 0.002 mm.s <sup>-1</sup><br>1000°C - v = 0.008 mm.s <sup>-1</sup>  | Marqueurs très peu visibles   |
| Avril 2013 | Enstatite (AN367)  | Mullite              | 30               | -          | -                 | -          | -                 | -            | 1300°C - qq min             | Nickel               | Nickel  | -   | Perfs du TC et fusion de l'En et des marqueurs  |
| Mars 2014  | Olivine (VR12a-OI)<br>Enstatite (VR11b-Px)                                   | Pyrophyllite recuite | 40               | 3.86       | -                 | 4.09       | -                 | 1100         | 1200°C - 1h                 | Fer                  | Fer     | 1100°C - v = 0.004 mm.s <sup>-1</sup><br>1100°C - v = 0.012 mm.s <sup>-1</sup>  | Marqueurs peu visibles  |
| Mars 2014  | Olivine (VR12a-OI)<br>Enstatite (VR12b-Px)                                   | Pyrophyllite recuite | 60               | 5.93       | -                 | 6.52       | -                 | 1100         | 1200°C - 1h                 | Fer                  | Fer     | 1100°C - v = 0.004 mm.s <sup>-1</sup><br>1100°C - v = 0.012 mm.s <sup>-1</sup>  | Marqueurs peu visibles  |
| Mars 2014  | Olivine (VR12a-OI)<br>Enstatite (VR12b-Px)                                   | Pyrophyllite recuite | 60               | 5.81       | -                 | 6          | -                 | 1200         | 1200°C - 1h                 | Fer                  | Fer     | 1200°C - v = 0.002 mm.s <sup>-1</sup><br>1200°C - v = 0.005 mm.s <sup>-1</sup><br>1200°C - v = 0.010 mm.s <sup>-1</sup> | Marqueurs peu visibles  |
| Mars 2014  | Olivine (VR12a-OI)<br>Enstatite (VR12b-Px)                                   | Pyrophyllite recuite | 25               | 2.22       | -                 | 2.05       | -                 | 1200         | 1200°C - 1h                 | Fer                  | Fer     | 1200°C - v = 0.004 mm.s <sup>-1</sup>   | Contrainte très faible  |
| Mars 2014  | Olivine (AN369)<br>Enstatite (AN370)   | Pyrophyllite recuite | 60               | -          | -                 | -          | -                 | 1300         | 1300°C - 7h                 | Fer                  | Fer     | -   | Manip de croissance (hors faisceau)   |
| Mars 2014  | Olivine (VR12a-OI)<br>Biphase (VR11b-Px)                                     | Pyrophyllite recuite | 20               | 2.07       | 2.07              | -          | 1.78              | 1000         | 1200°C - 2h                 | Fer                  | Fer     | 1000°C - v = 0.002 mm.s <sup>-1</sup><br>1000°C - v = 0.016 mm.s <sup>-1</sup><br>1000°C - v = 0.032 mm.s <sup>-1</sup> | -   |
| Mars 2014  | Olivine (VR115a-OI)<br>Biphase (VR118a-OI)                                   | Pyrophyllite recuite | 40               | 4.12       | 4.12              | -          | 4.28              | 1000         | 1200°C - 2h30               | Fer                  | Fer     | 1000°C - v = 0.002 mm.s <sup>-1</sup><br>1000°C - v = 0.008 mm.s <sup>-1</sup>  | -   |
| Mars 2014  | Olivine (VR115a-OI)<br>Enstatite (Poudre En <sub>300</sub> -p-241)           | Pyrophyllite recuite | 20               | 1.8        | -                 | -          | -                 | 1000         | 1200°C - 8h                 | Fer                  | Fer     | 1000°C - v = 0.002 mm.s <sup>-1</sup><br>1000°C - v = 0.008 mm.s <sup>-1</sup>  | Diffacto de mauvaise qualité (mauvais centrage après beam dump ?)   |
| Mars 2014  | Biphase (VR16a-OI)<br>Enstatite (VR11b-Px)                                   | Pyrophyllite recuite | 20               | -          | 1.85              | -          | 1.95              | 900          | 1200°C - 20min              | Fer                  | Fer     | 900°C - v = 0.002 mm.s <sup>-1</sup><br>900°C - v = 0.012 mm.s <sup>-1</sup>  | Pb de TC en fin de manip et marqueur peu visible  |

Hybride = sphère en mullite et assises en pyrophyllite non recuite

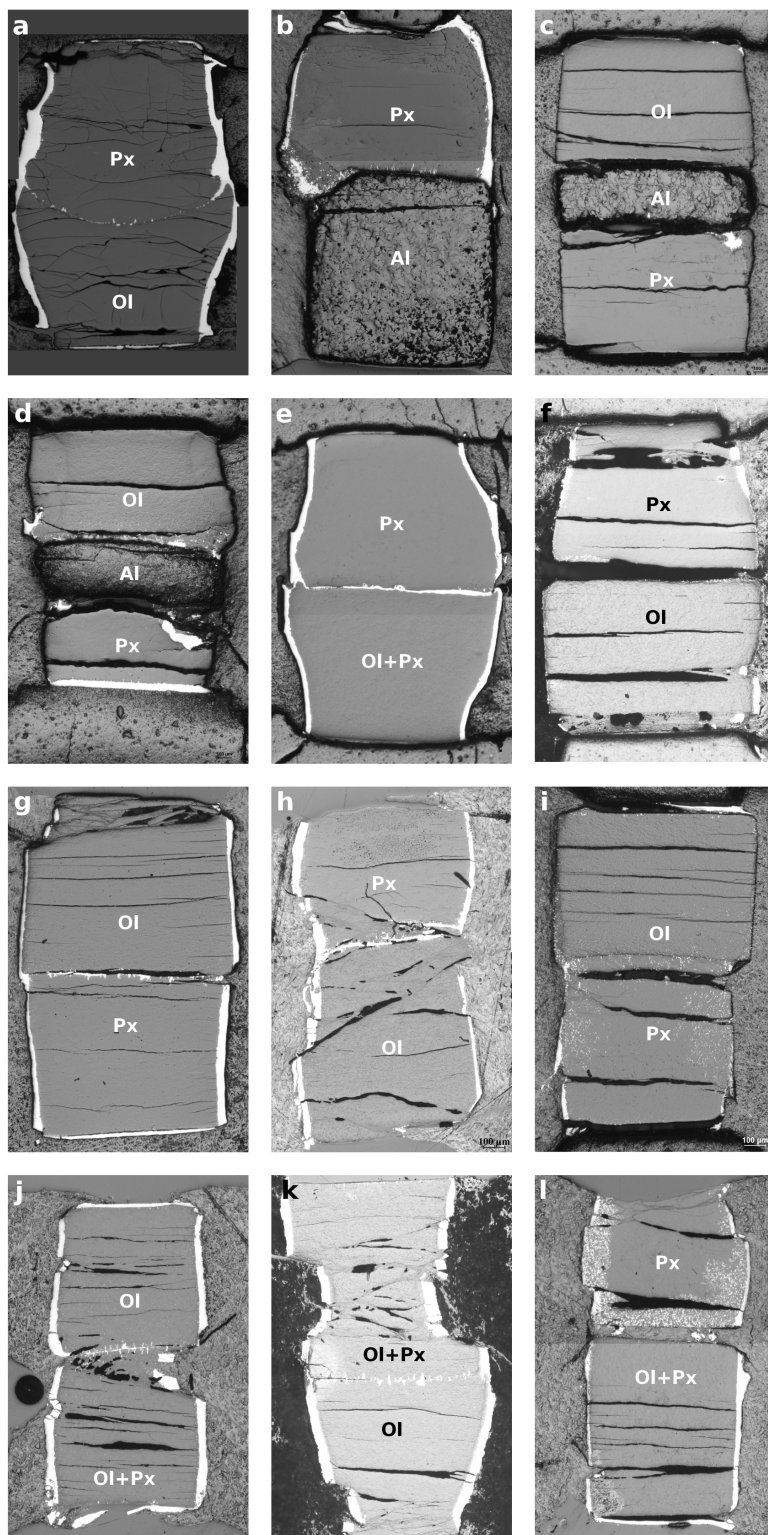
\* = Avec anciennes valeurs ATG)

Table A.4 – Résumé des expériences de déformation HT (NSLS).

| Manip ou fritté | Echantillon | Nom du fritté ou de la poudre     | %vol OI théorique | Cartographies |      |       |        |             |                          |                |             | Figures de pôle |                 |      |      |      |      |
|-----------------|-------------|-----------------------------------|-------------------|---------------|------|-------|--------|-------------|--------------------------|----------------|-------------|-----------------|-----------------|------|------|------|------|
|                 |             |                                   |                   | % indexé      | % OI | % OPx | % LCPx | dm (µm)     | d <sub>area</sub> m (µm) | N <sub>c</sub> | J-index     |                 | N <sub>PF</sub> |      |      |      |      |
| Fritté SPS      | AN367       | En <sub>95</sub> 90Fo-p1b2        | 90                | -             | -    | -     | -      | -           | -                        | -              | -           | -               | -               | -    | -    |      |      |
| Fritté SPS      | AN368       | Fo <sub>0,9</sub> 70En-p1a2       | 70                | -             | -    | -     | -      | -           | -                        | -              | -           | 1.18            | 1058            |      |      |      |      |
| Fritté SPS      | AN369       | Fo <sub>0,9</sub> 95En-p3b2       | 95                | -             | -    | -     | -      | -           | -                        | -              | -           | 1.15            | 1317            |      |      |      |      |
| Fritté SPS      | AN056       | En <sub>95</sub> 90Fo-p1a2        | 90                | -             | -    | -     | -      | -           | -                        | -              | -           | -               | -               |      |      |      |      |
| Fritté mixte    | VR16a-OI    | Fo <sub>0,9</sub> 95En-p2b1       | 95                | 70            | 82.9 | 8.6   | 8.4    | -           | -                        | -              | -           | 1.13            | 1086            |      |      |      |      |
| OLI41           | Olivine     | AM067                             | 82                | -             | -    | -     | -      | -           | -                        | -              | -           | 1.17            | 1708            |      |      |      |      |
| OLI43           | Pyroxène    | AL713                             | 0                 | -             | -    | -     | -      | -           | -                        | -              | -           | 1.32            | 1191            |      |      |      |      |
| OLI45           | Olivine     | AN055                             | 95                | 93            | 71.6 | 21.9  | 6.5    | 5.32 (0.67) | 8.23 (0.67)              | 354            | 2.72        | 1830            |                 |      |      |      |      |
| OLI47           | Olivine     | AN055                             | 95                | 93            | 82.6 | 15.9  | 1.4    | 2.52 (0.19) | 3.06 (0.19)              | 347            | 1.16        | 3574            |                 |      |      |      |      |
|                 | Pyroxène    | AN054                             | 10                | 74            | 1.2  | 80.6  | 18.2   | 0.96 (0.05) | 1.11 (0.05)              | 431            | 1.12        | 2524            |                 |      |      |      |      |
| OLI48           | Olivine     | AN055                             | 95                | 92.5          | 75.1 | 22    | 2.9    | 2.97 (0.25) | 3.53 (0.25)              | 241            | 1.64        | 2626            |                 |      |      |      |      |
|                 | Pyroxène    | En <sub>95</sub> 90Fo-p1b2 Poudre | 10                | 94            | 0.5  | 85.8  | 13.7   | 5.45 (0.48) | 6.72 (0.48)              | 265            | 1.2         | 1077            |                 |      |      |      |      |
| OLI49           | Pyroxène    | AN367                             | 10                | 83.9          | 0.8  | 89.7  | 9.5    | 0.94 (0.06) | 1.08 (0.06)              | 290            | 1.32        | 1339            |                 |      |      |      |      |
|                 | Biphasé     | AN368                             | 70                | 84.6          | 78   | 18.9  | 3      | 1.13 (0.03) | 0.76 (0.03)              | 1.23 (0.03)    | 0.82 (0.03) | 1229            | 392             | 1.13 | 1.81 | 3272 | 421  |
| OLI51           | Biphasé     | AN368                             | 70                | 87.6          | 54.4 | 38.4  | 7.2    | 1.79 (0.24) | 1.36 (0.10)              | 2.39 (0.24)    | 1.57 (0.10) | 169             | 246             | 1.6  | 1.42 | 2345 | 1155 |
|                 | Pyroxène    | AN367                             | 10                | 90.2          | 0.9  | 81.1  | 18     | 2.74 (0.55) | 4.63 (0.55)              | 213            | 1.21        | 1439            |                 |      |      |      |      |
| OLI56           | Olivine     | VR12a-OI                          | 95                | 91.5          | 82.6 | 15.7  | 1.7    | 2.13 (0.26) | 2.85 (0.26)              | 211            | 1.38        | 1199            |                 |      |      |      |      |
|                 | Pyroxène    | VR11b-Px                          | 10                | 92            | 0.8  | 87.9  | 11.3   | 1.66 (0.14) | 1.95 (0.14)              | 196            | 1.13        | 1355            |                 |      |      |      |      |
| OLI57           | Olivine     | VR12a-OI                          | 95                | 88.2          | 89.8 | 6.6   | 3.6    | 1.77 (0.08) | 2.06 (0.08)              | 727            | 1.1         | 2312            |                 |      |      |      |      |
|                 | Pyroxène    | VRa12b-Px                         | 10                | 78.3          | 0.9  | 82.9  | 16.2   | 1.91 (0.18) | 2.62 (0.18)              | 409            | 1.35        | 643             |                 |      |      |      |      |
| OLI59           | Olivine     | VR12a-OI                          | 95                | 91.5          | 86.3 | 11.8  | 1.9    | 3.76 (0.45) | 4.53 (0.45)              | 126            | 1.54        | 820             |                 |      |      |      |      |
|                 | Pyroxène    | VRa12d-Px                         | 10                | 84.5          | 0.6  | 69.1  | 30.3   | 1.43 (0.18) | 1.75 (0.18)              | 132            | 1.62        | 481             |                 |      |      |      |      |
| OLI60           | Olivine     | VR12a-OI                          | 95                | 98            | 85.6 | 13.2  | 1.2    | 4.58 (0.43) | 5.50 (0.43)              | 203            | 1.23        | 3713            |                 |      |      |      |      |
|                 | Pyroxène    | VRa12d-Px                         | 10                | 94.7          | 0.8  | 81    | 18.2   | 4.86 (0.44) | 6.70 (0.44)              | 434            | 1.16        | 2098            |                 |      |      |      |      |
| OLI62           | Olivine     | VR12a-OI                          | 95                | 86.6          | 81.4 | 10.3  | 8.3    | 3.15 (0.33) | 3.94 (0.33)              | 213            | 1.11        | 1867            |                 |      |      |      |      |
|                 | Biphasé     | VR18a-OI                          | 82                | 86.7          | 74.3 | 15.5  | 10.2   | 2.11 (0.12) | 1.56 (0.11)              | 2.65 (0.12)    | 1.84 (0.11) | 761             | 316             | 1.15 | 1.32 | 1480 | 869  |
| OLI63           | Olivine     | VRb15a-OI                         | 95                | 88.3          | 87.3 | 4.8   | 7.9    | 3.08 (0.16) | 3.58 (0.16)              | 498            | 1.07        | 3178            |                 |      |      |      |      |
|                 | Biphasé     | VR18a-OI                          | 82                | 81.3          | 74.9 | 11.4  | 13.7   | 1.99 (0.09) | 1.46 (0.11)              | 2.38 (0.09)    | 1.66 (0.11) | 900             | 205             | 1.12 | 1.29 | 6042 | 861  |
| OLI64           | Olivine     | VRb15a-OI                         | 95                | 96.5          | 85.6 | 12.4  | 2.6    | 4.01 (0.11) | 4.50 (0.11)              | 1237           | 1.08        | 3539            |                 |      |      |      |      |
|                 | Pyroxène    | En <sub>95</sub> 90Fo-p2a1 Poudre | 10                | -             | -    | -     | -      | -           | -                        | -              | 1.55        | 603             |                 |      |      |      |      |
| OLI65           | Biphasé     | VR16a-OI                          | 82                | 94.3          | 70.6 | 24.9  | 4.5    | 3.09 (0.15) | 1.96 (0.13)              | 3.46 (0.15)    | 2.33 (0.13) | 455             | 349             | 1.1  | 1.3  | 1730 | 507  |
|                 | Pyroxène    | VR11b-Px                          | 10                | 82.4          | 0.7  | 43    | 56.3   | 1.56 (0.10) | 1.78 (0.10)              | 288            | 1.33        | 543             |                 |      |      |      |      |

**Table A.5** – Résumé des observations EBSD sur les échantillons frittés et après déformation. N<sub>C</sub> correspond au nombre de grains analysés sur les cartographies et N<sub>PF</sub>, au nombre de mesures réalisées pour obtenir les figures de pôles. Pour les échantillons biphasés, la colonne de gauche correspond aux données obtenues sur l'olivine, celle de droite, aux données sur le pyroxène. Les valeurs entre parenthèses correspondent à l'écart-type sur la mesure de la taille de grain.





**Figure A.5** – Observation au microscope optique des assemblages après déformation : a. OLI41; b. OLI43; c. OLI47; d. OLI48; e. OLI49; f. OLI56; g. OLI57; h. OLI59; i. OLI60; j. OLI62; k. OLI63; l. OLI65.

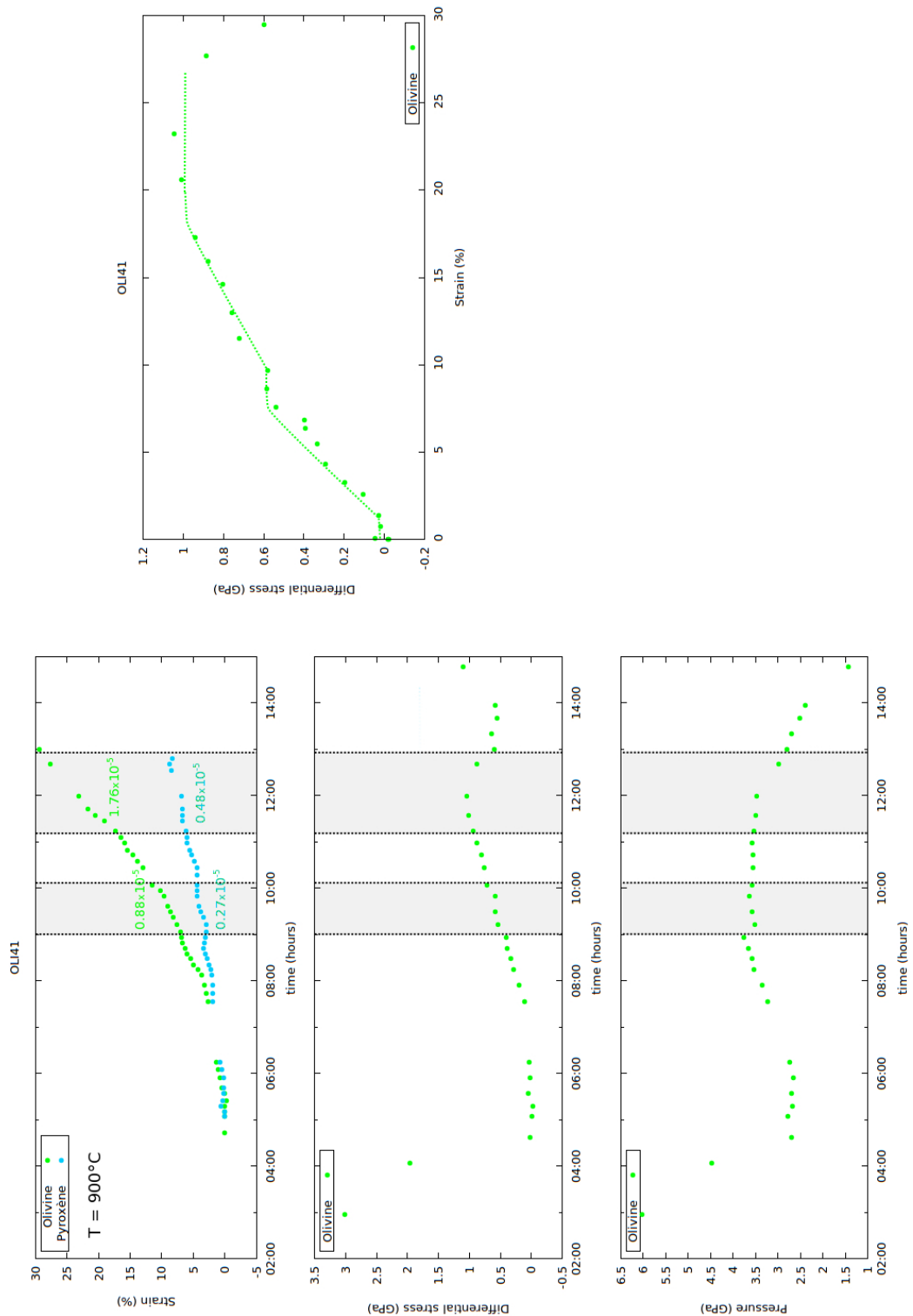


Figure A.6 – Résultats de l'expérience OLI41.



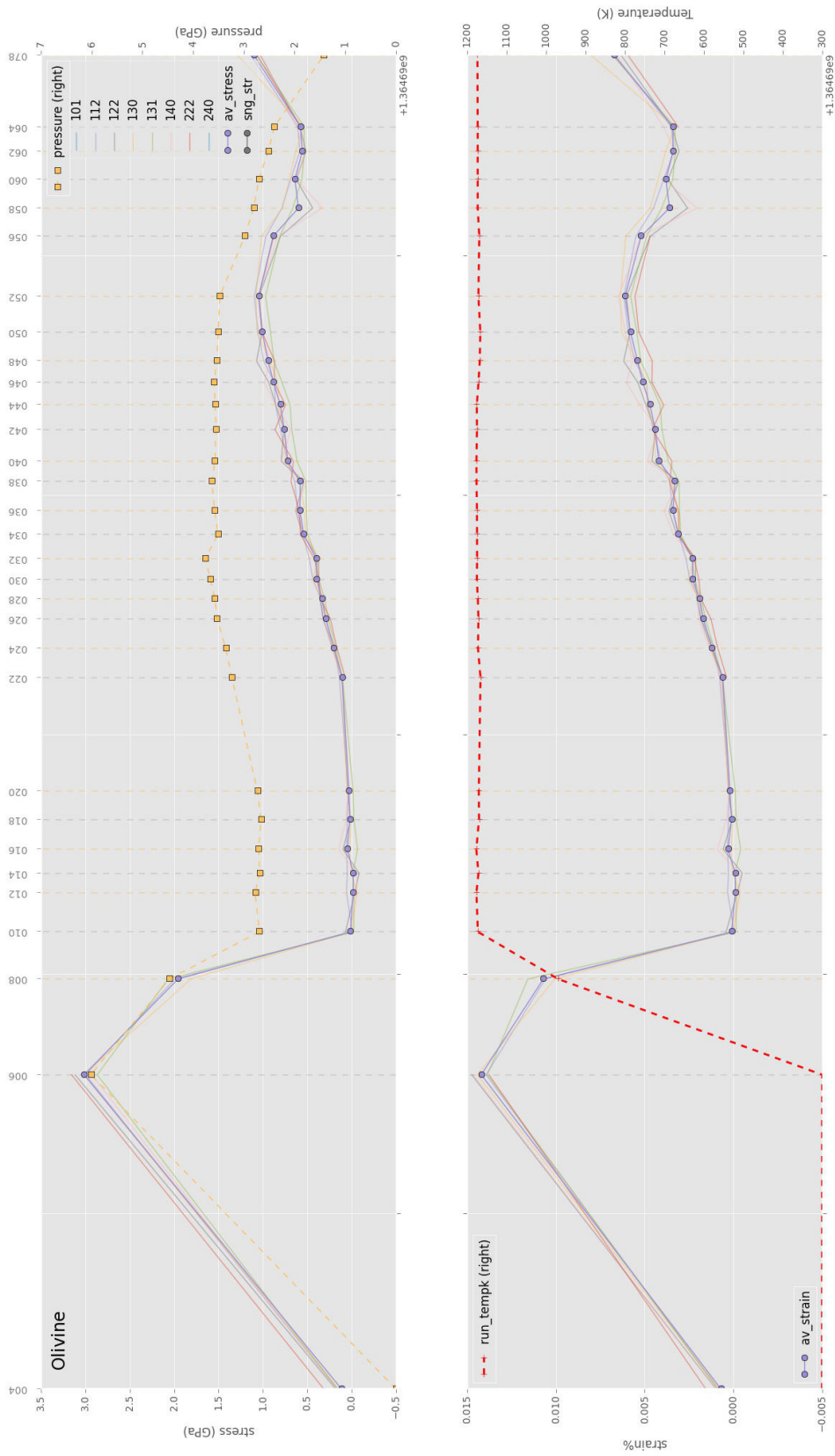


Figure A.7 – Résultats obtenus sur l'olivine de l'expérience OLI41.

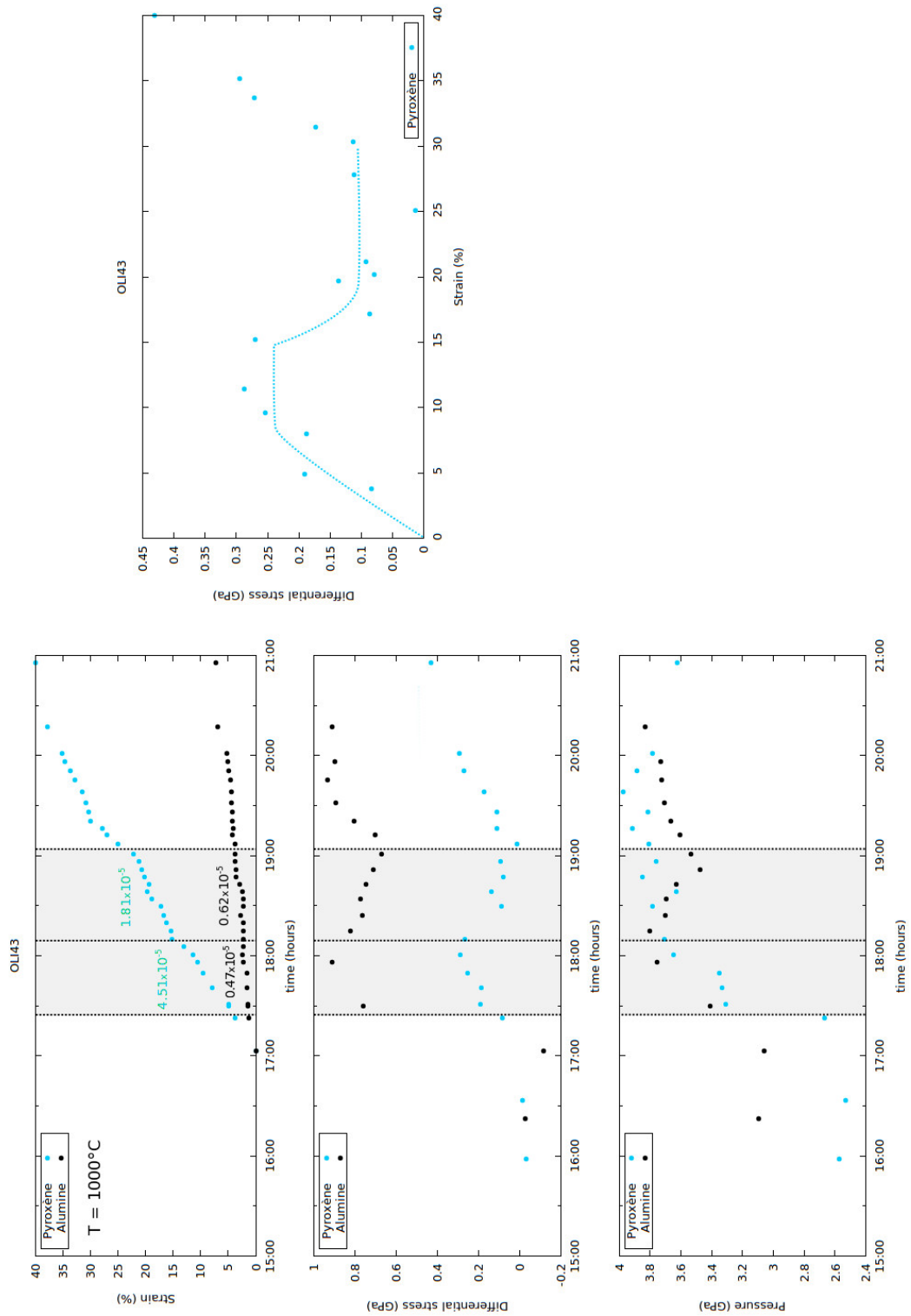


Figure A.8 – Résultats de l'expérience OLI43.

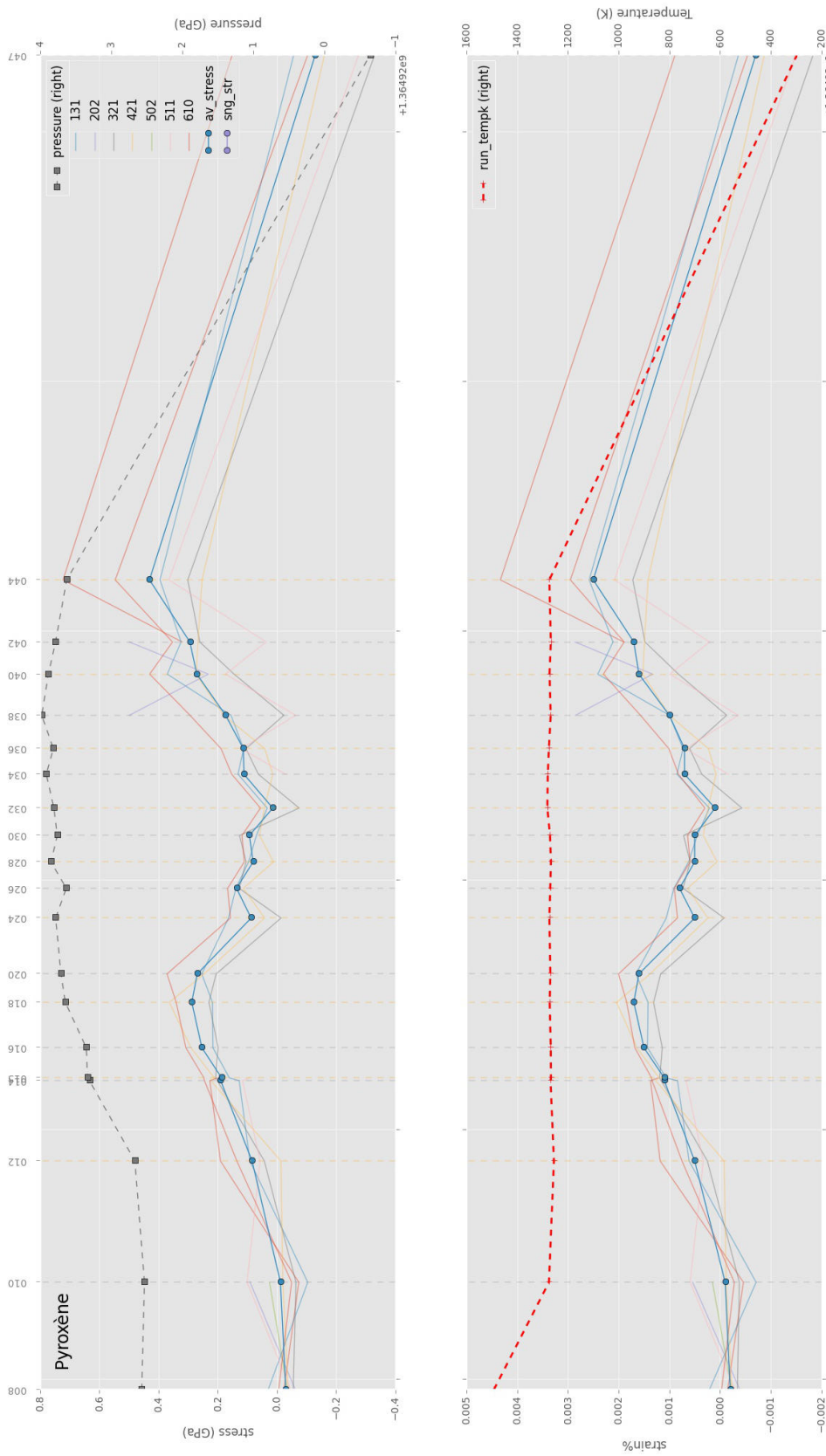


Figure A.9 – Résultats obtenus sur le pyroxène de l'expérience OLI43.

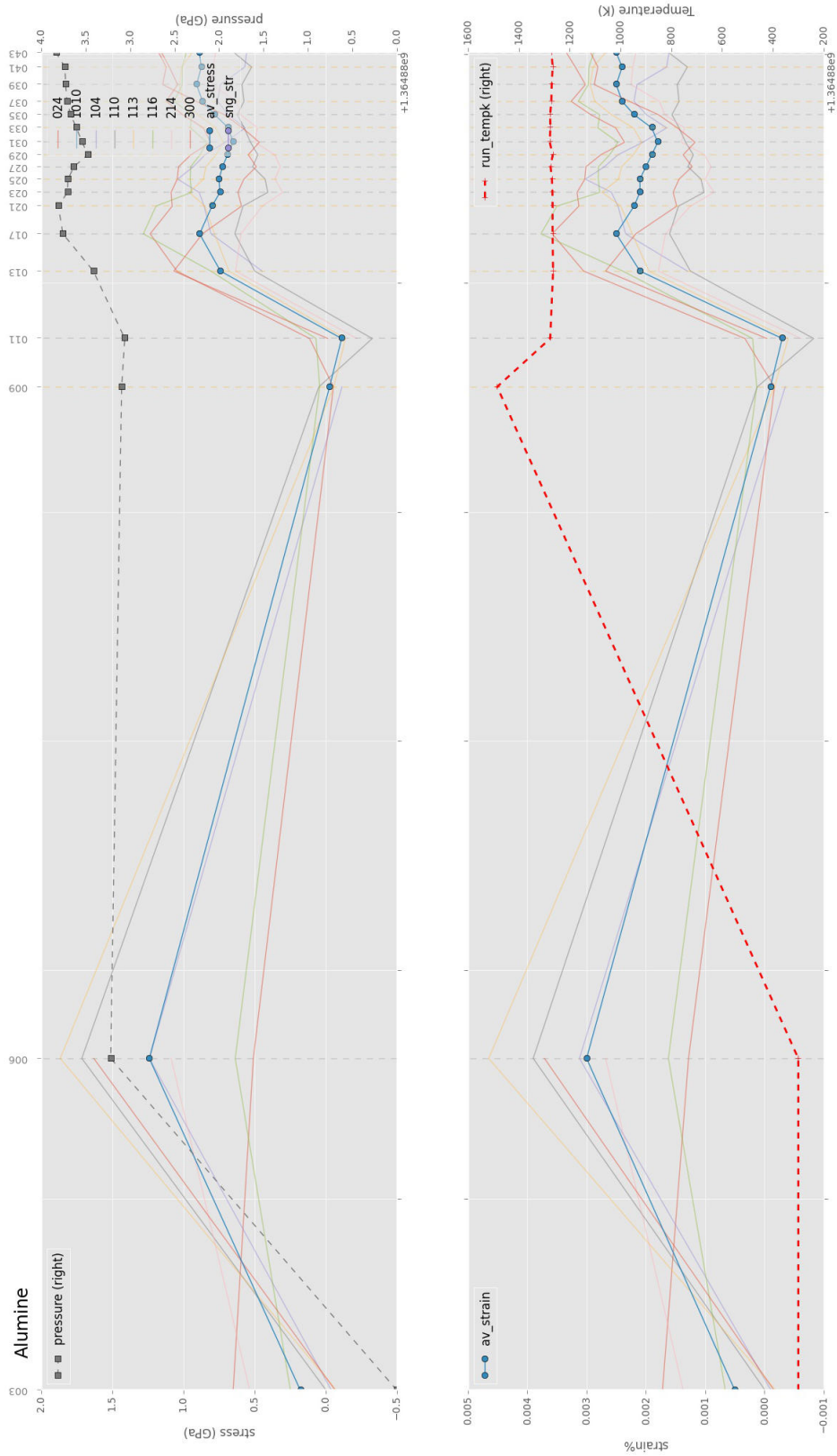


Figure A.10 — Résultats obtenus sur l'alumine de l'expérience OLI43.

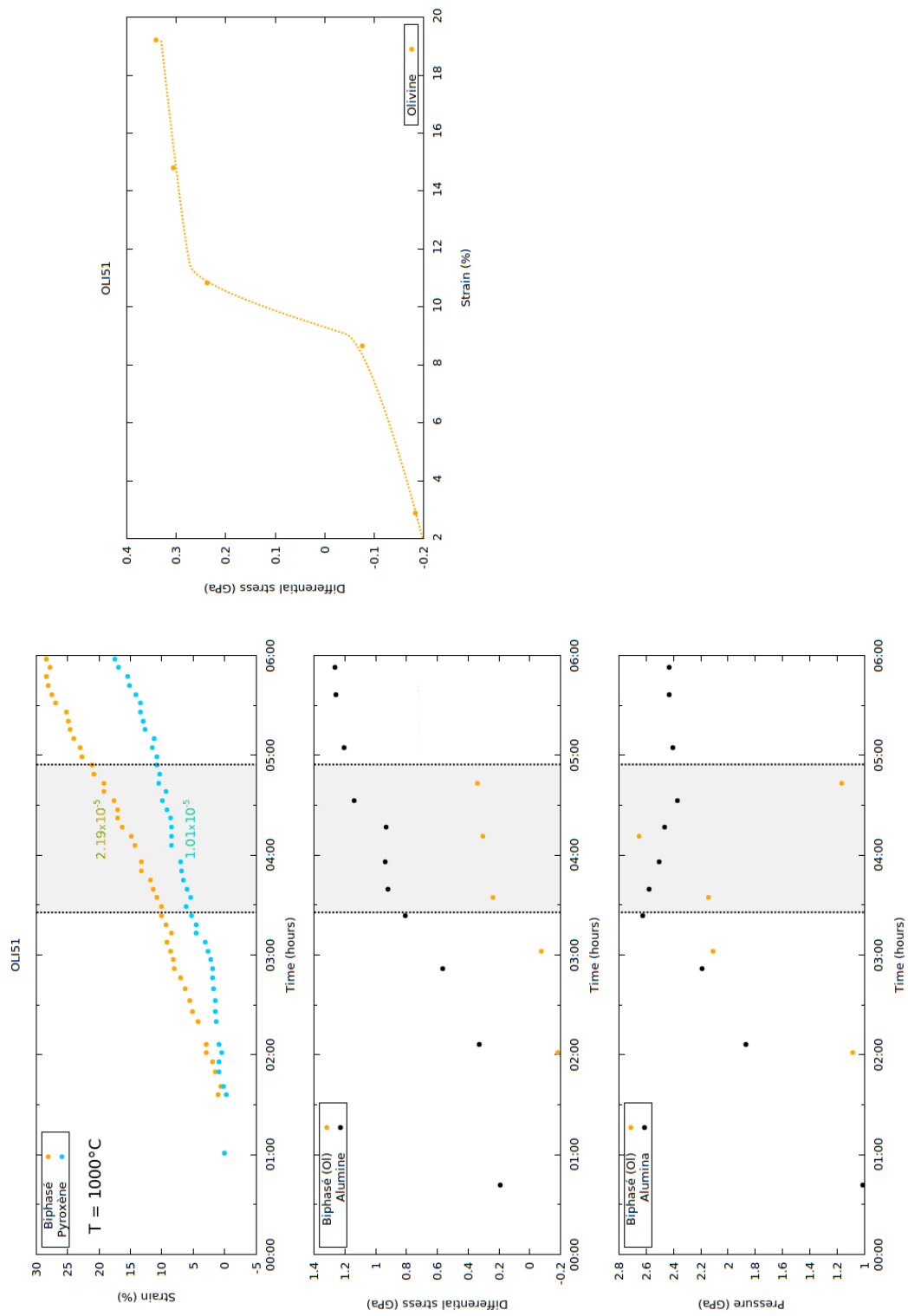


Figure A.11 – Résultats de l'expérience OLI51.

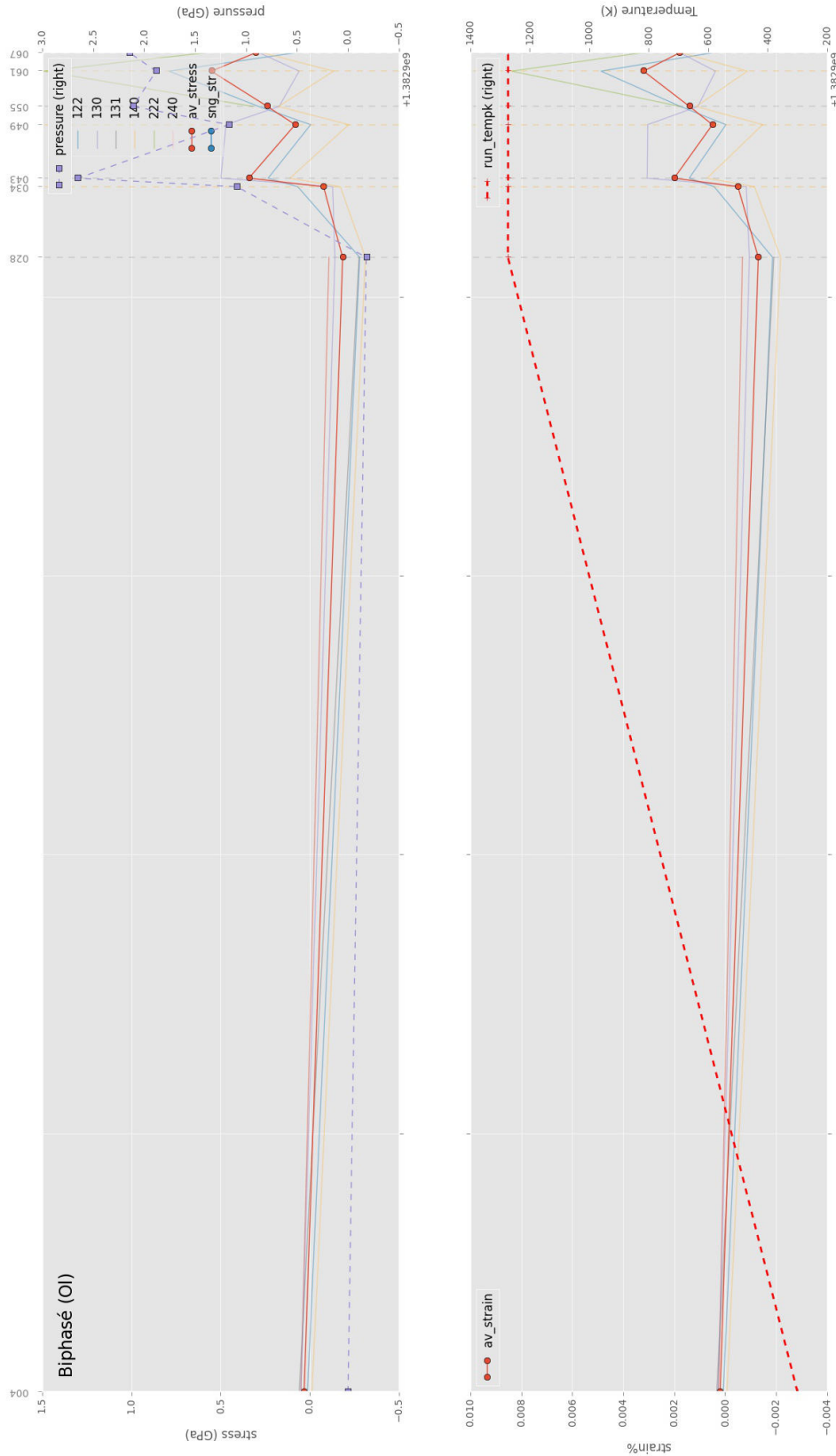


Figure A.12 – Résultats obtenus sur l'olivine de l'échantillon biphasé de l'expérience OLI51.

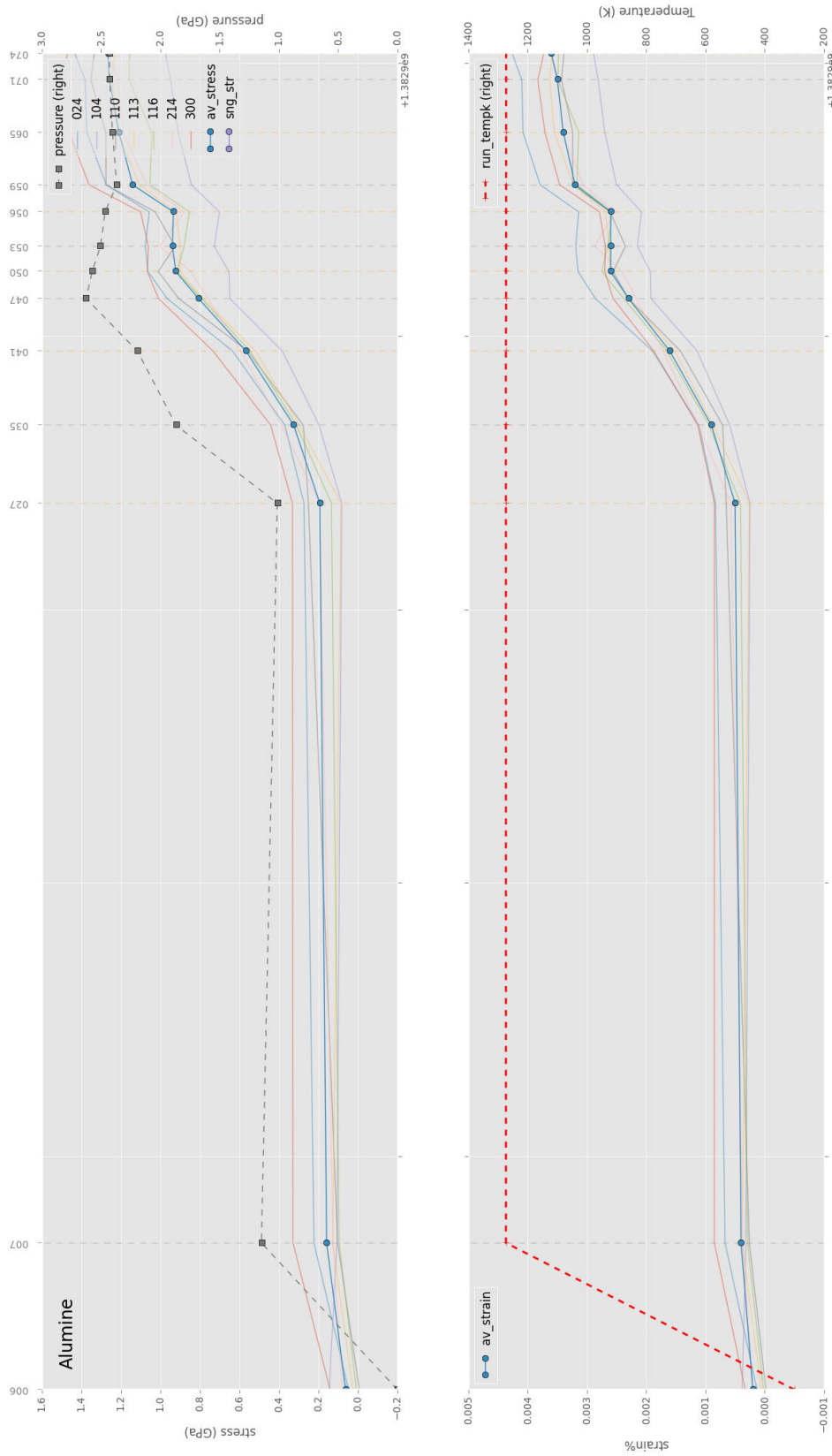


Figure A.13 – Résultats obtenus sur un piston d'alumine de l'expérience OLI51.



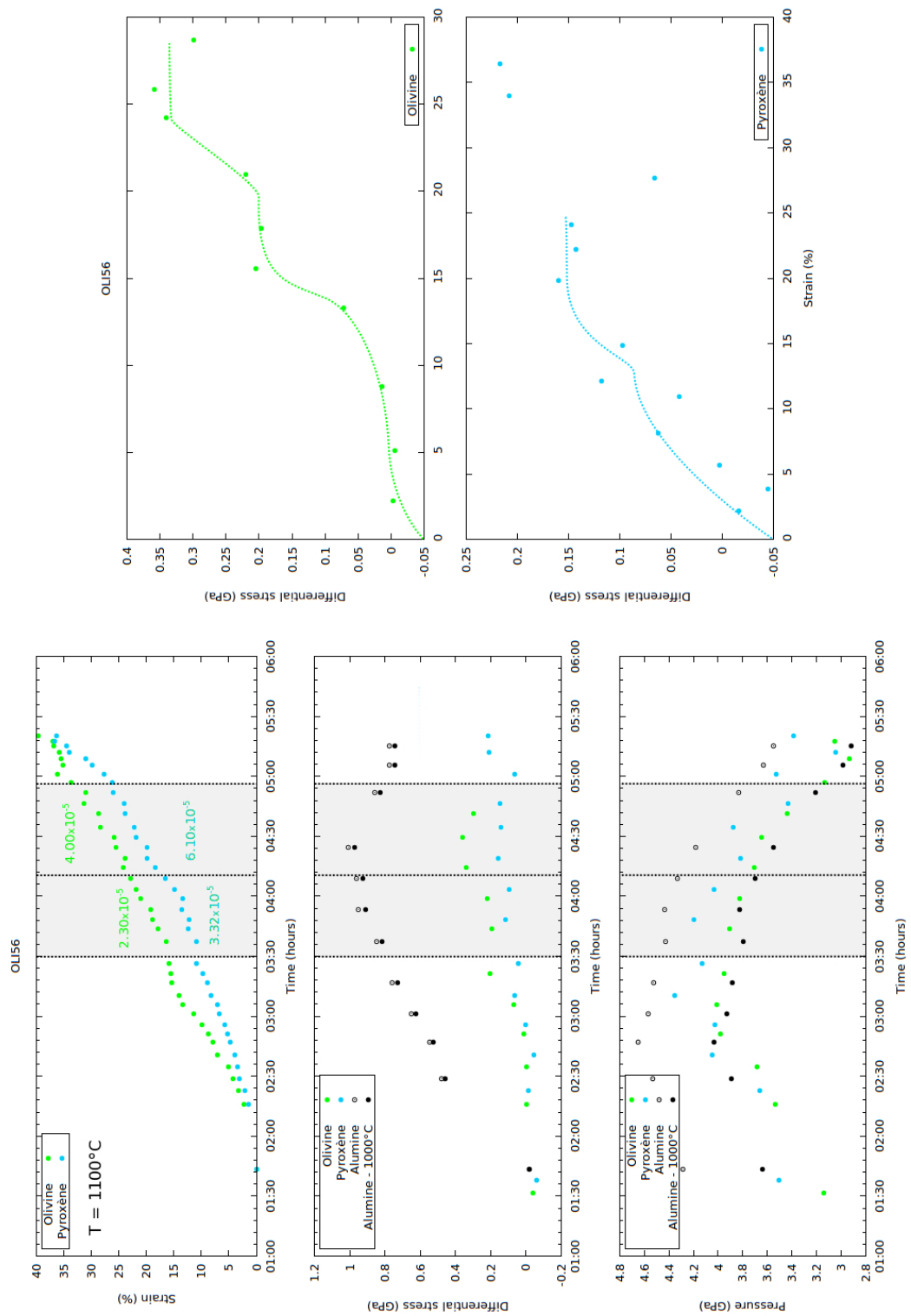


Figure A.14 – Résultats de l'expérience OLI56.

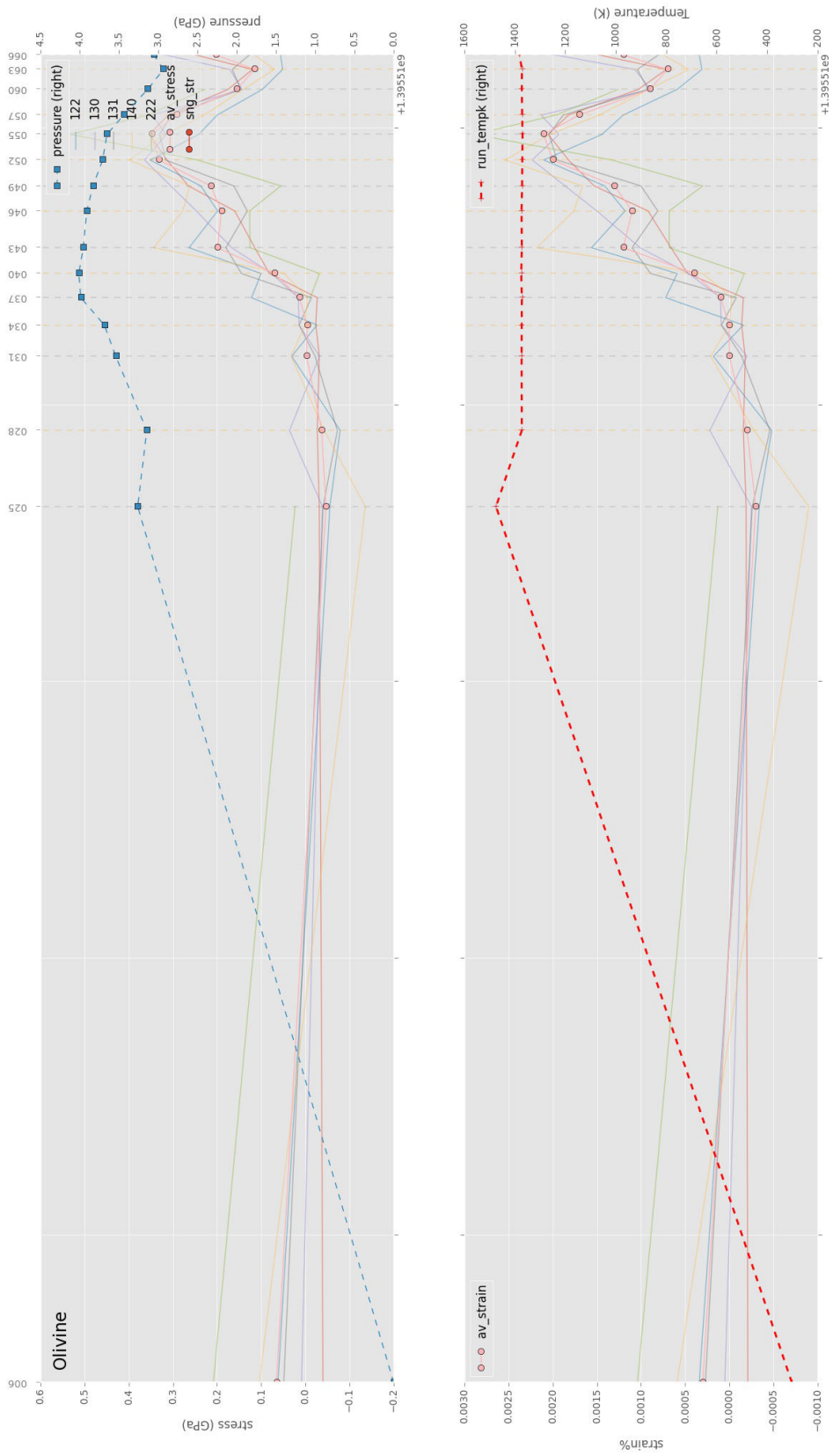


Figure A.15 – Résultats obtenus sur l'olivine de l'expérience OLI56.

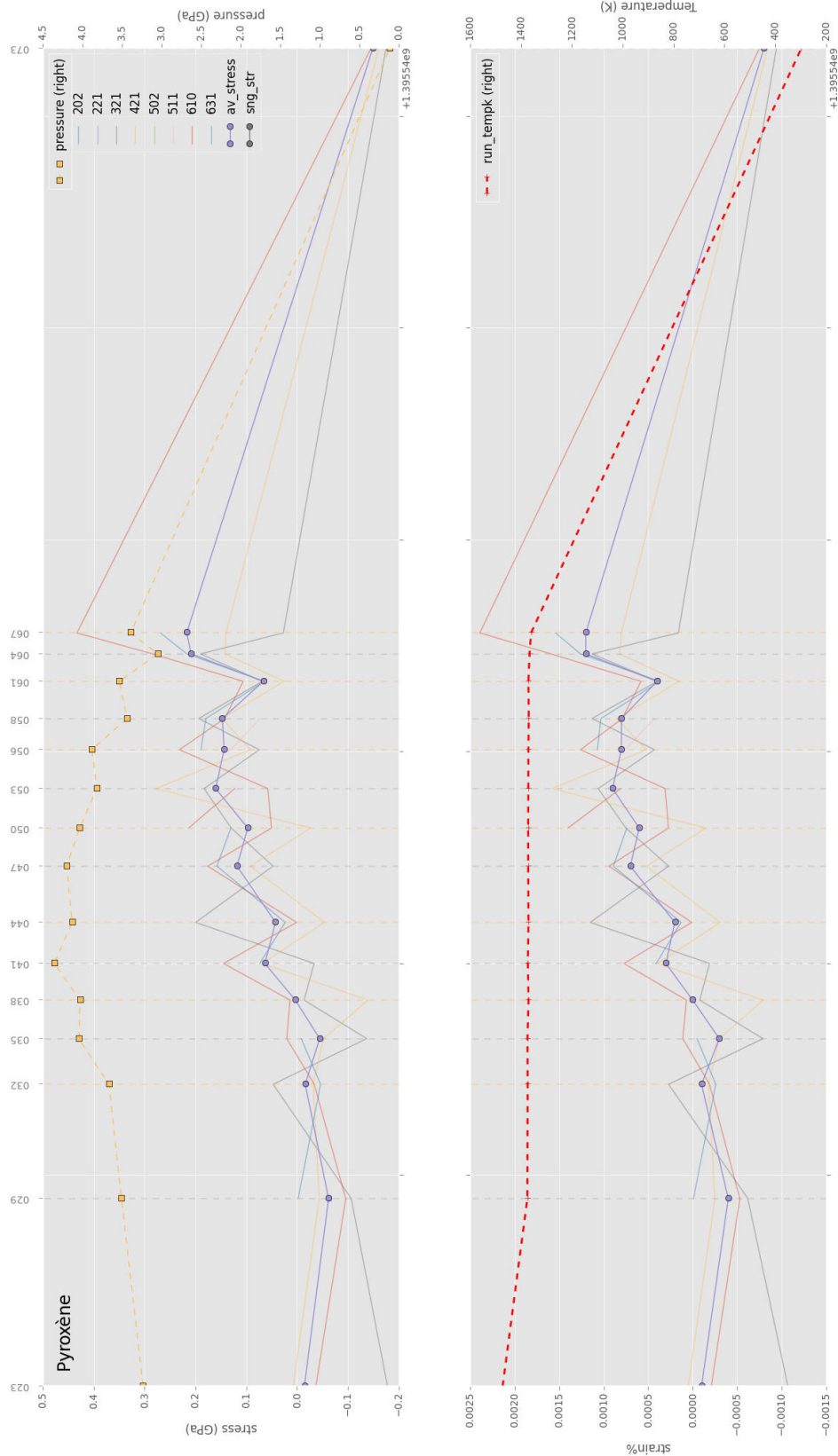


Figure A.16 – Résultats obtenus sur le pyroxène de l'expérience OLI56.

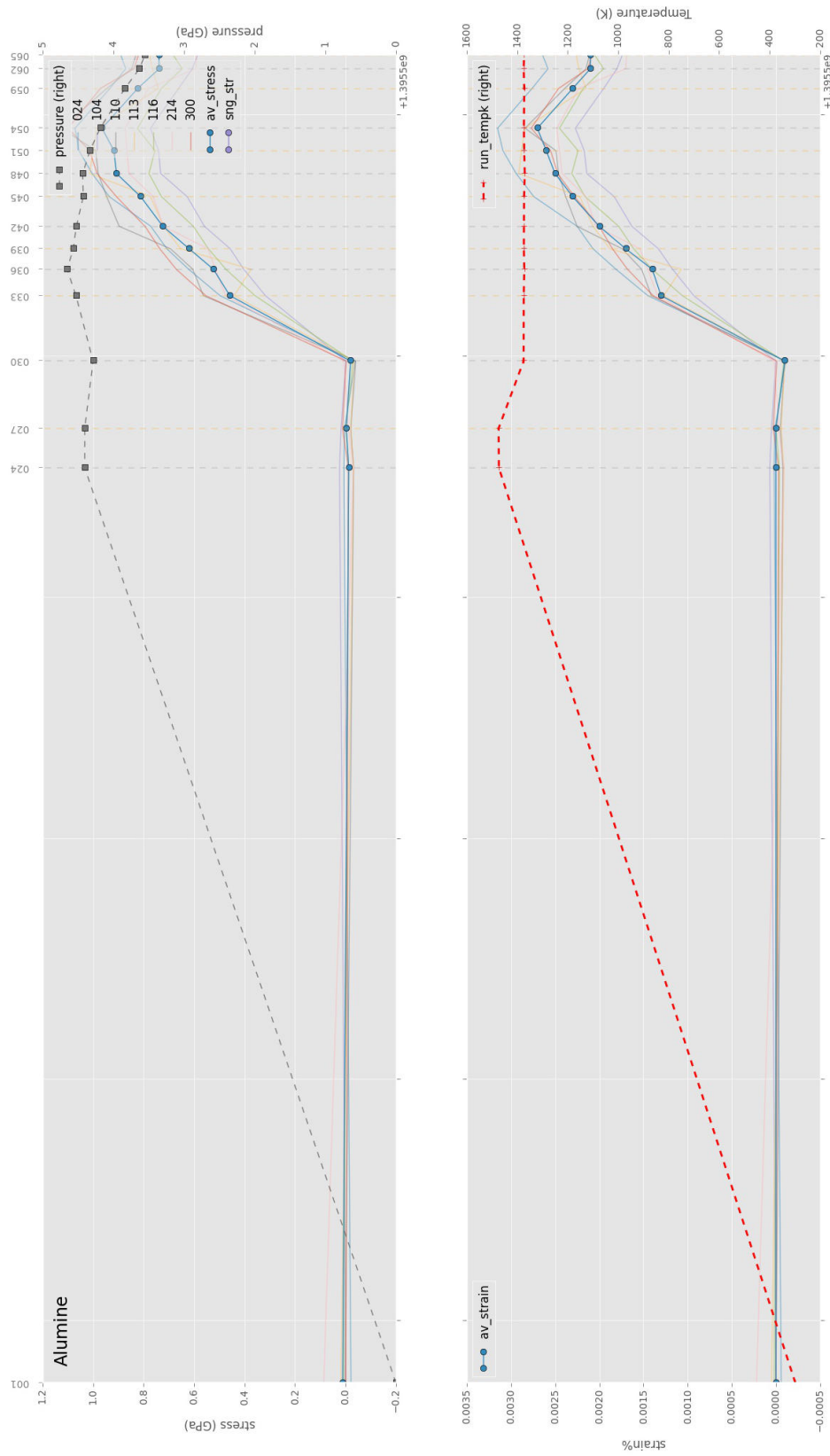


Figure A.17 – Résultats obtenus sur un piston d'alumine de l'expérience OLI56.

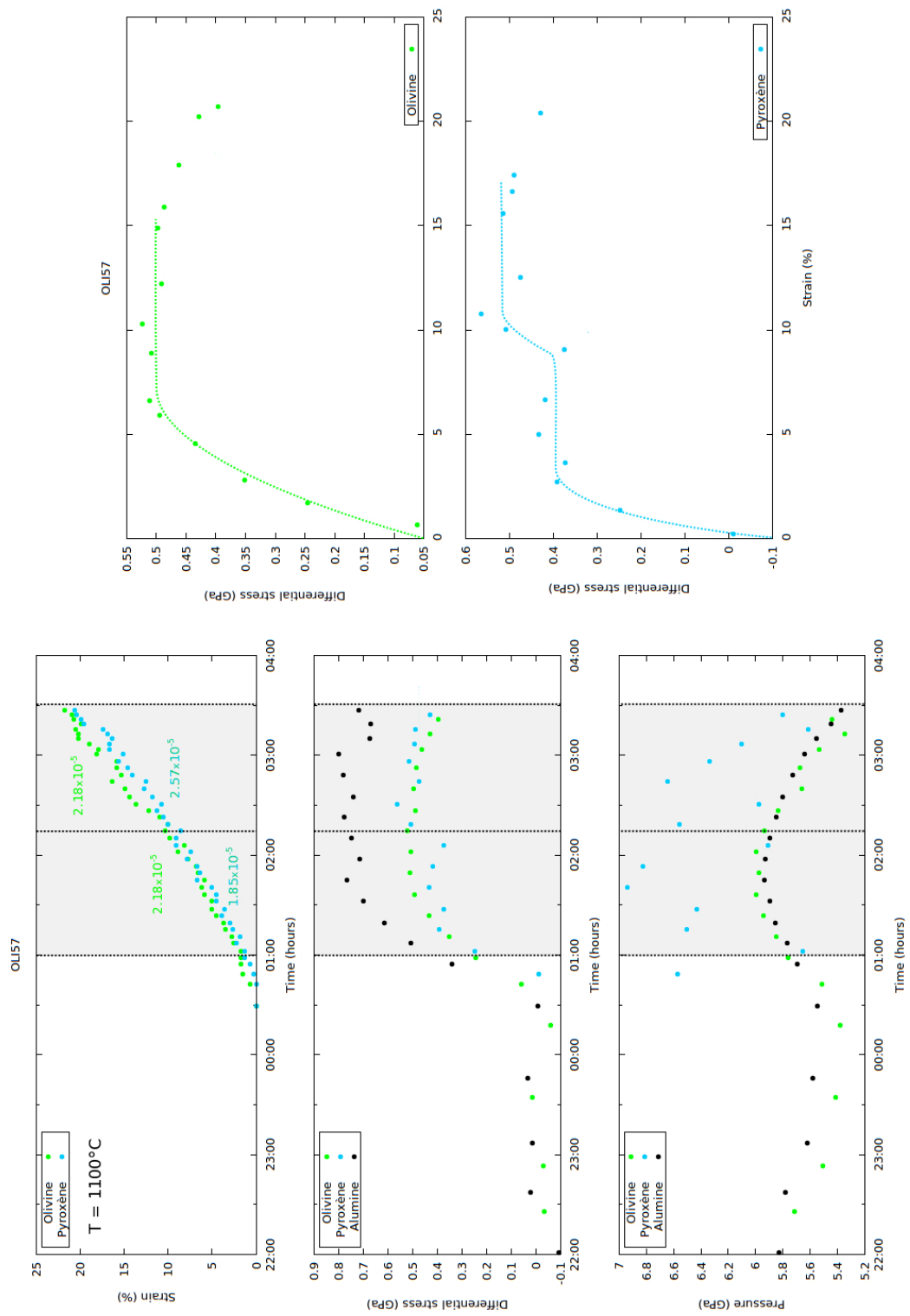


Figure A.18 – Résultats de l'expérience OLI57.

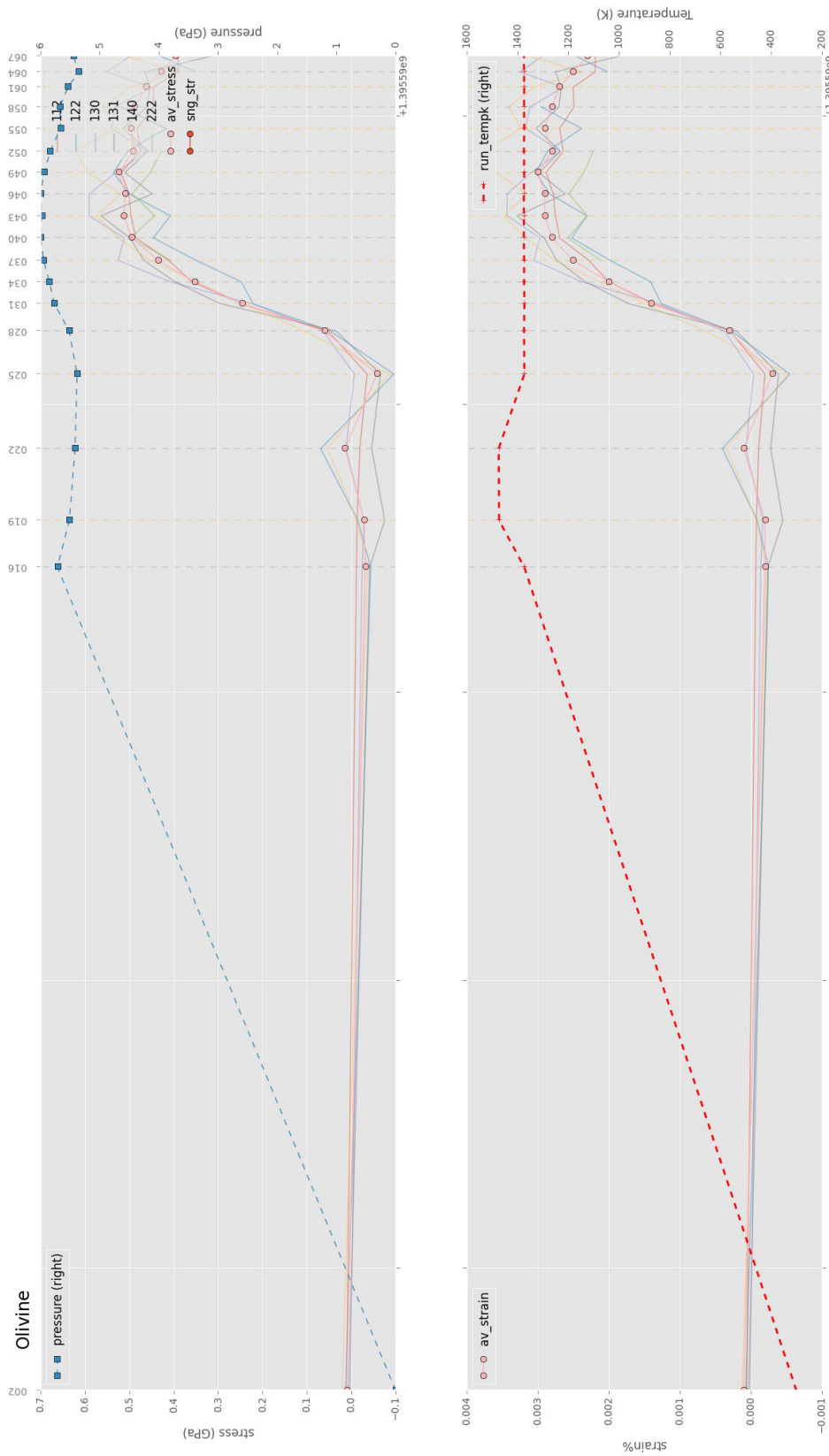


Figure A.19 – Résultats obtenus sur l'olivine de l'expérience OLI57.

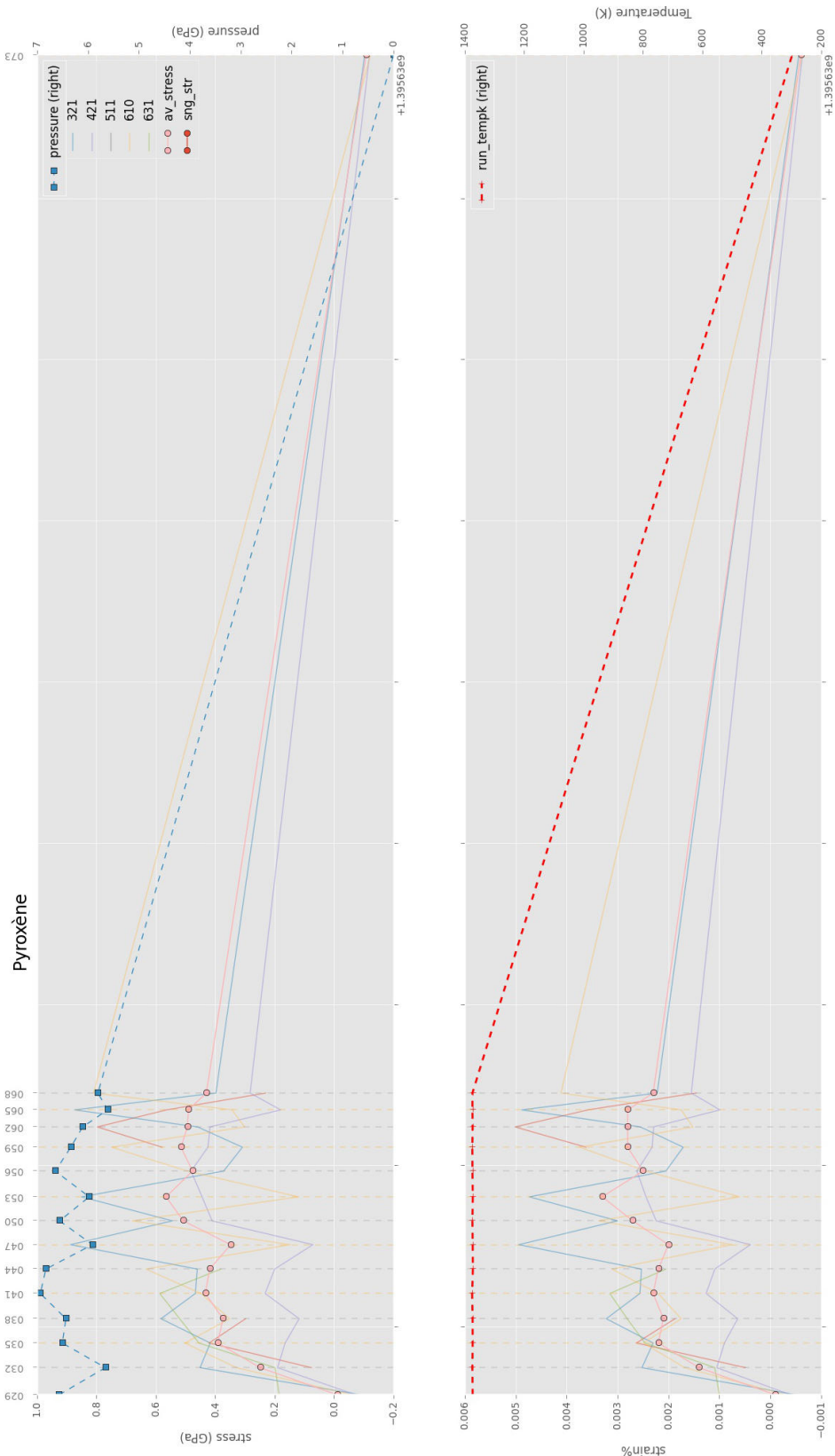


Figure A.20 – Résultats obtenus sur le pyroxène de l'expérience OLI57.



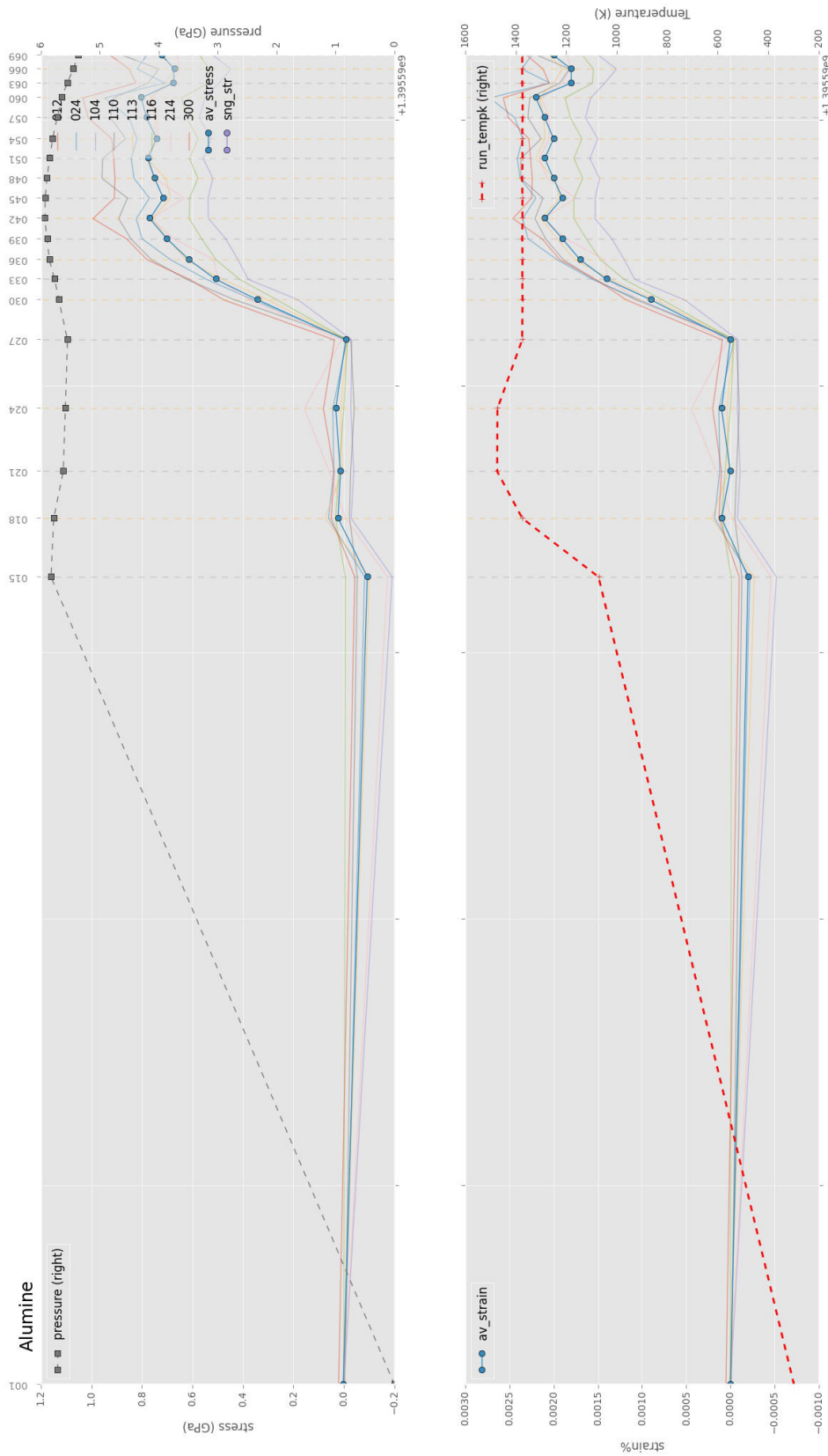


Figure A.21 – Résultats obtenus sur un piston d'alumine de l'expérience OLI57.

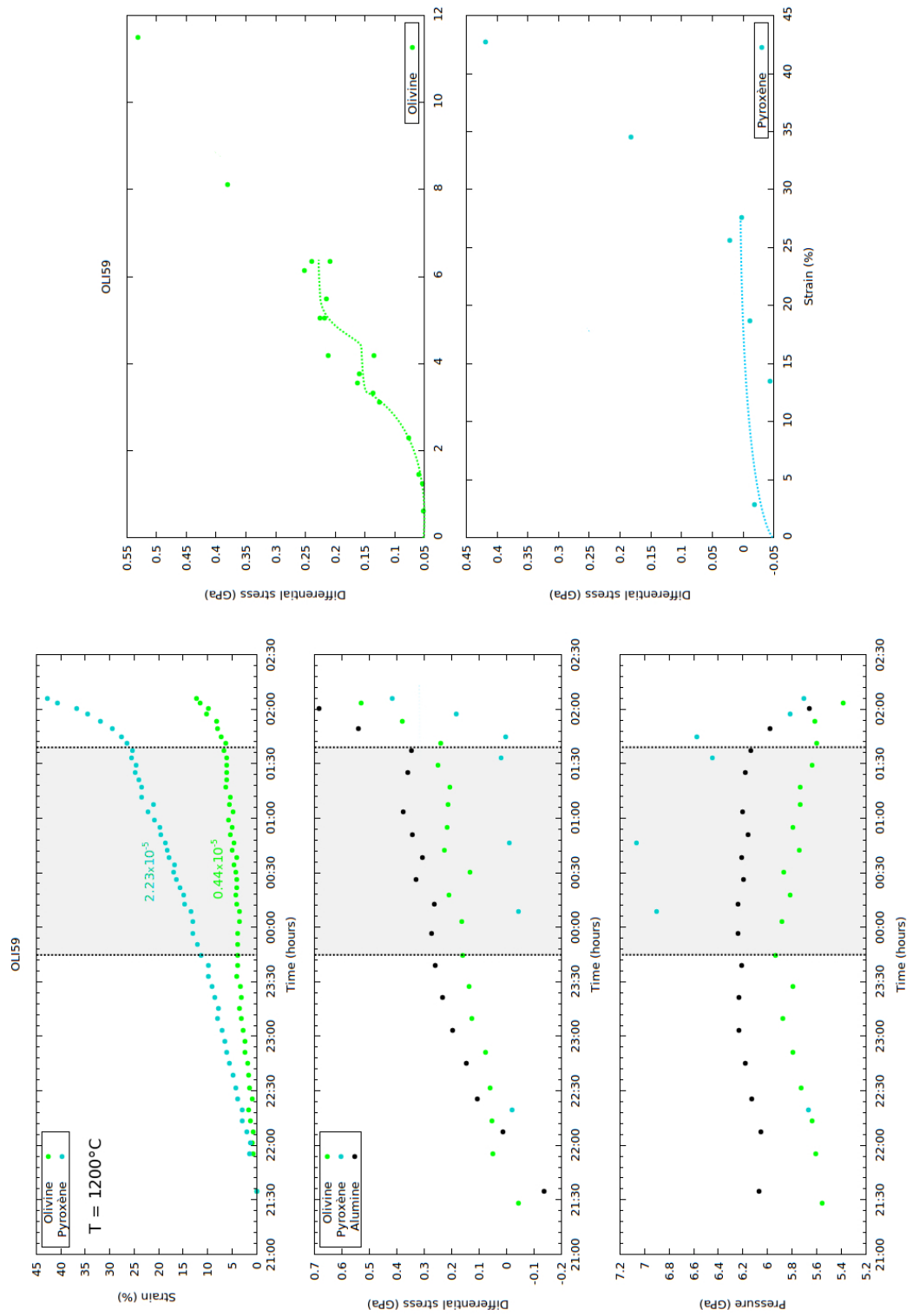


Figure A.22 – Résultats de l'expérience OLI59.

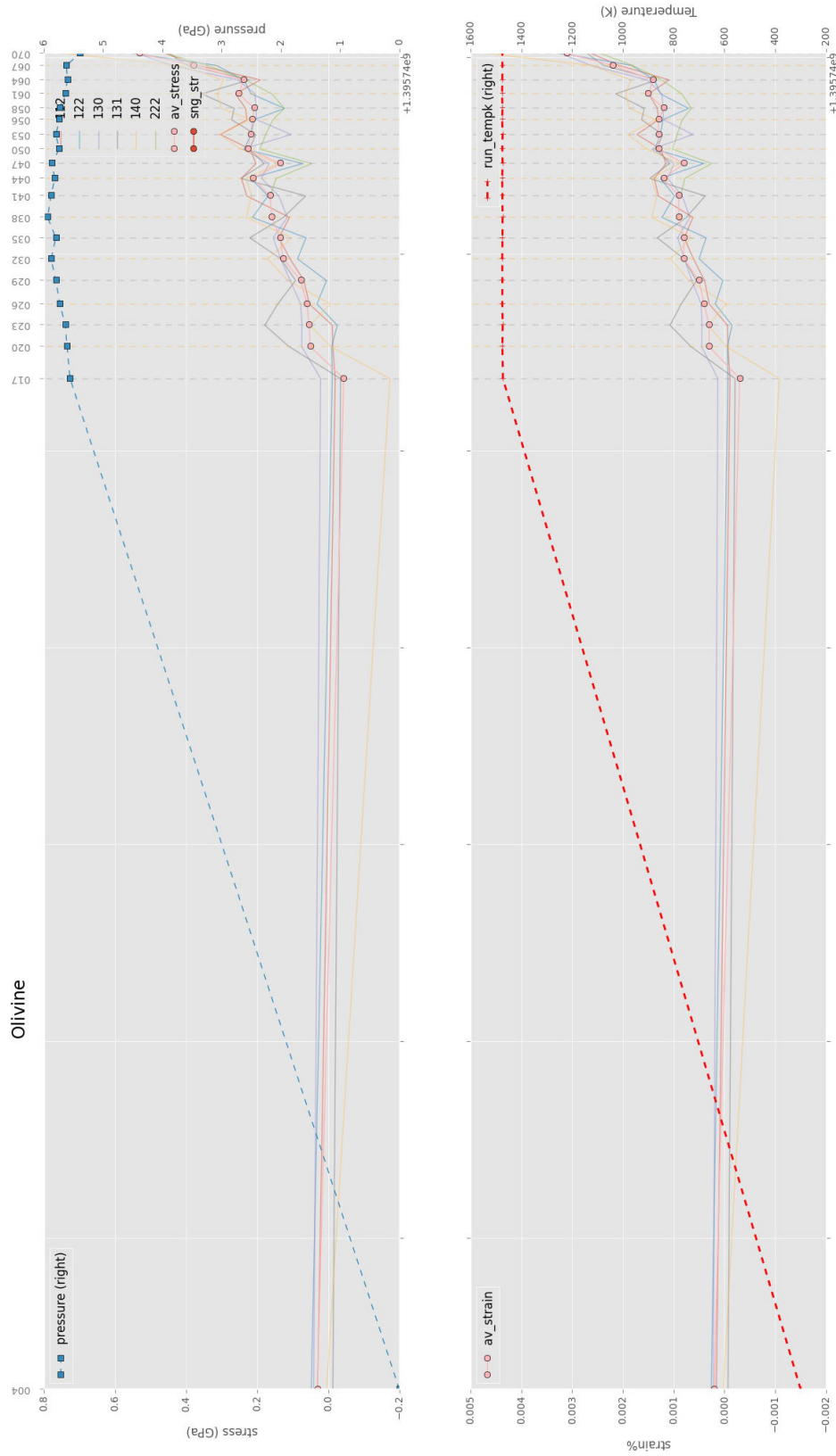


Figure A.23 – Résultats obtenus sur l'olivine de l'expérience OLI59.

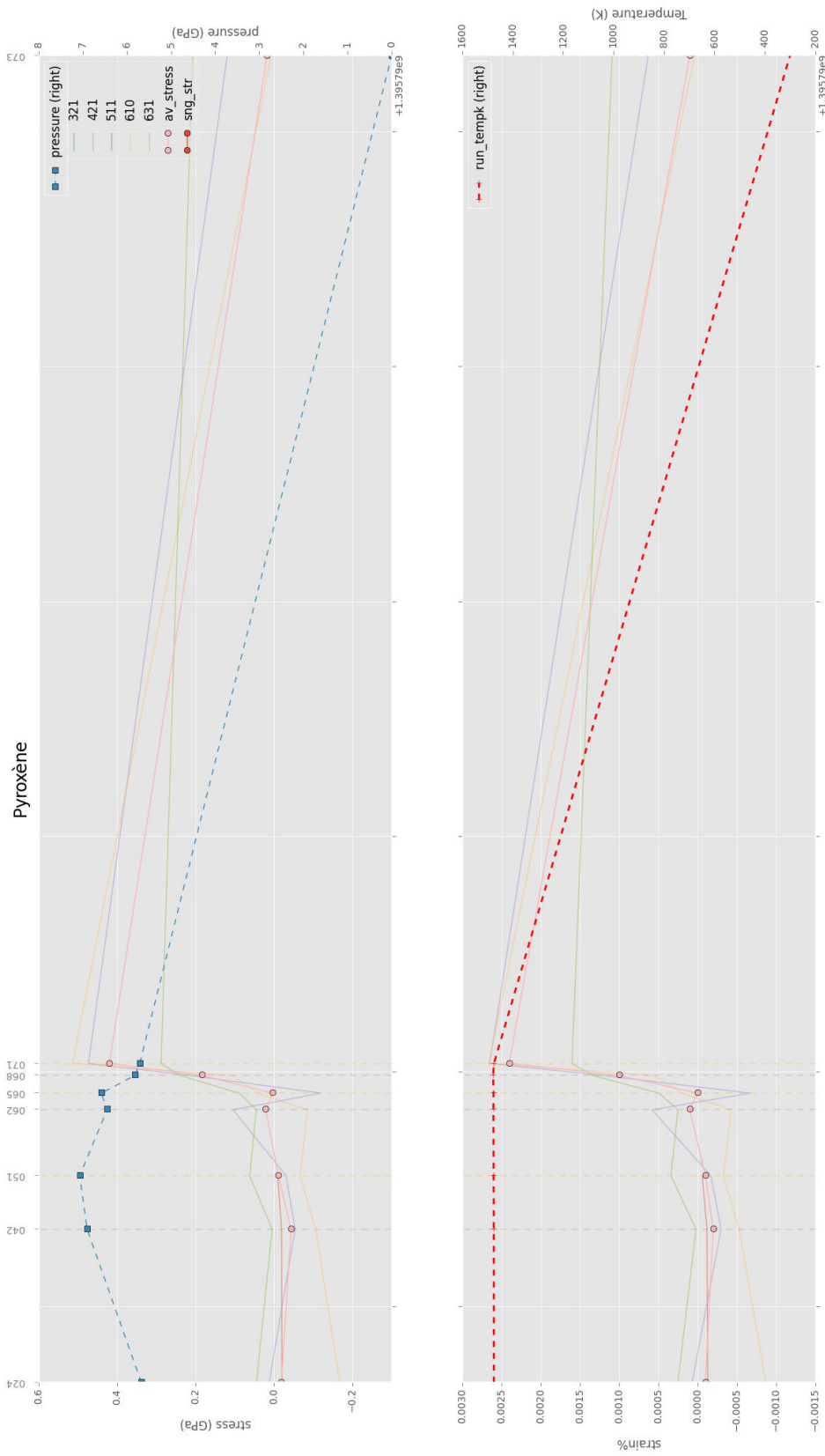


Figure A.24 – Résultats obtenus sur le pyroxène de l'expérience OLI59.

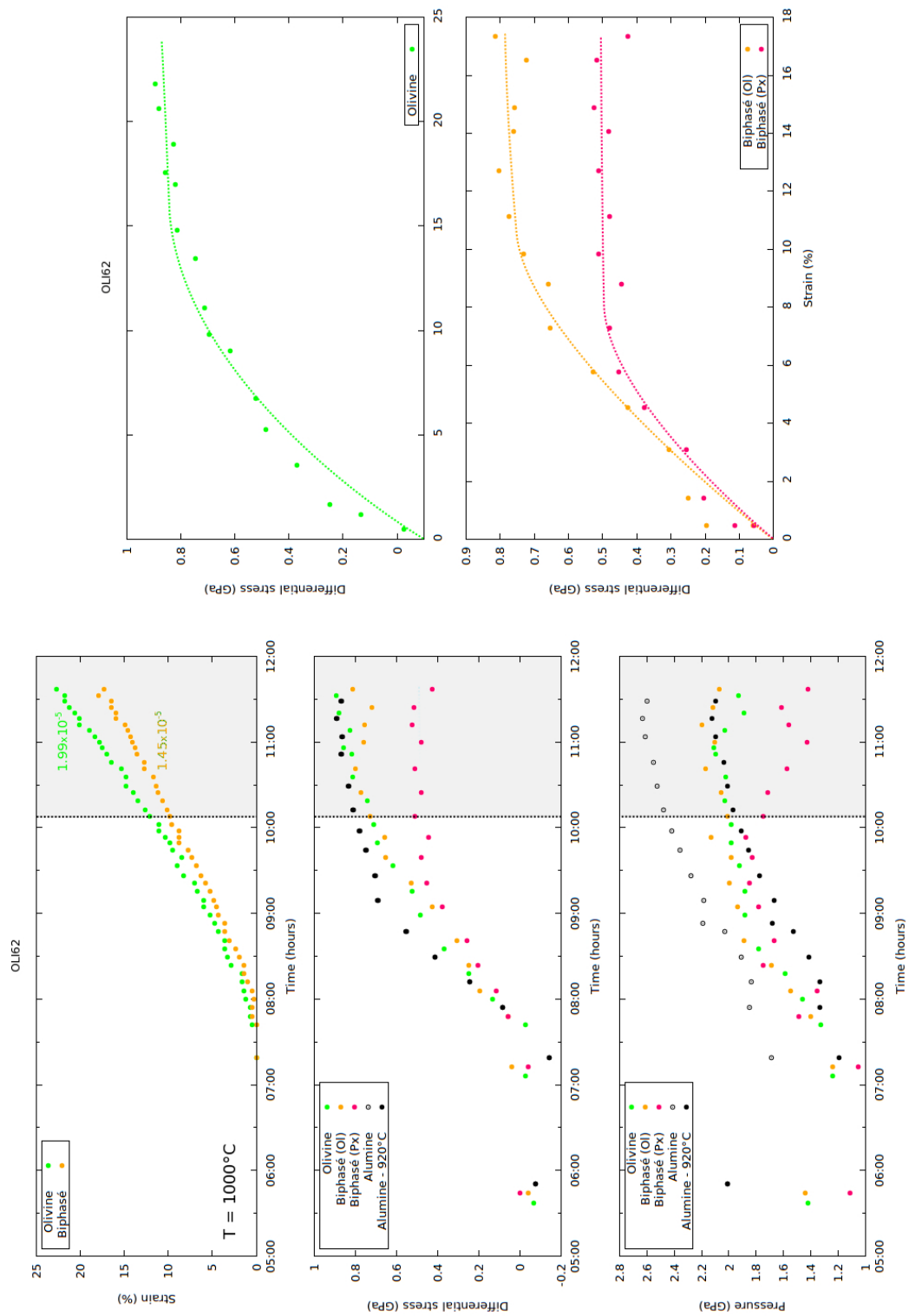


Figure A.25 – Résultats de l'expérience OLI62.

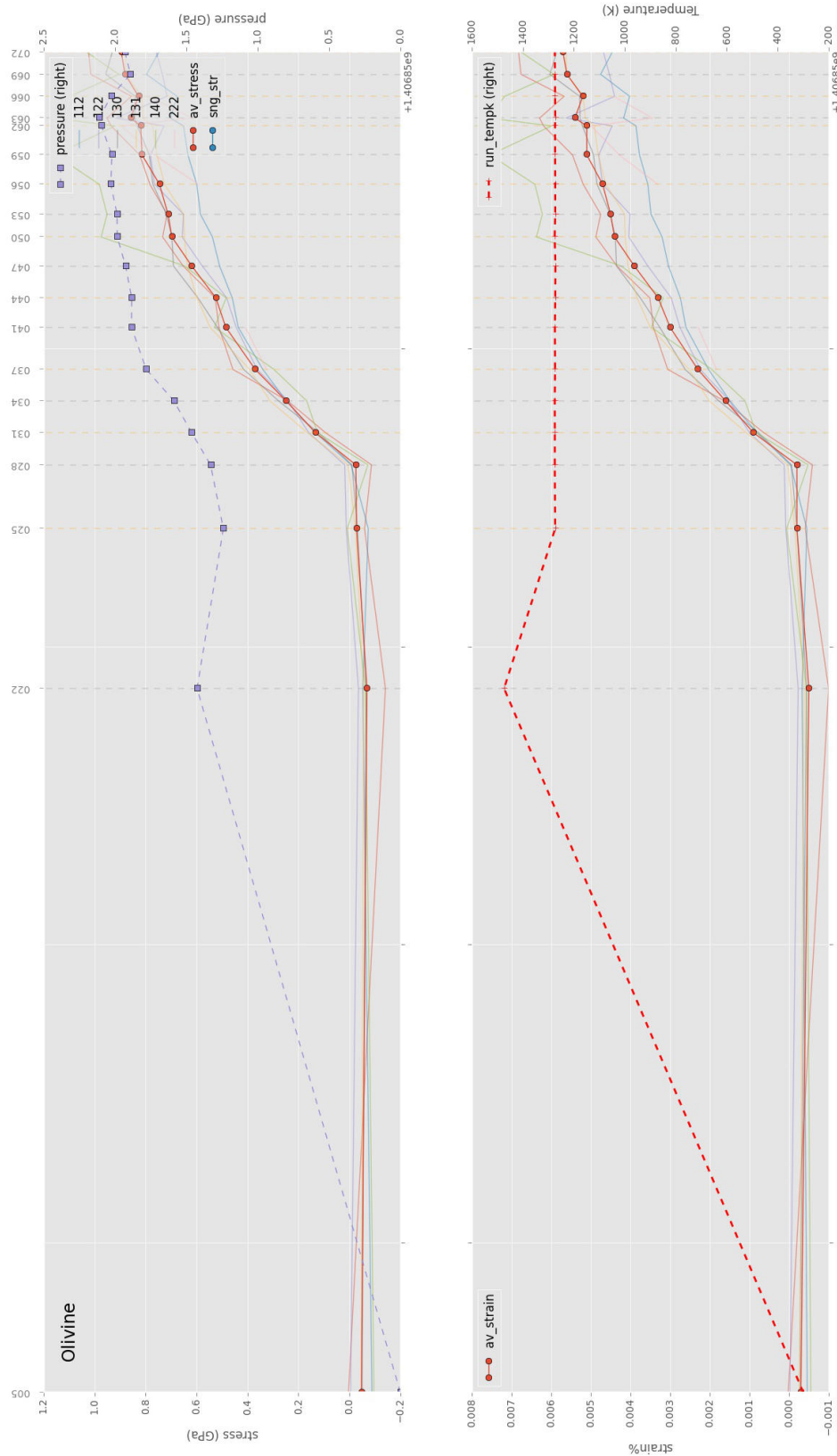


Figure A.26 – Résultats obtenus sur l'olivine de l'expérience OLI62.

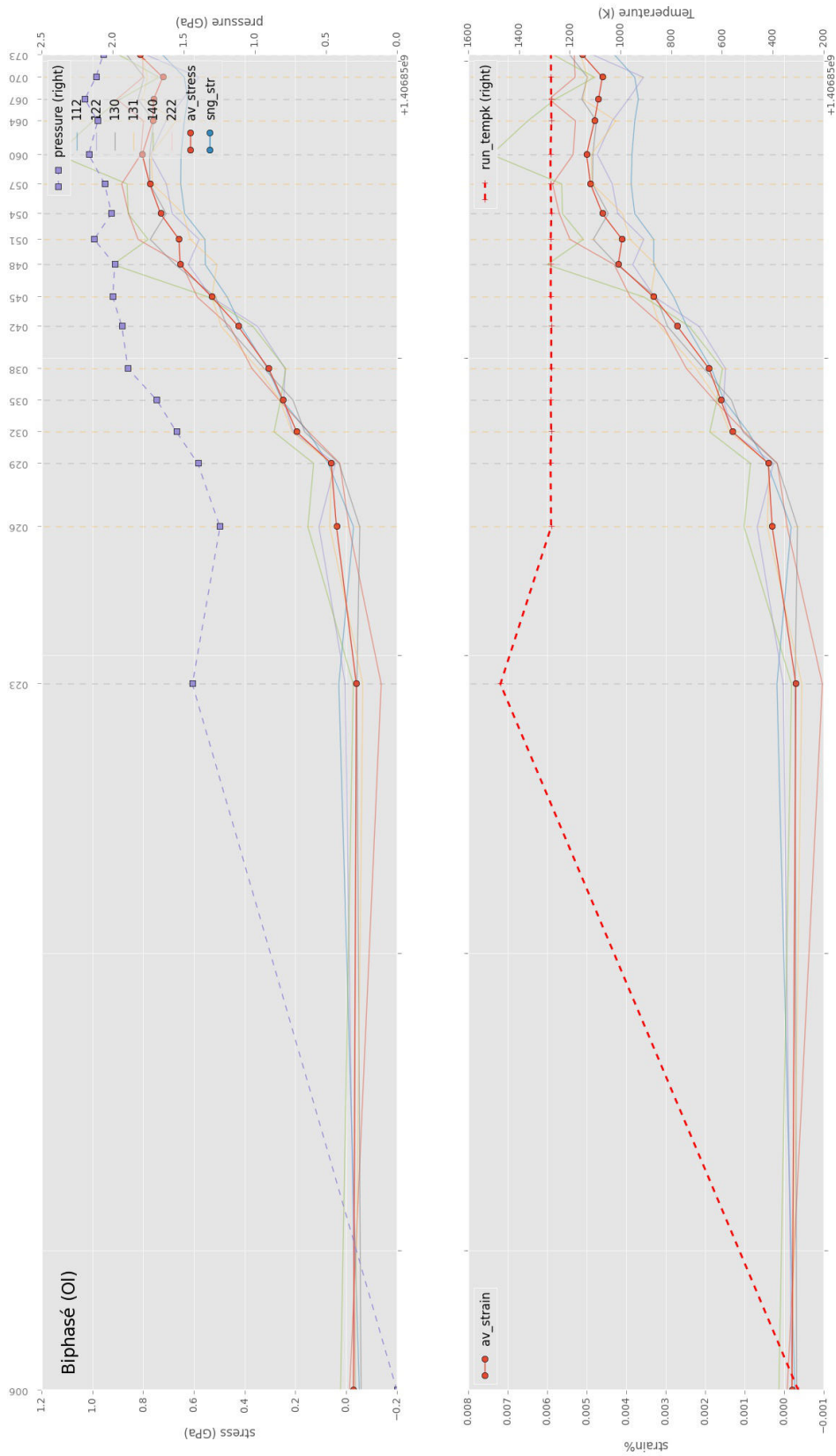


Figure A.27 – Résultats obtenus sur l'olivine de l'échantillon biphasé de l'expérience OLI62.



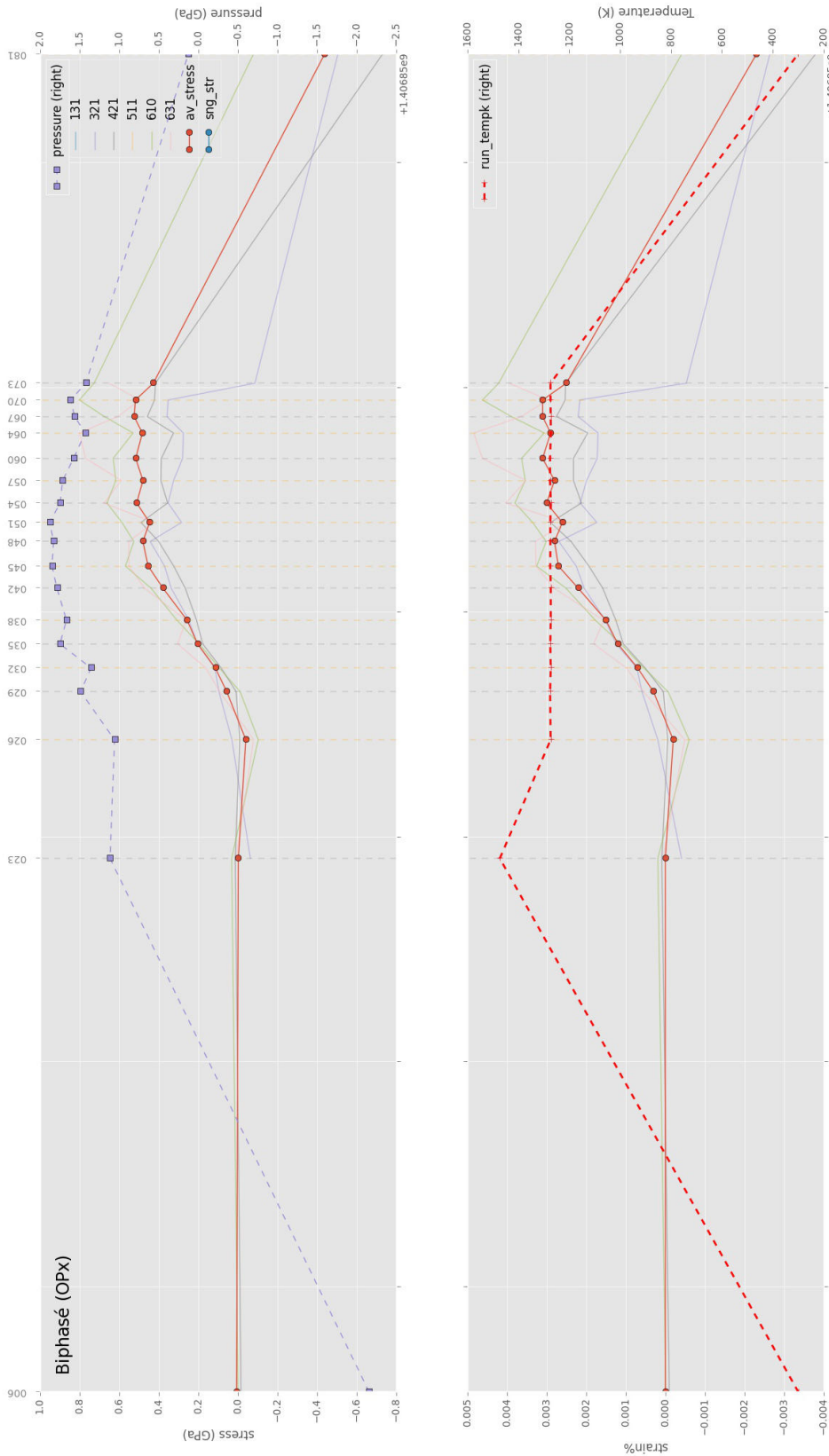


Figure A.28 – Résultats obtenus sur le pyroxène de l'échantillon biphase de l'expérience OL162.

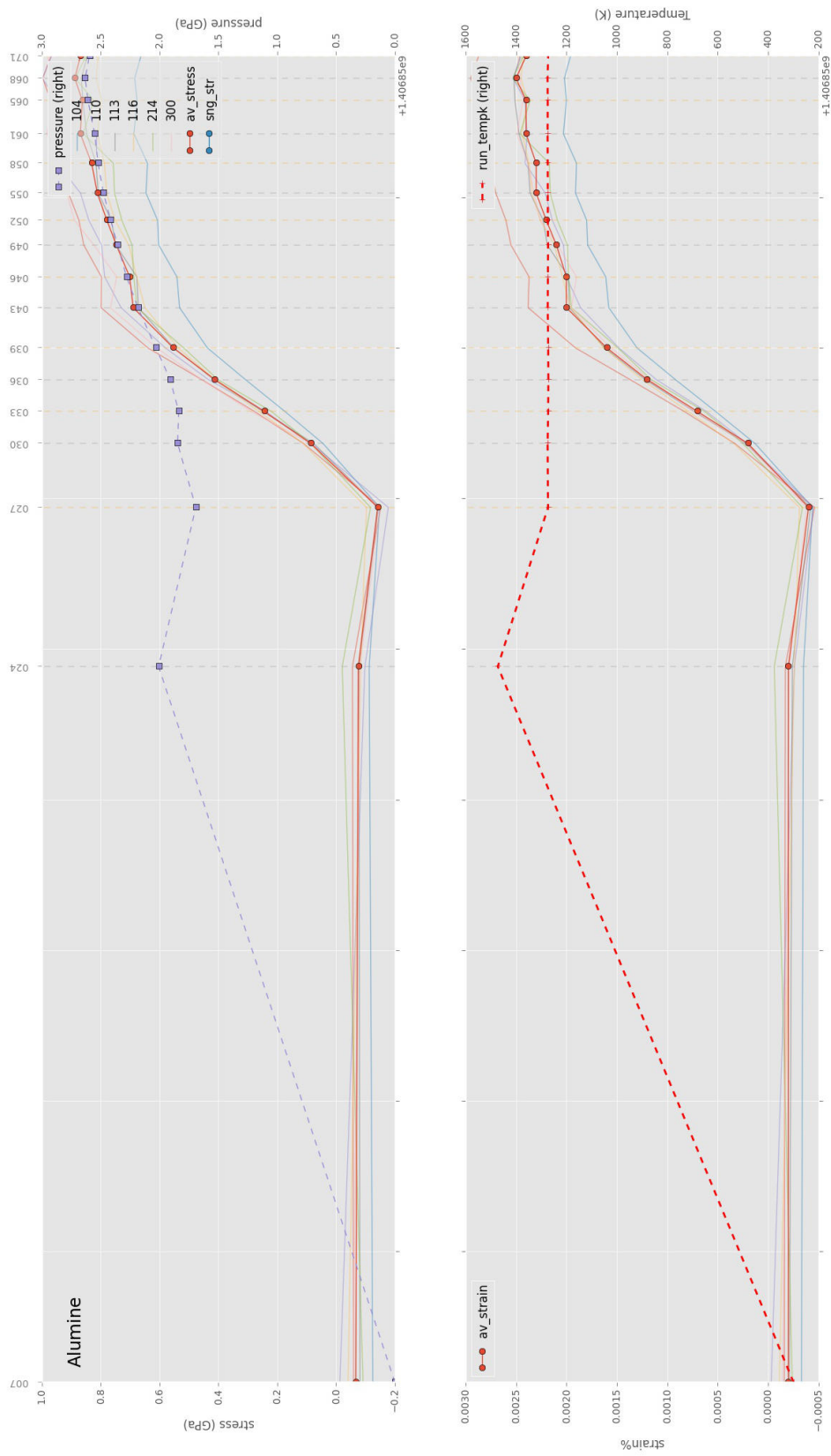


Figure A.29 – Résultats obtenus sur un piston d'alumine de l'expérience OI162.

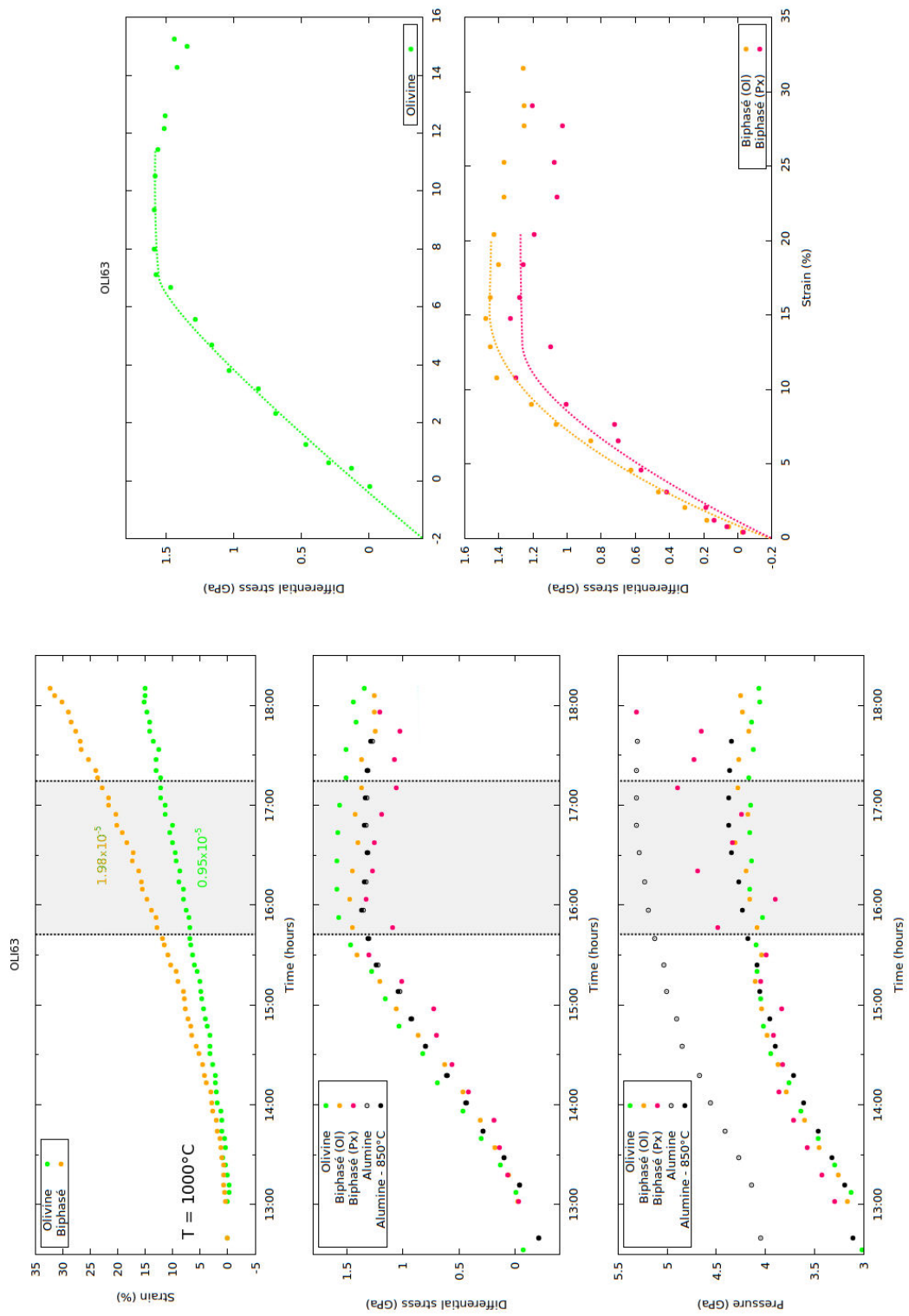


Figure A.30 – Résultats de l'expérience OLI63.

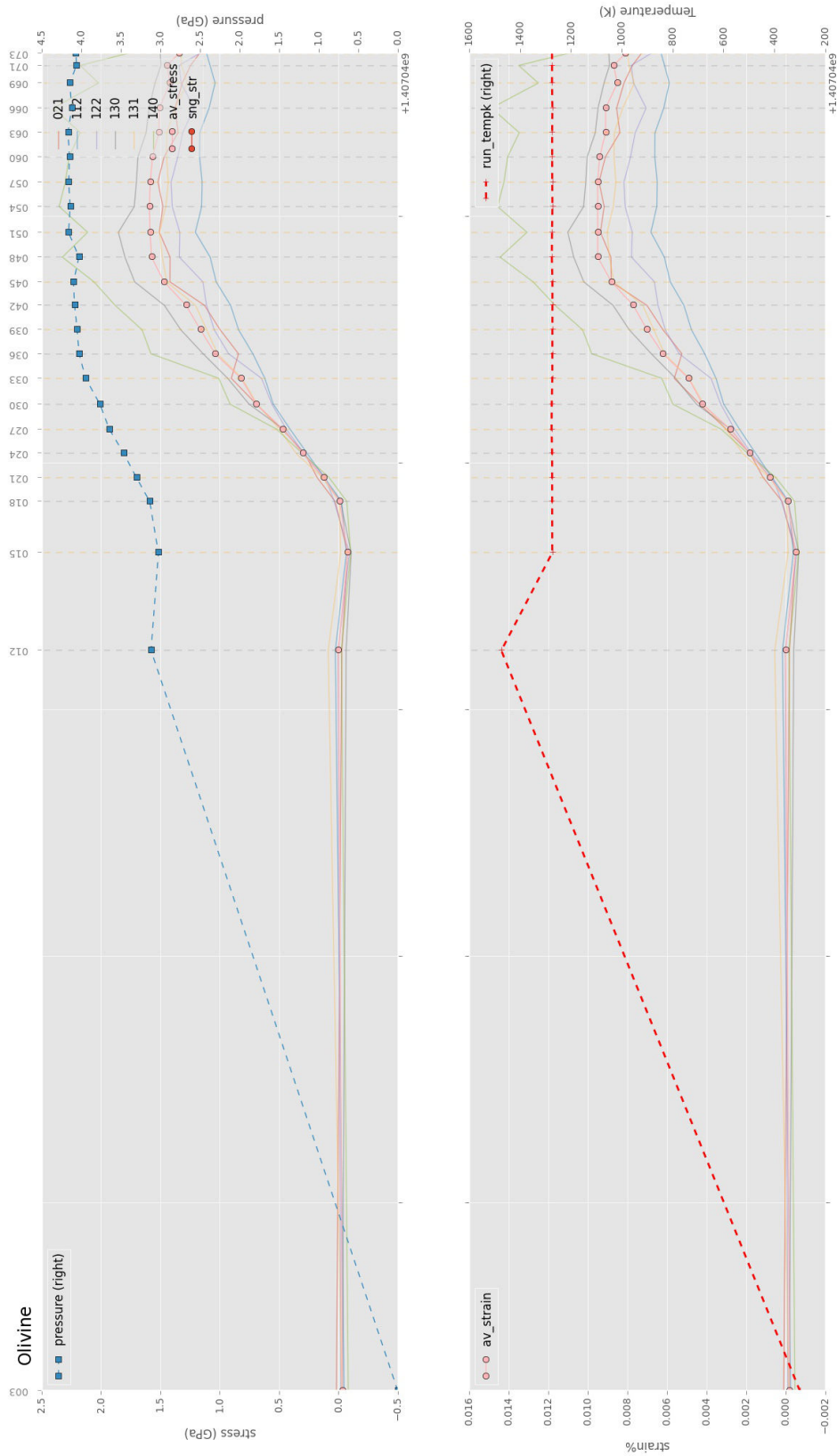


Figure A.31 – Résultats obtenus sur l'olivine de l'expérience OLI63.

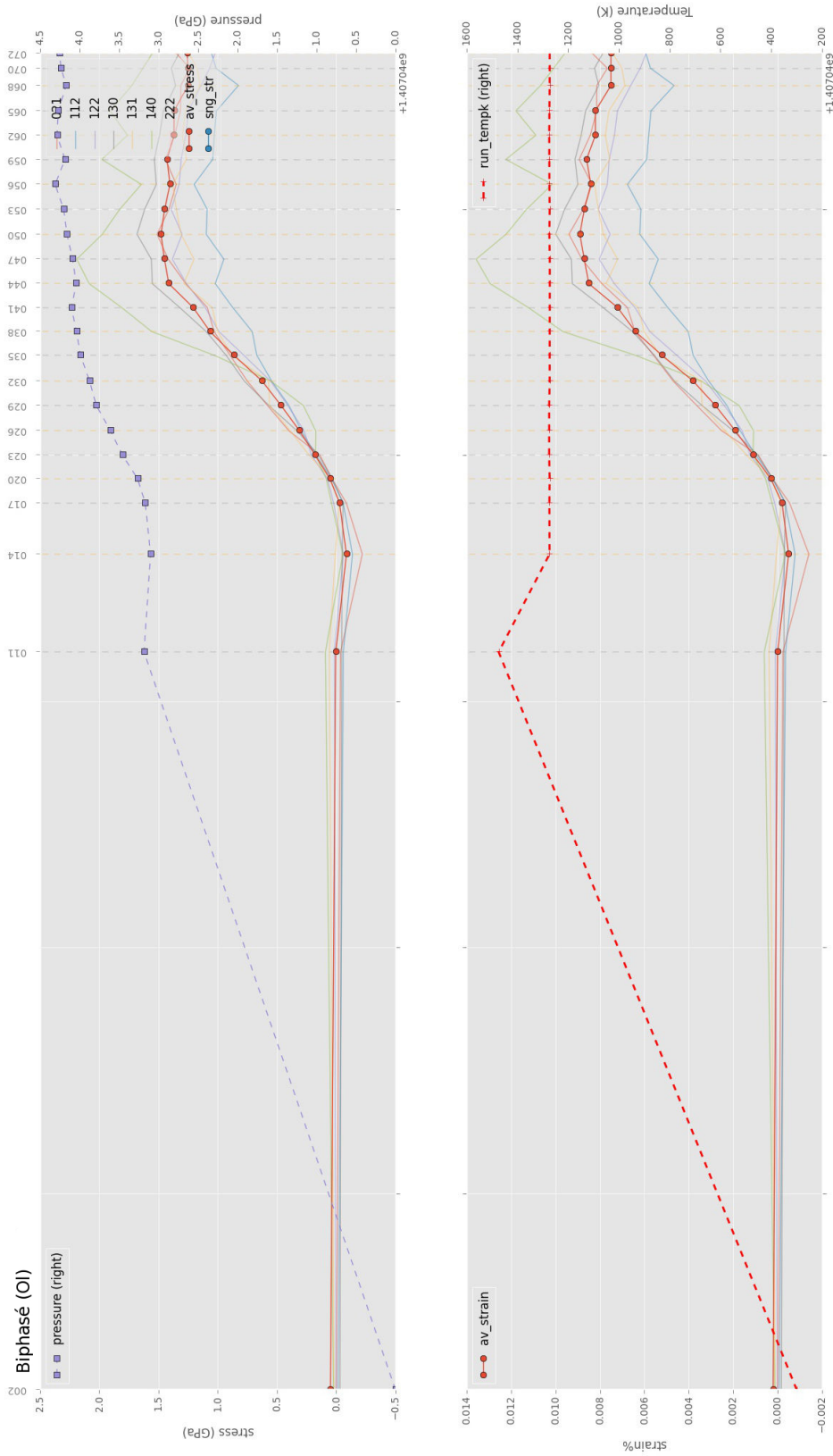


Figure A.32 – Résultats obtenus sur l'olivine de l'échantillon biphase de l'expérience OI63.

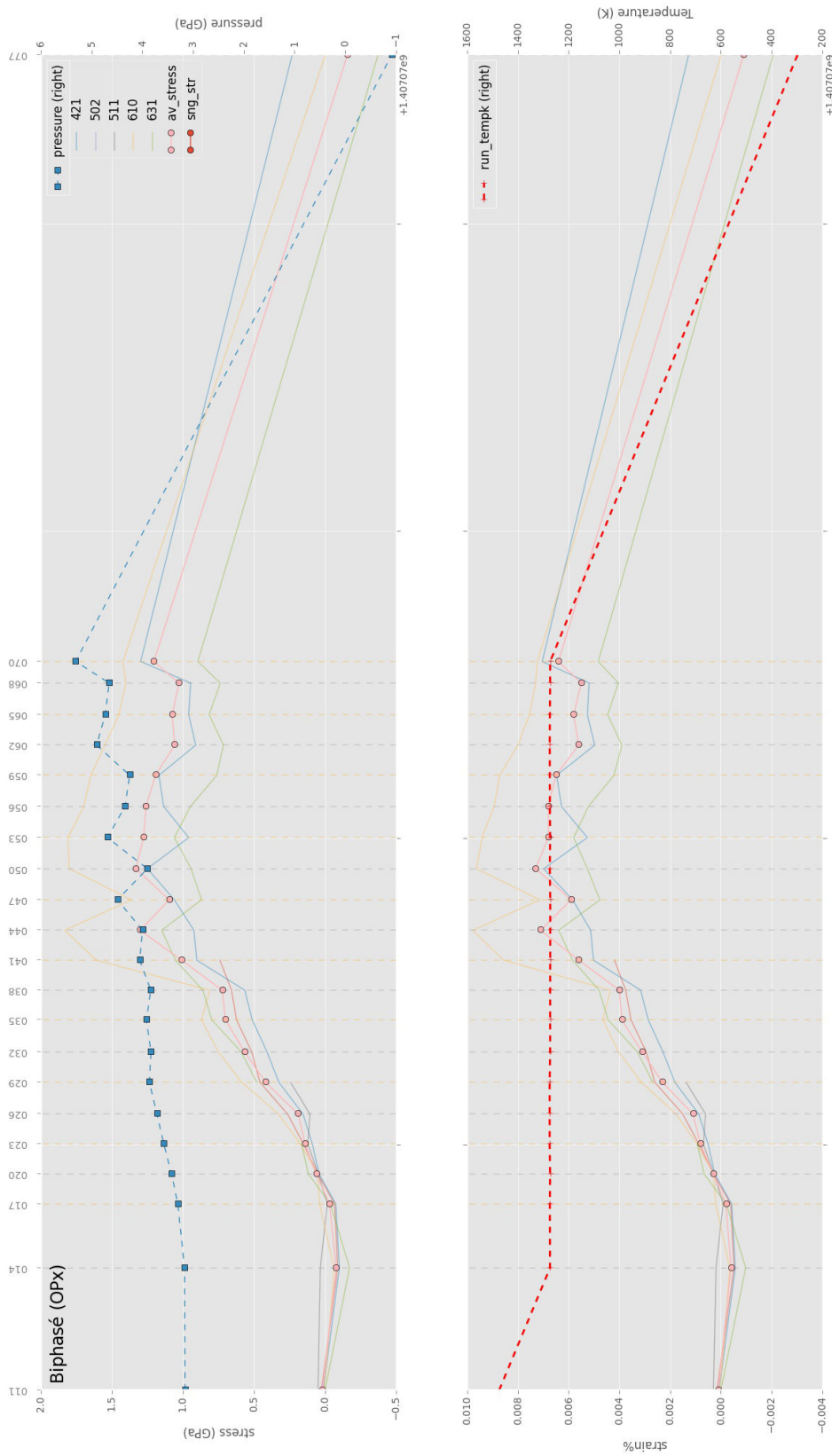


Figure A.33 – Résultats obtenus sur le pyroxène de l'échantillon biphase de l'expérience OL163.

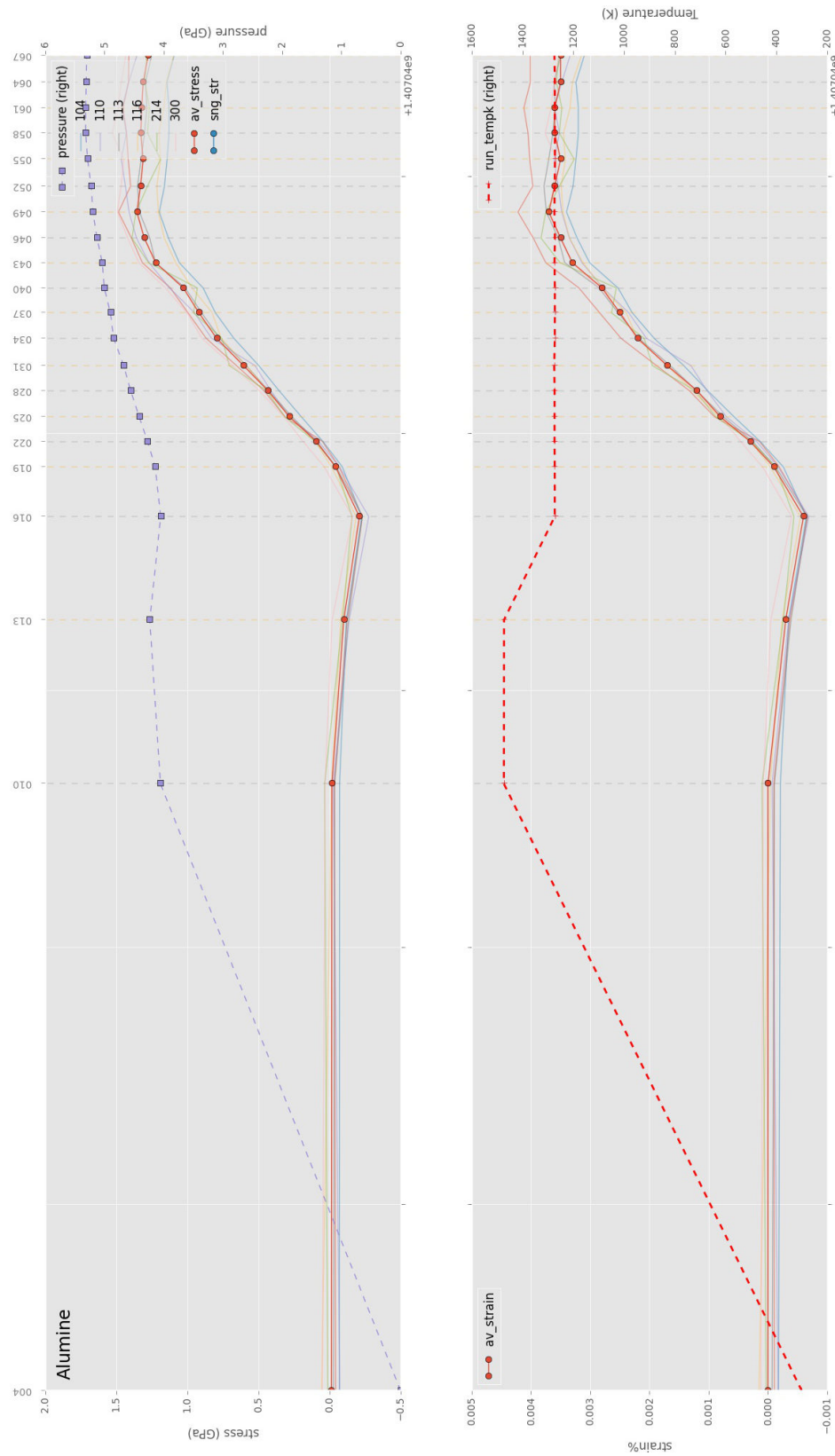


Figure A.34 – Résultats obtenus sur un piston d'alumine de l'expérience OLI63.



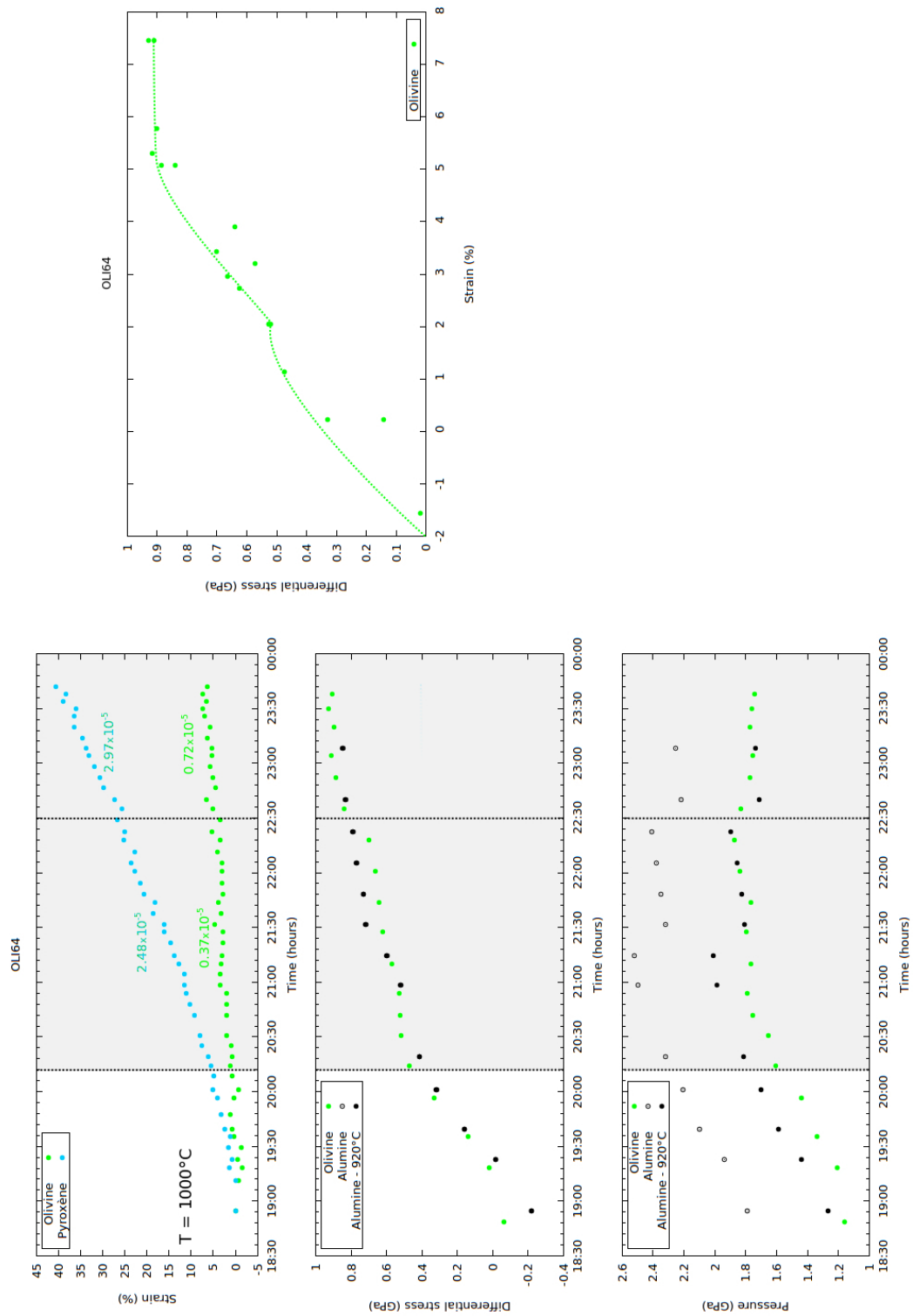


Figure A.35 – Résultats de l'expérience OLI64.

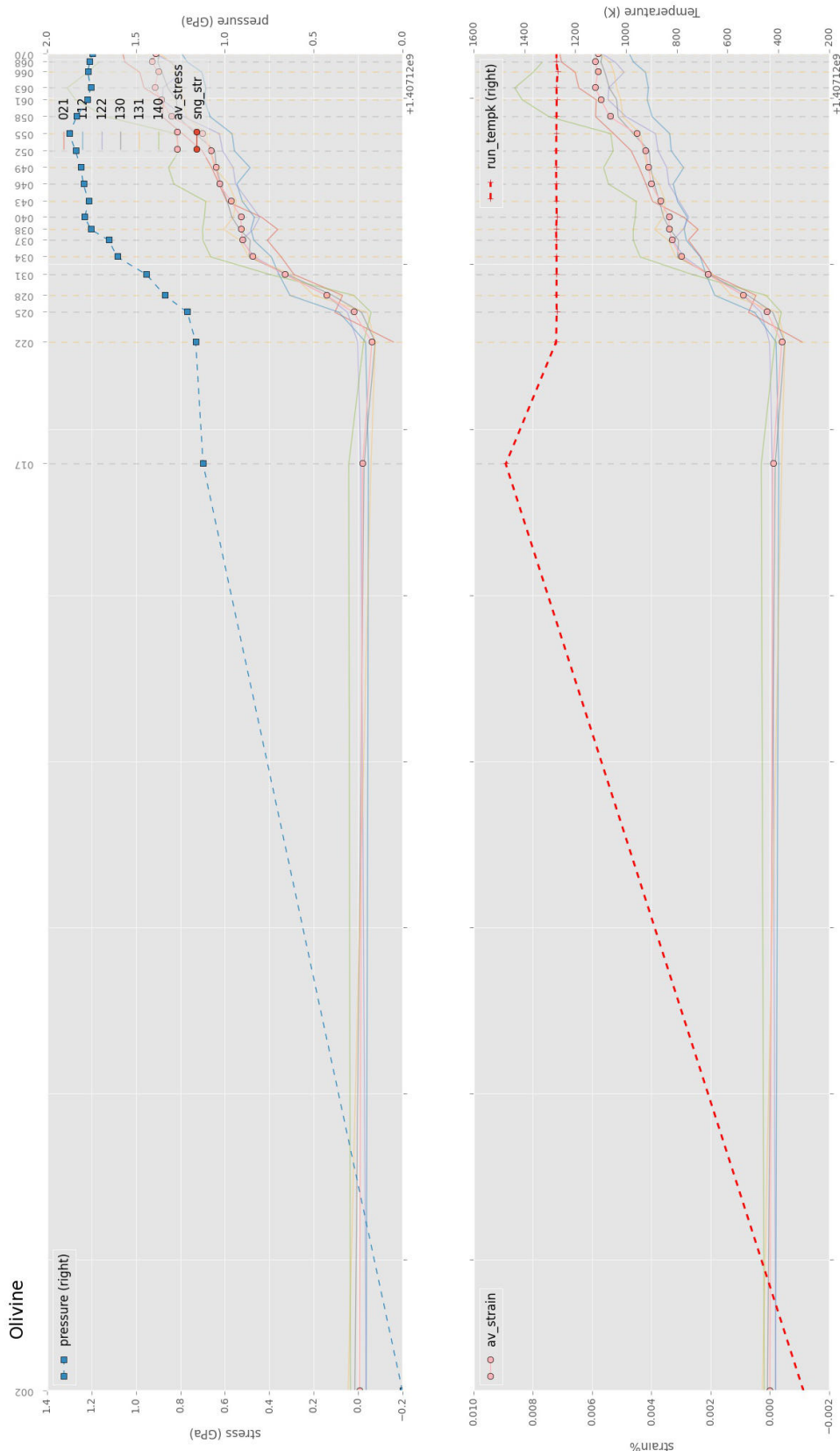


Figure A.36 – Résultats obtenus sur l'olivine de l'expérience OLI64.

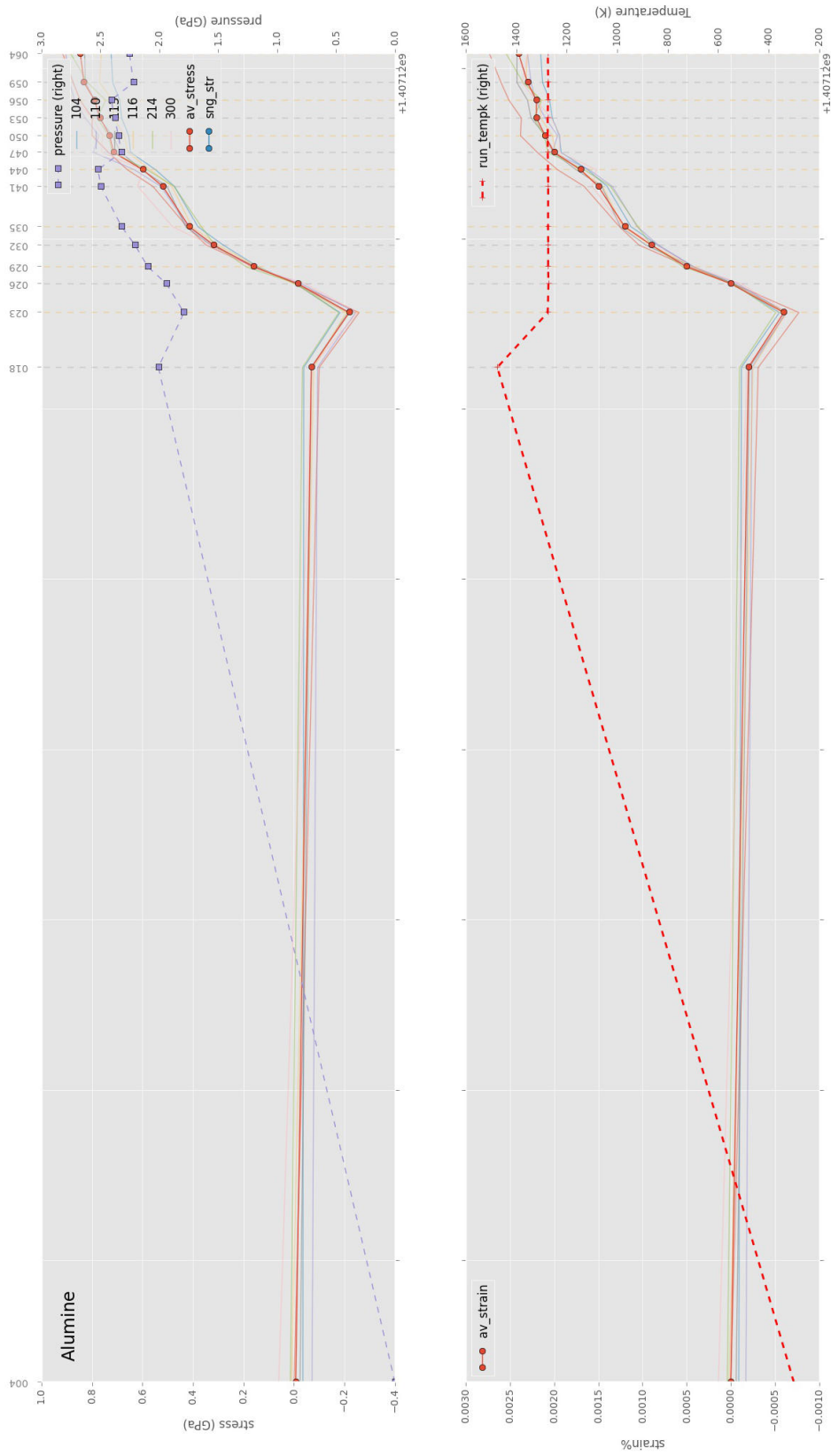


Figure A.37 – Résultats obtenus sur un piston d'alumine de l'expérience OLI64.

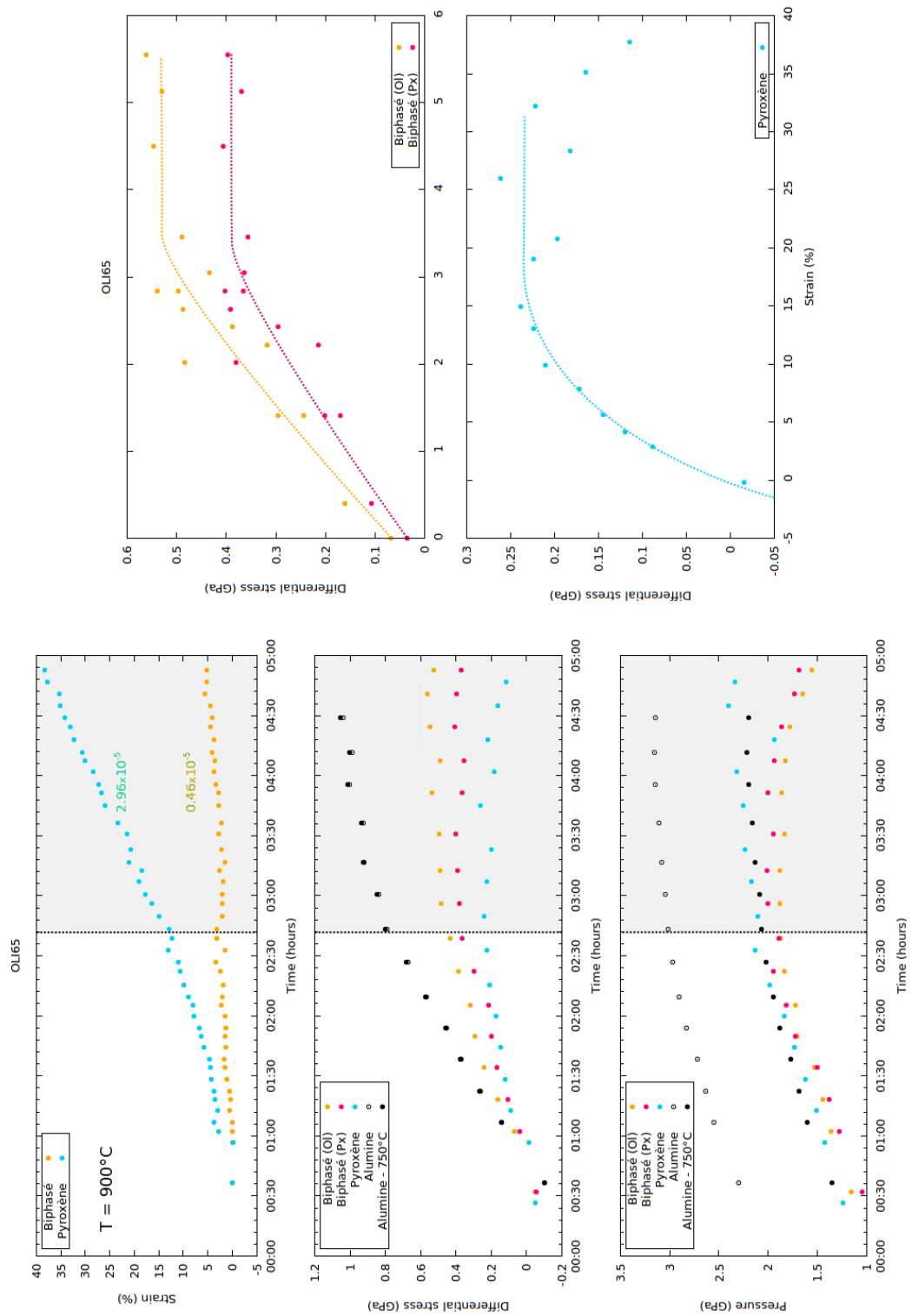


Figure A.38 – Résultats de l'expérience OLI65.

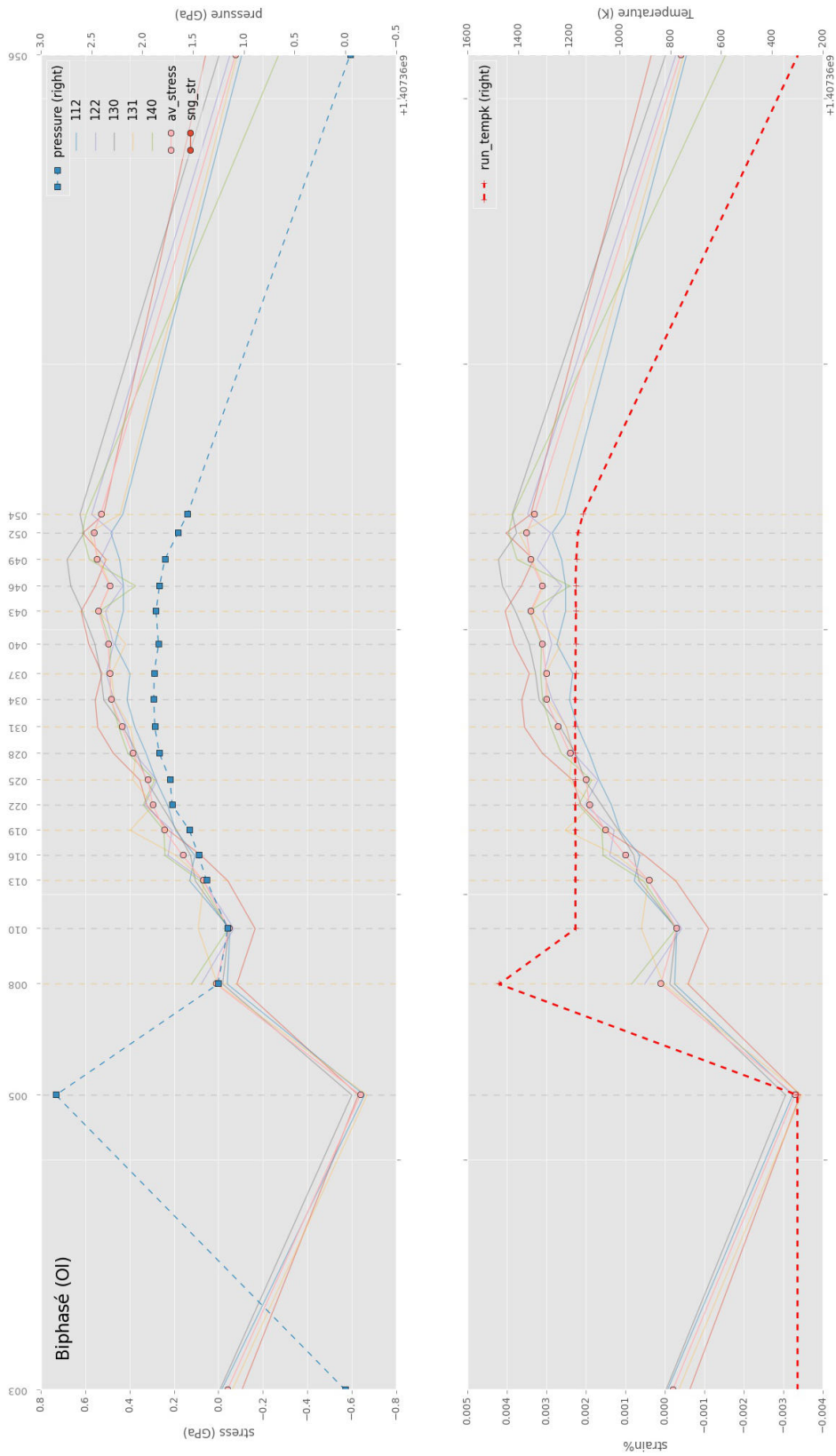


Figure A.39 – Résultats obtenus sur l'olivine de l'échantillon biphasé de l'expérience OLI65.

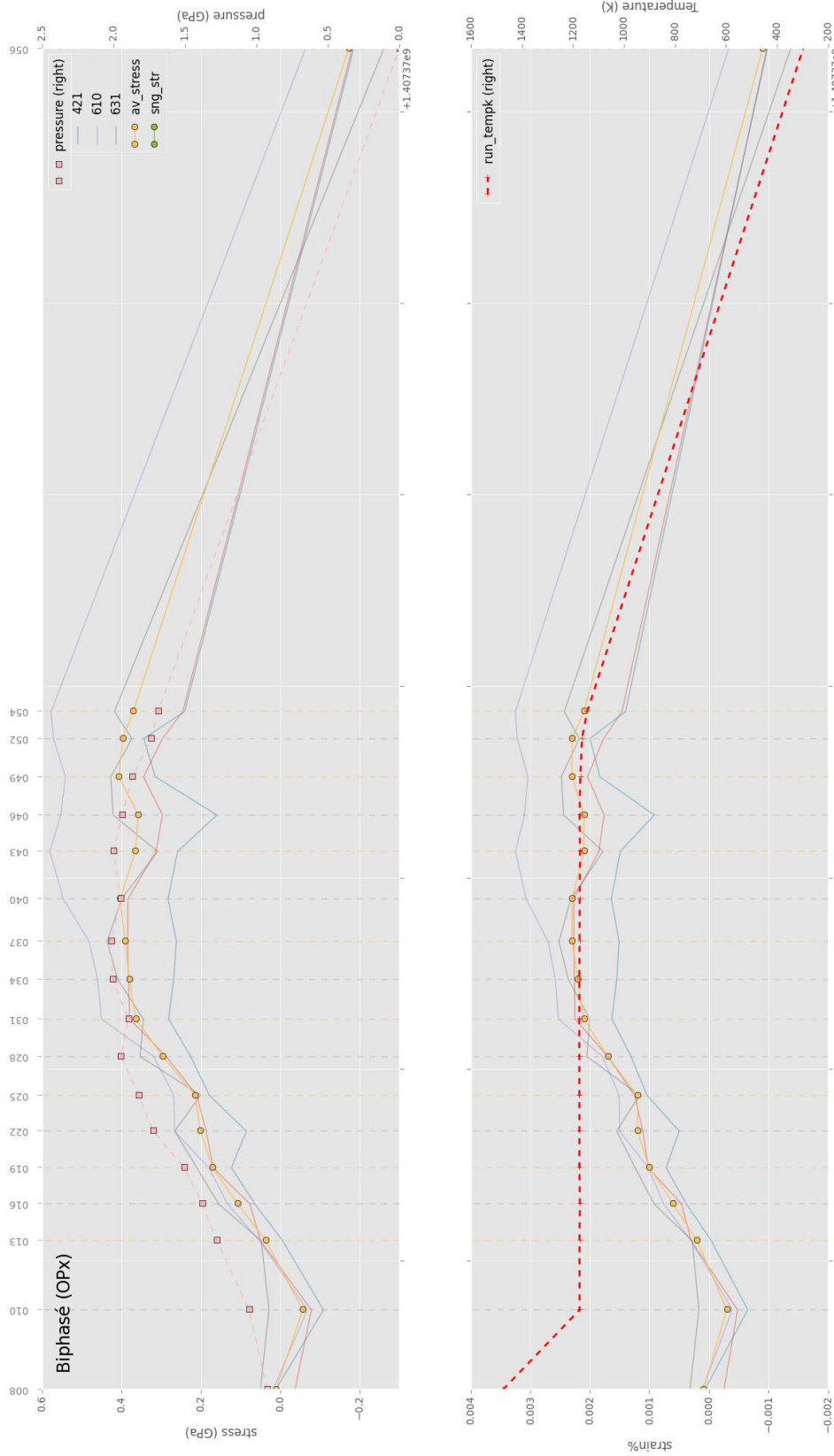


Figure A.40 – Résultats obtenus sur le pyroxène de l'échantillon biphase de l'expérience OL165.

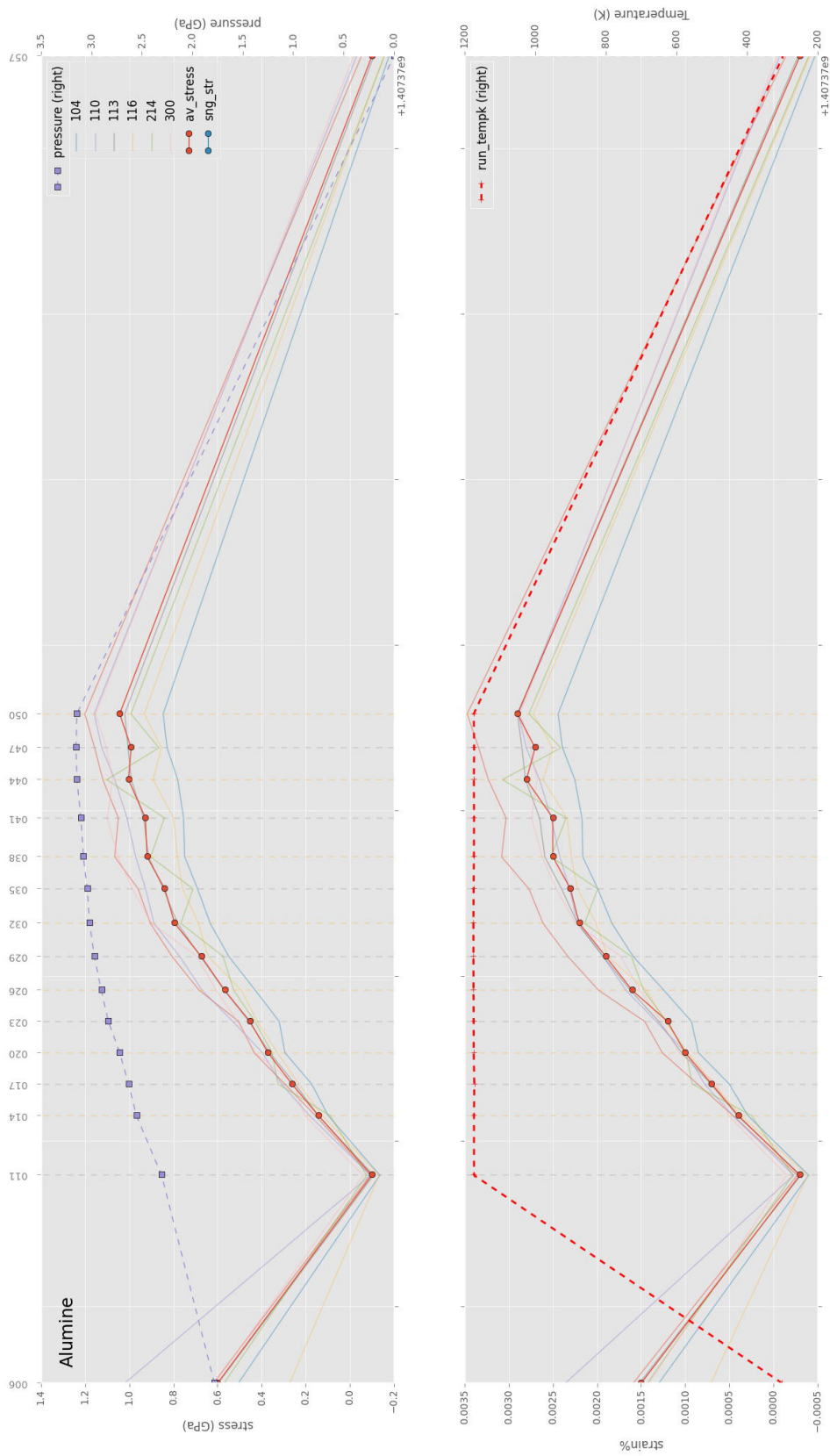
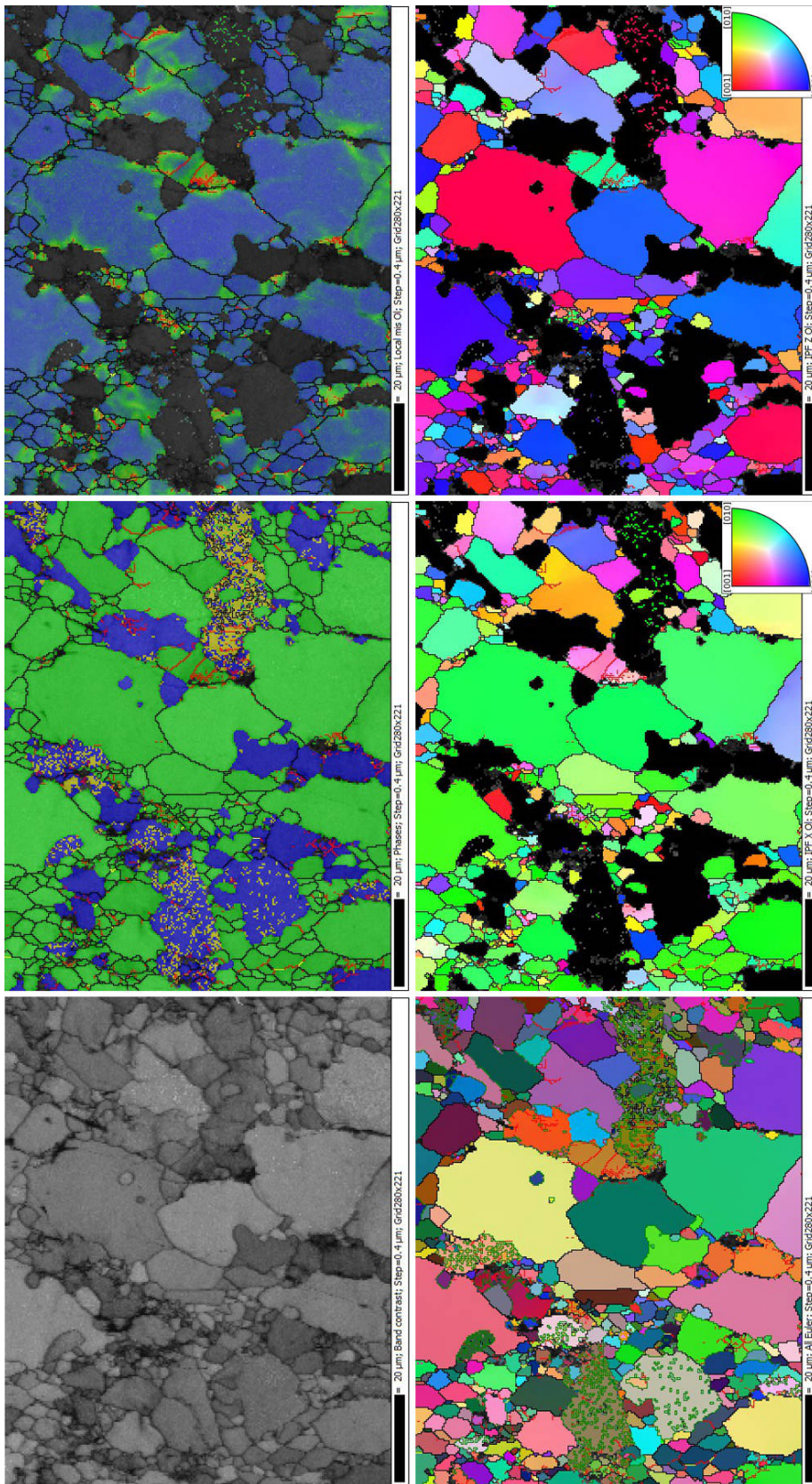


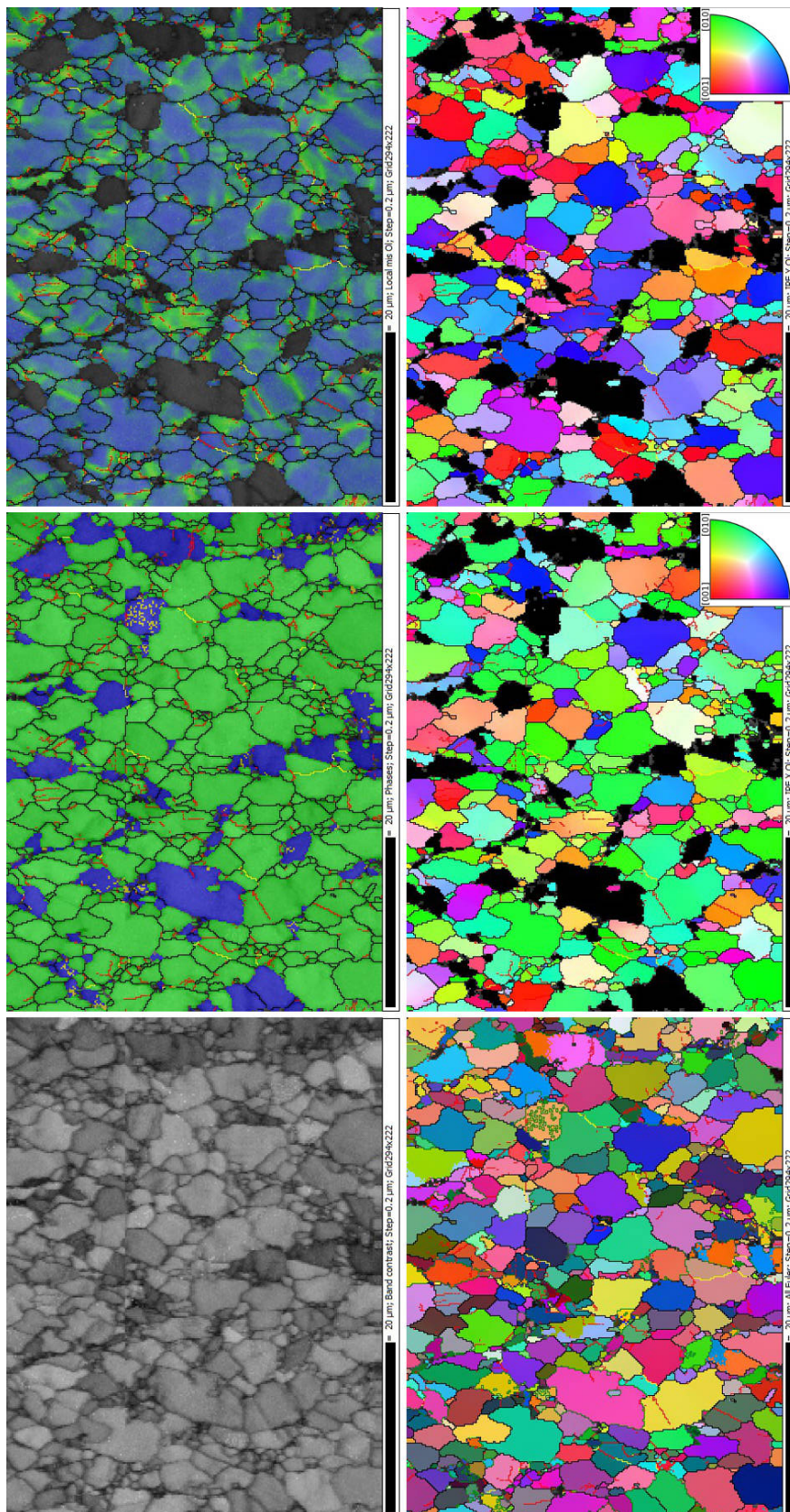
Figure A.41 – Résultats obtenus sur un piston d'alumine de l'expérience OLI65.





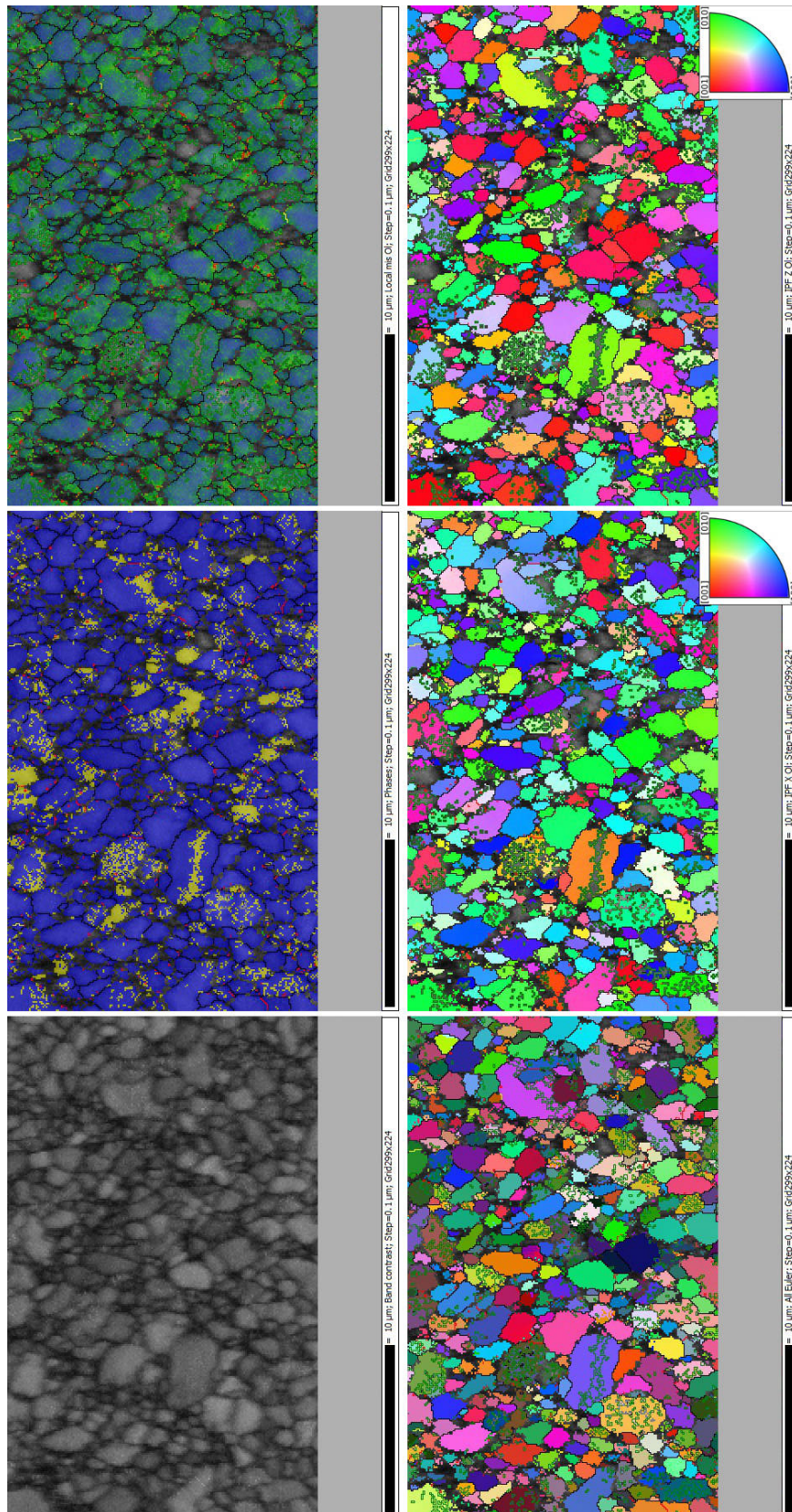
**Figure A.42** – Analyse de l'échantillon d'olivine de l'expérience de déformation OLI45, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases (vert = Ol, bleu = OPx et jaune = LCPX), la désorientation locale du grain (bleu = faible et rouge = élevée), les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. La direction de compression est horizontale pour toutes les images. Les joints de grains sont repérés en noir (désorientation supérieure à 20°) et jaune (entre 15 et 20°), les sous-joints en rouge (entre 2 et 15°) et les interphases en vert.





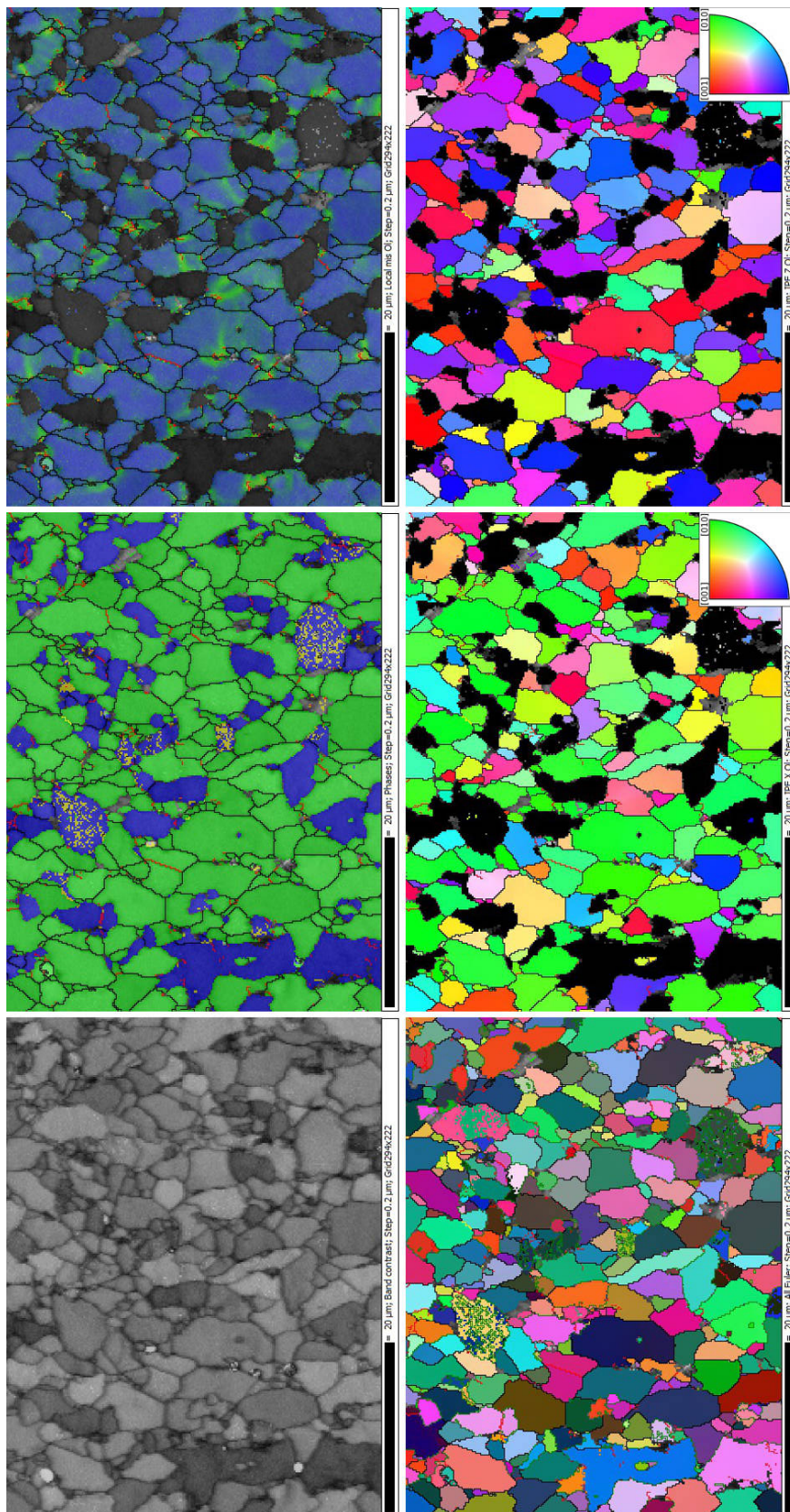
**Figure A.43** – Analyse de l'échantillon d'olivine de l'expérience de déformation OLI47, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases, la désorientation locale du grain, les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. Pour plus d'informations, voir la légende de la figure A.42.





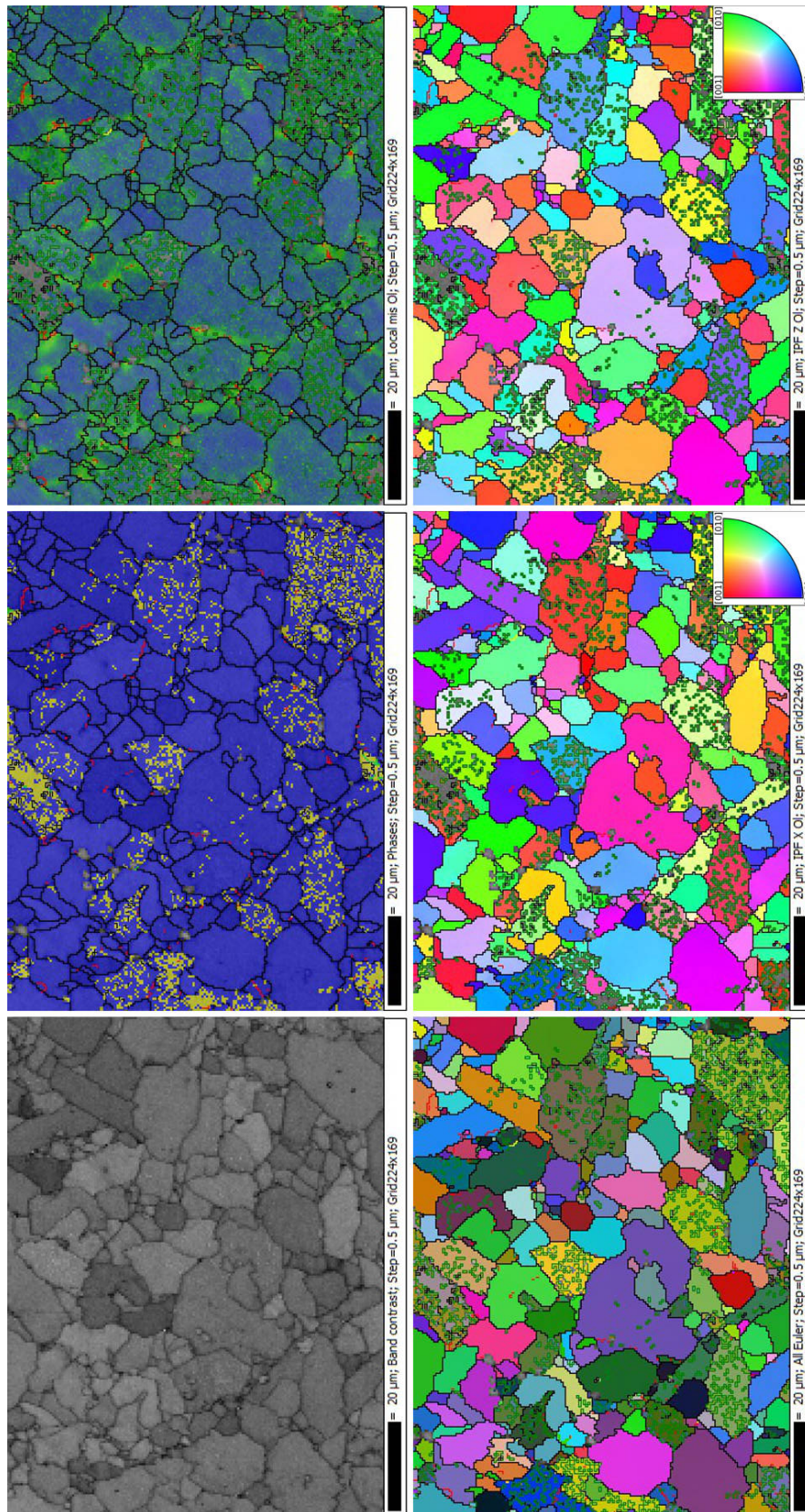
**Figure A.44** – Analyse de l'échantillon de pyroxène de l'expérience de déformation OL147, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases, la désorientation locale du grain, les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. Pour plus d'informations, voir la légende de la figure A.42.





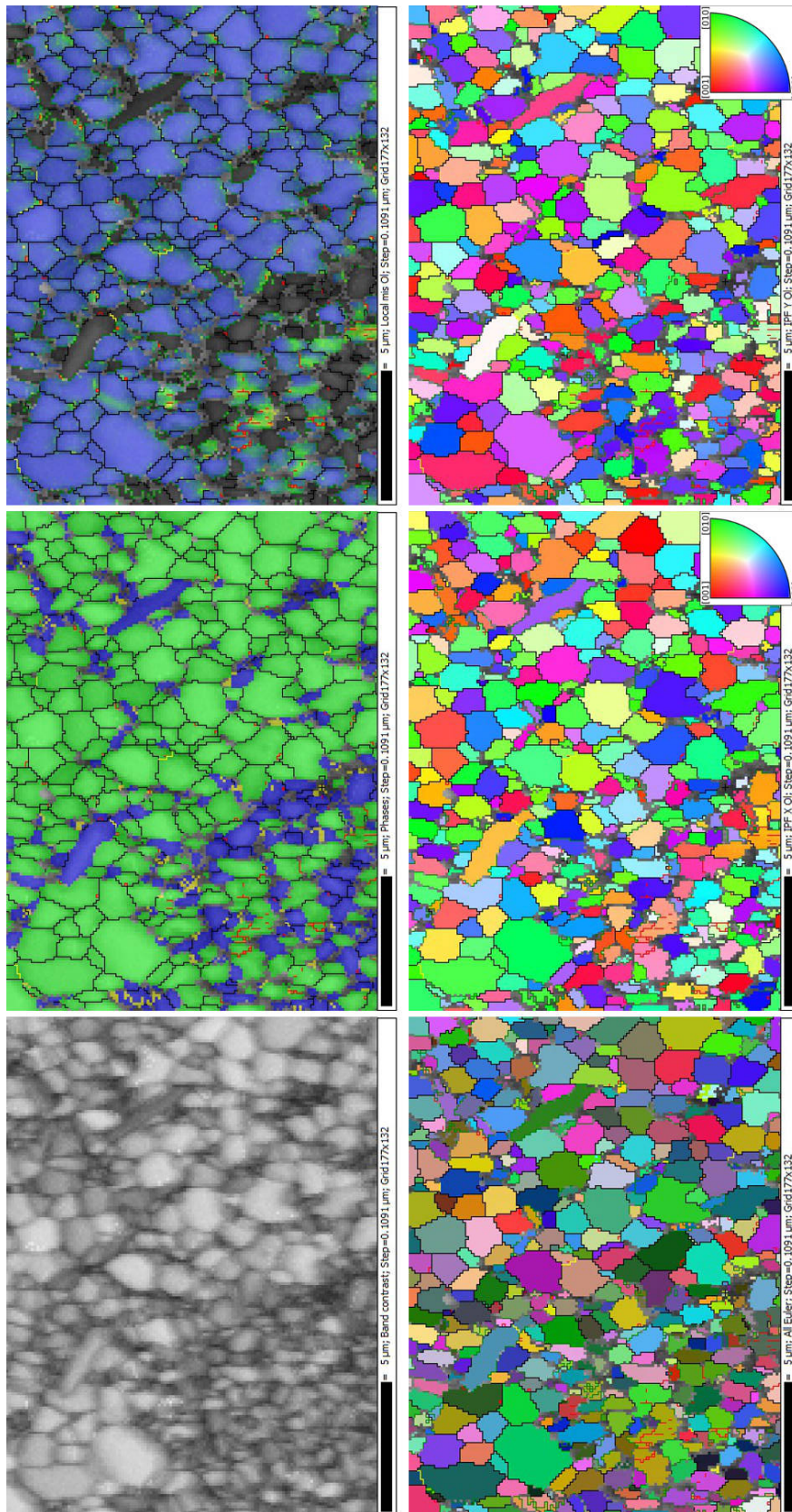
**Figure A.45** – Analyse de l'échantillon d'olivine de l'expérience de déformation OLI48, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases, la désorientation locale du grain, les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. Pour plus d'informations, voir la légende de la figure A.42.





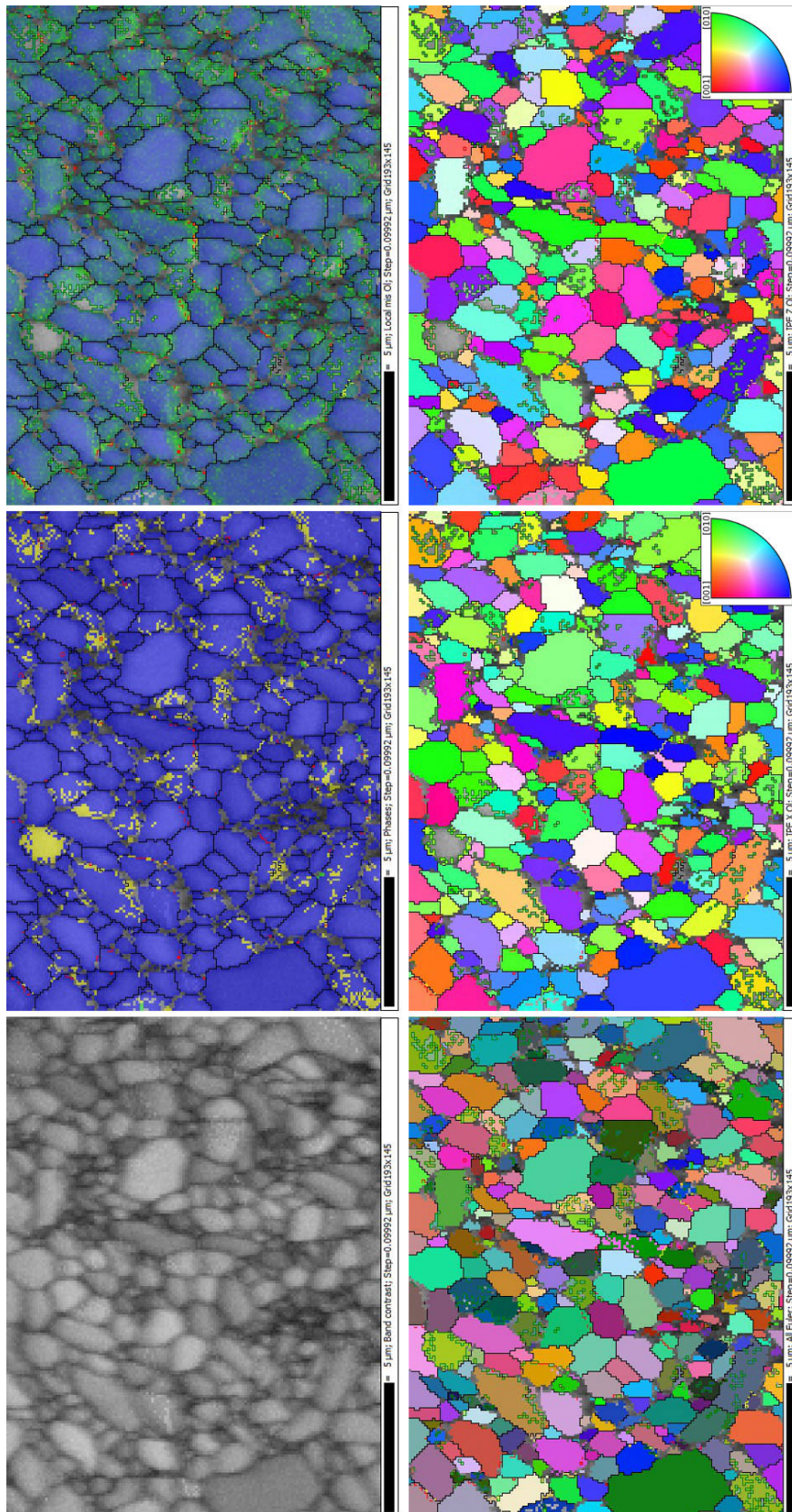
**Figure A.46** — Analyse de l'échantillon de pyroxène de déformation OL148, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases, la désorientation locale du grain, les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. Pour plus d'informations, voir la légende de la figure A.42.





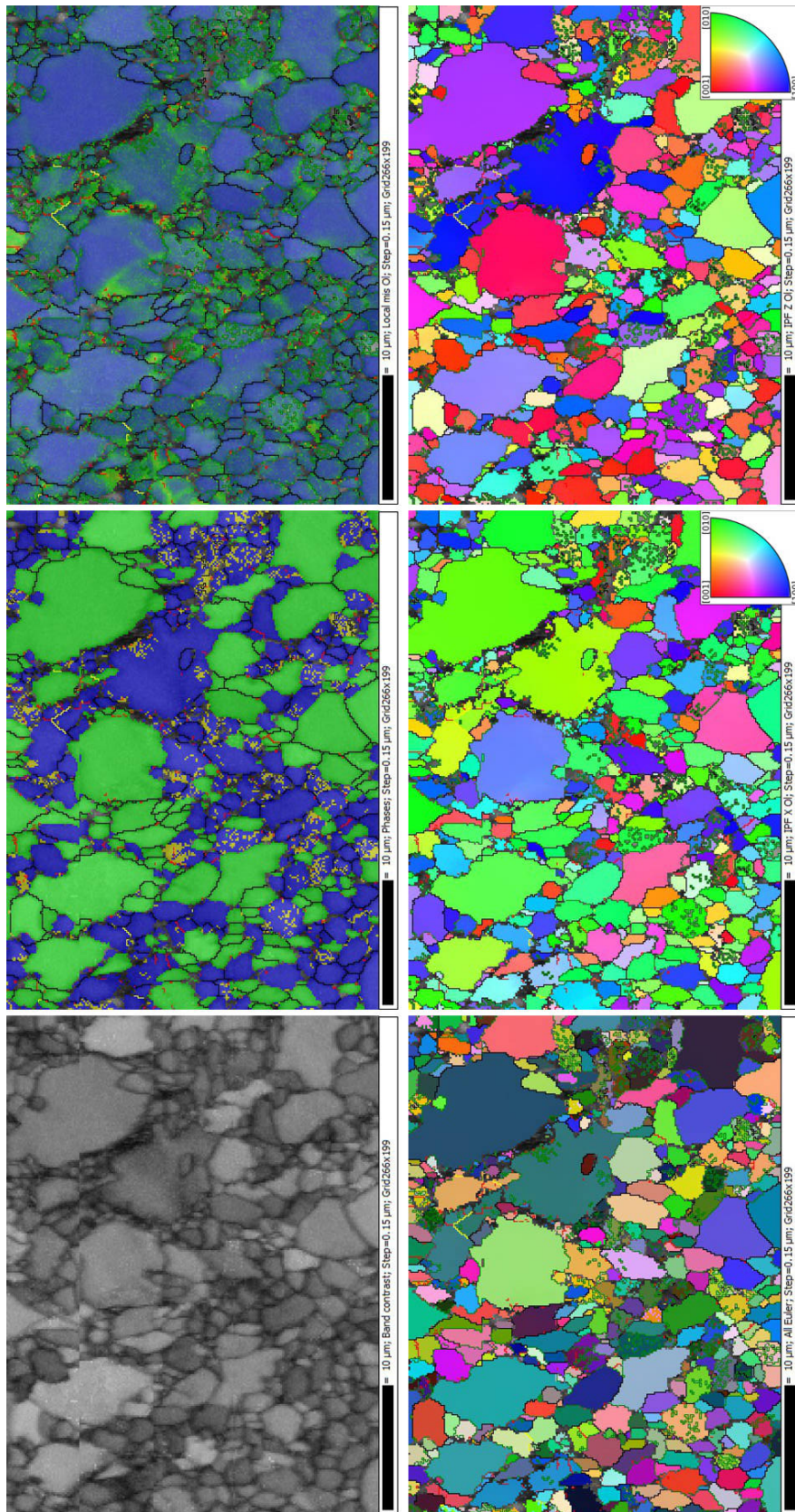
**Figure A.47** – Analyse de l'échantillon biphasé de l'expérience de déformation OLI49, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases, la désorientation locale du grain, les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. Pour plus d'informations, voir la légende de la figure A.42.





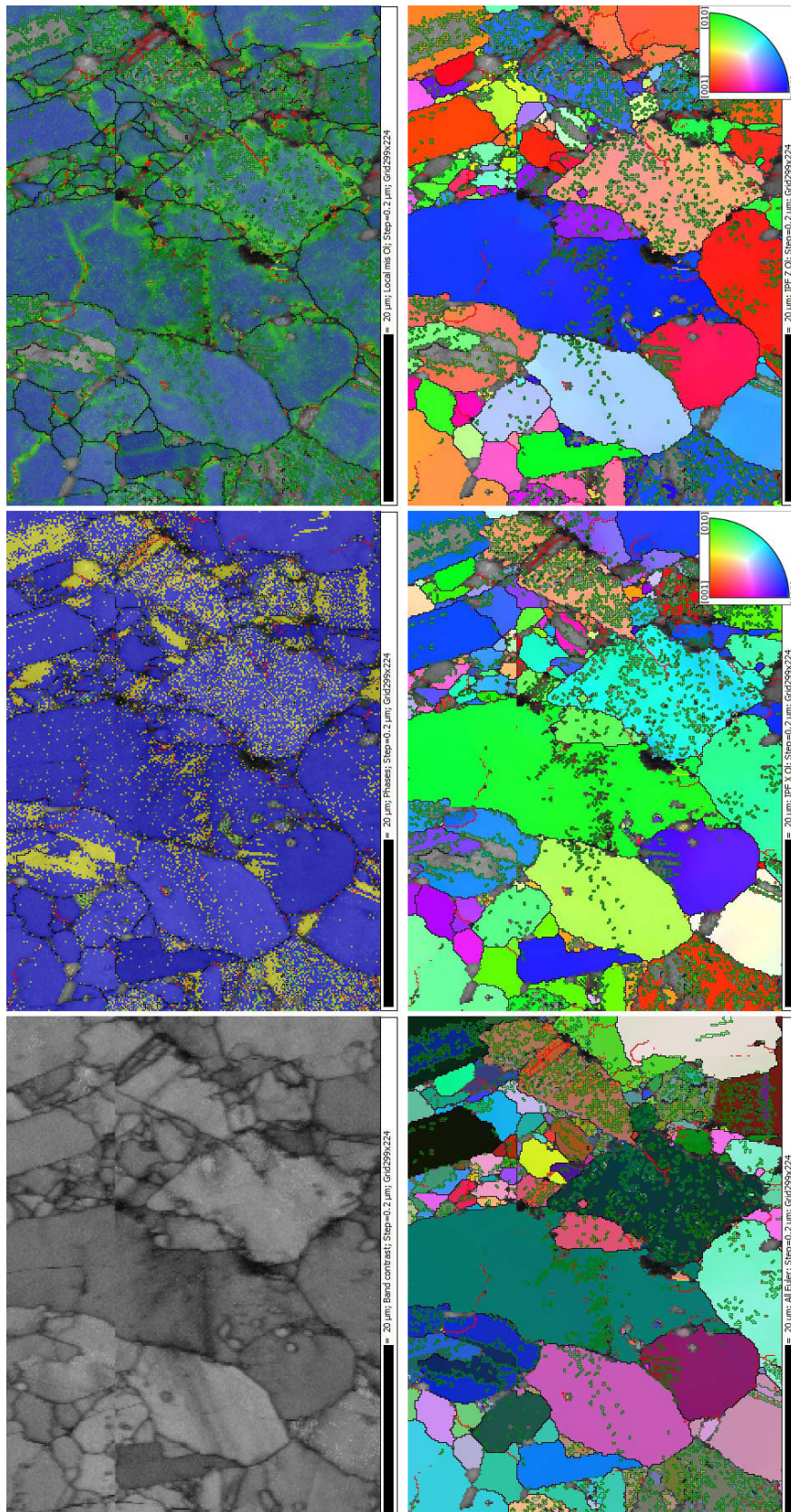
**Figure A.48** – Analyse de l'échantillon de pyroxène de l'expérience de déformation OL149, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases, la désorientation locale du grain, les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. Pour plus d'informations, voir la légende de la figure A.42.





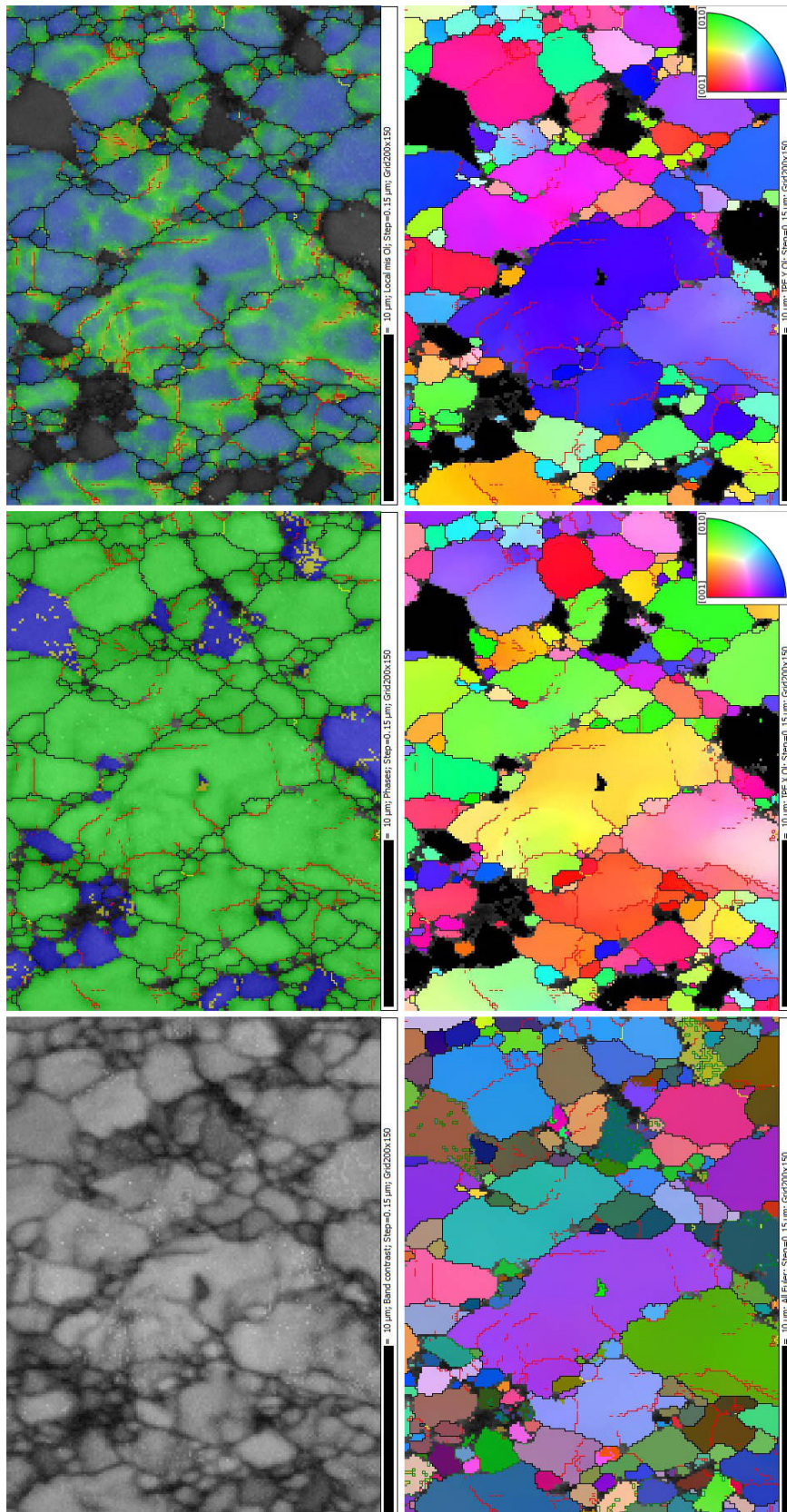
**Figure A.49** – Analyse de l'échantillon biphasé de l'expérience de déformation OLI51, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases, la désorientation locale du grain, les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. Pour plus d'informations, voir la légende de la figure A.42.





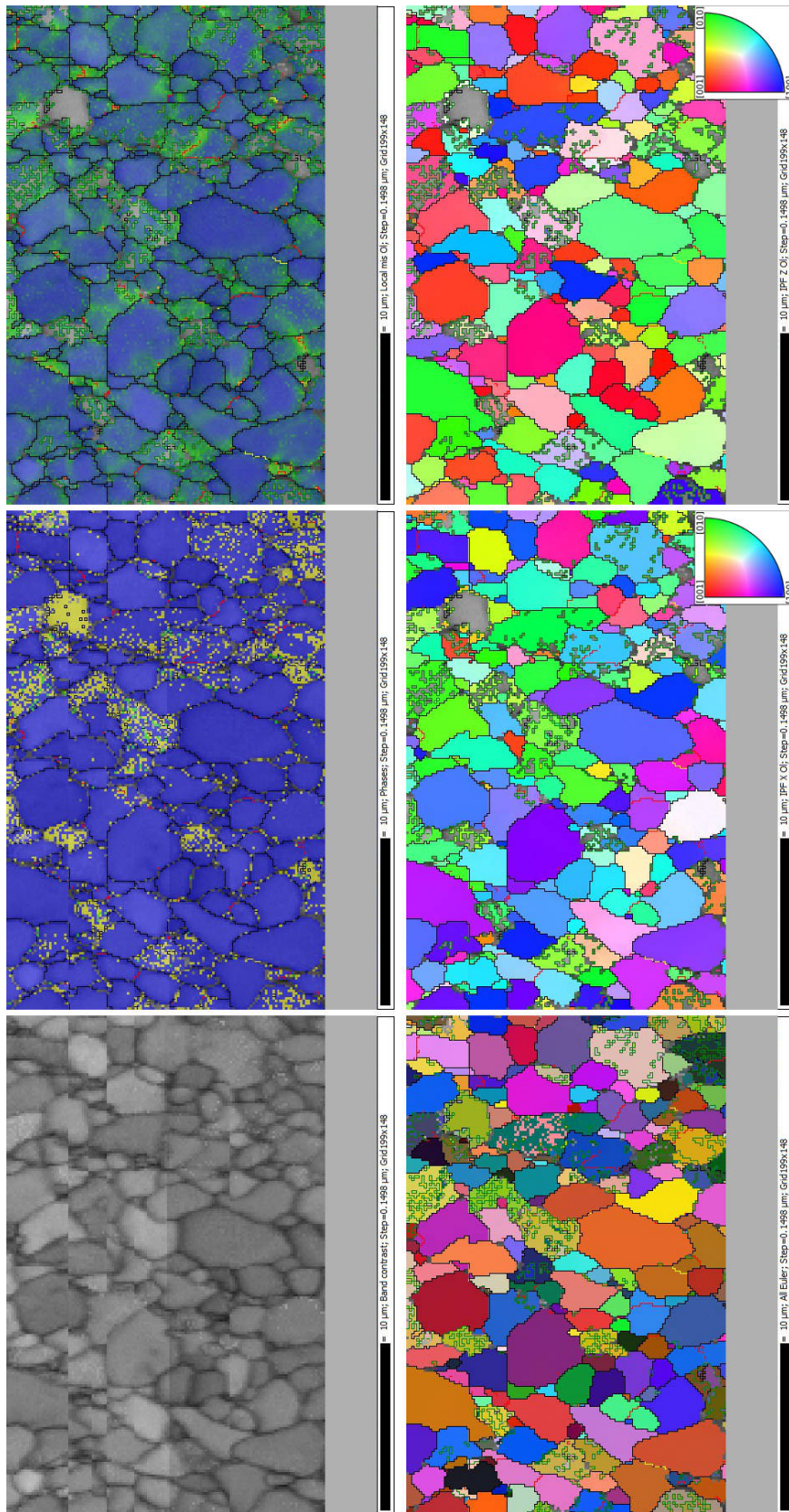
**Figure A.50** – Analyse de l'échantillon de pyroxène de l'expérience de déformation OL151, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases, la désorientation locale du grain, les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. Pour plus d'informations, voir la légende de la figure A.42.





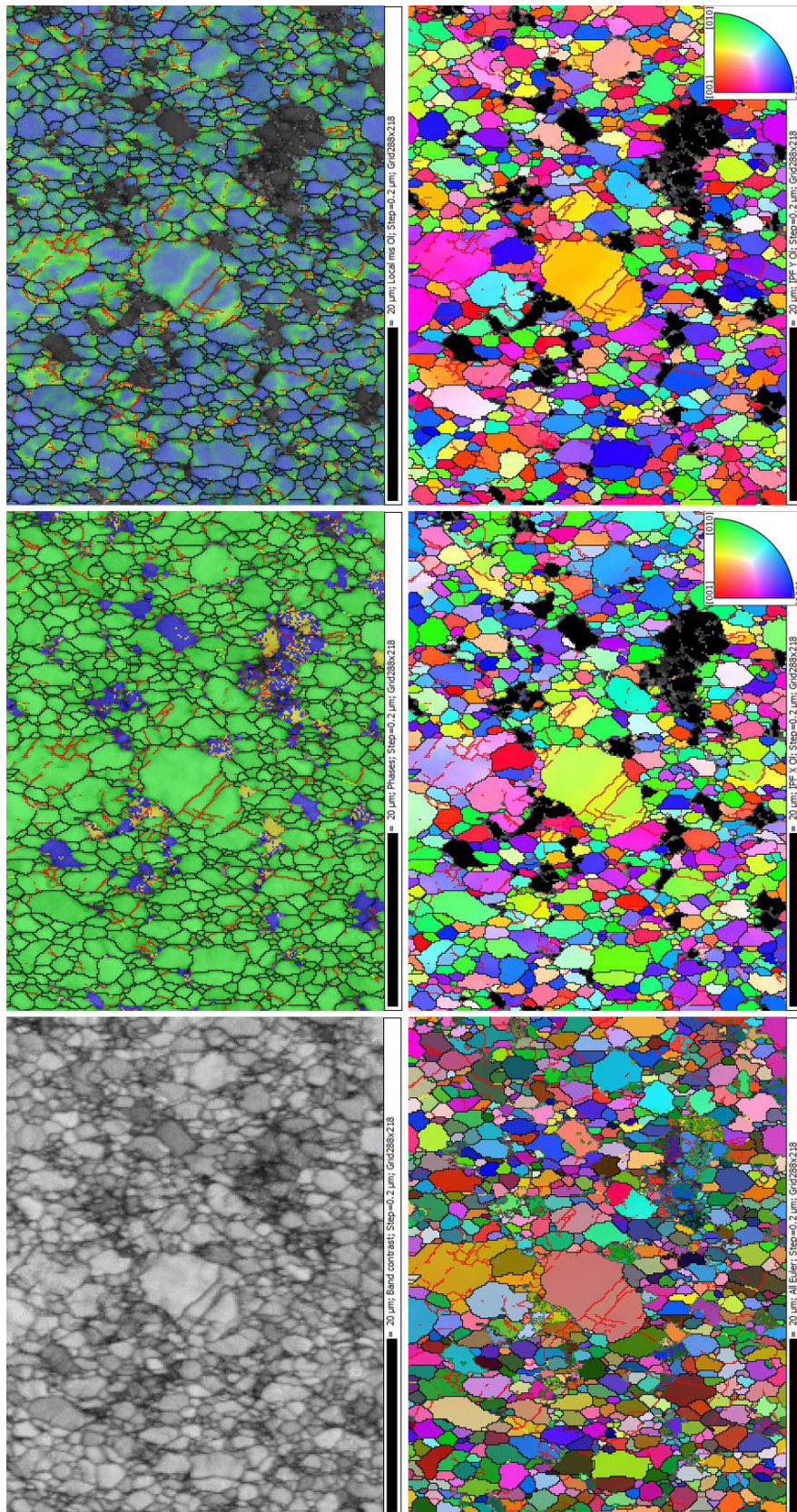
**Figure A.51** – Analyse de l'échantillon d'olivine de l'expérience de déformation OLI56, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases, la désorientation locale du grain, les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. Pour plus d'informations, voir la légende de la figure A.42.





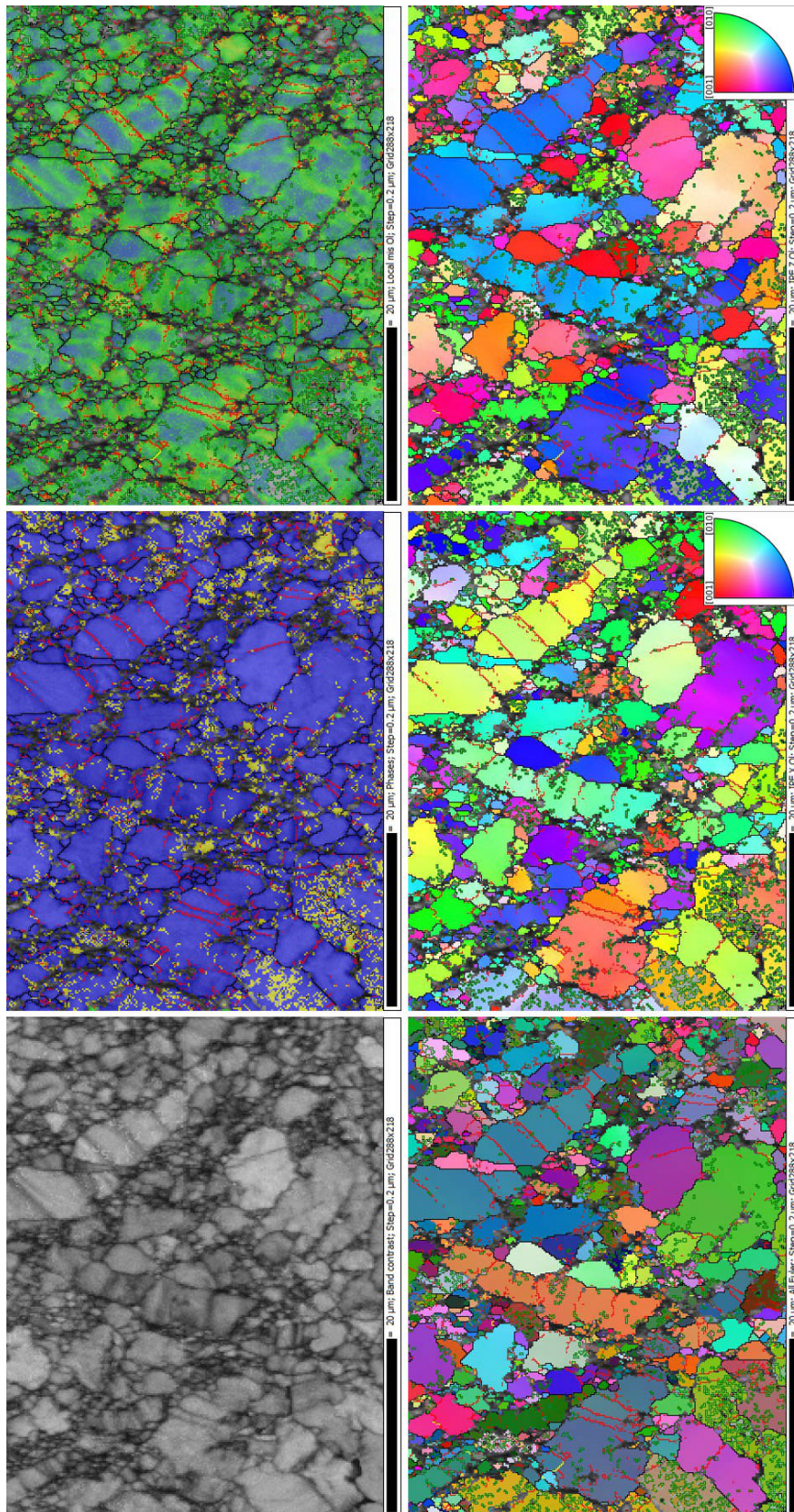
**Figure A.52** – Analyse de l'échantillon de pyroxène de l'expérience de déformation OL156, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases, la désorientation locale du grain, les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. Pour plus d'informations, voir la légende de la figure A.42.





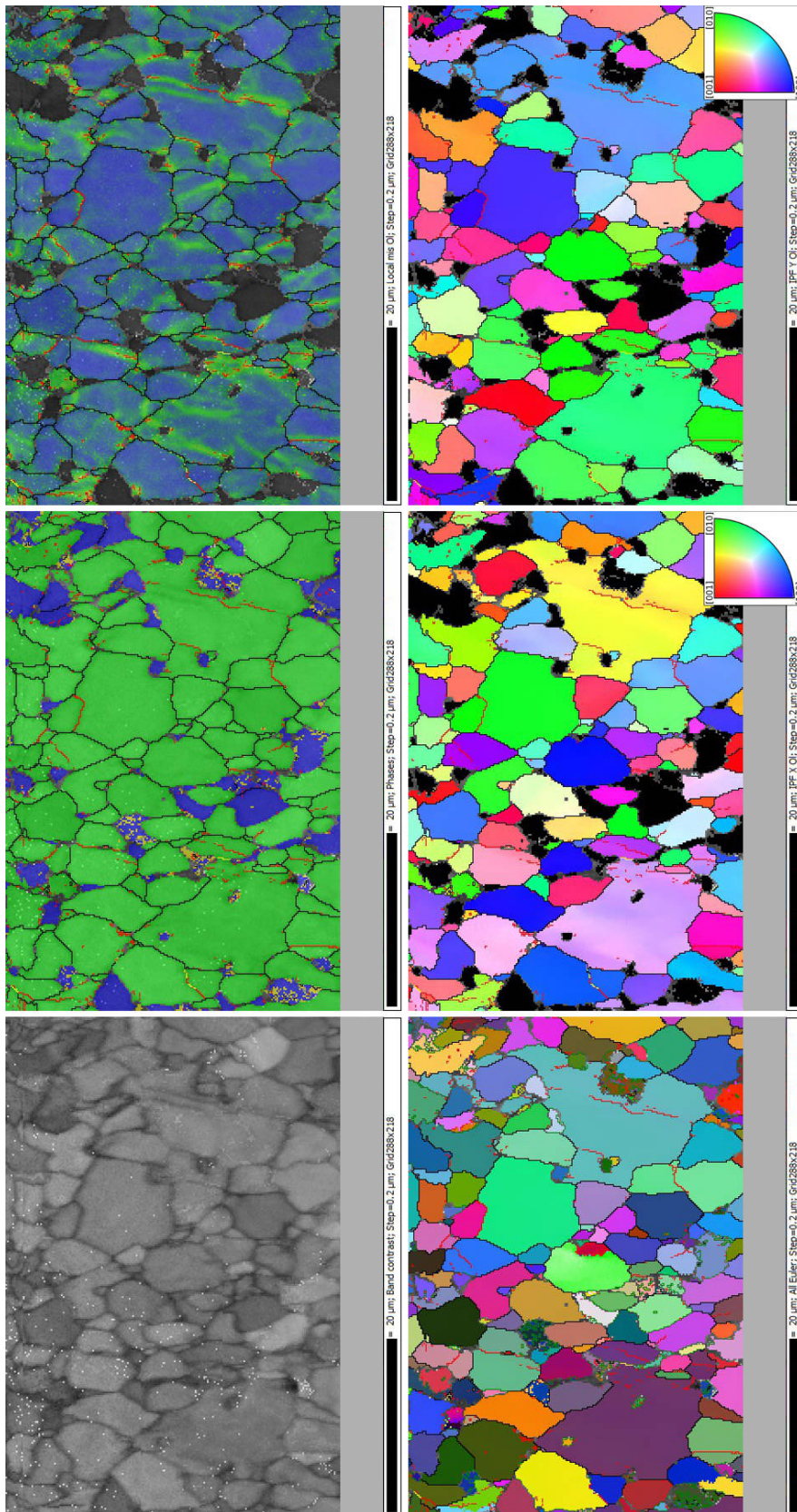
**Figure A.53** – Analyse de l'échantillon d'olivine de l'expérience de déformation OLI57, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases, la désorientation locale du grain, les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. Pour plus d'informations, voir la légende de la figure A.42.





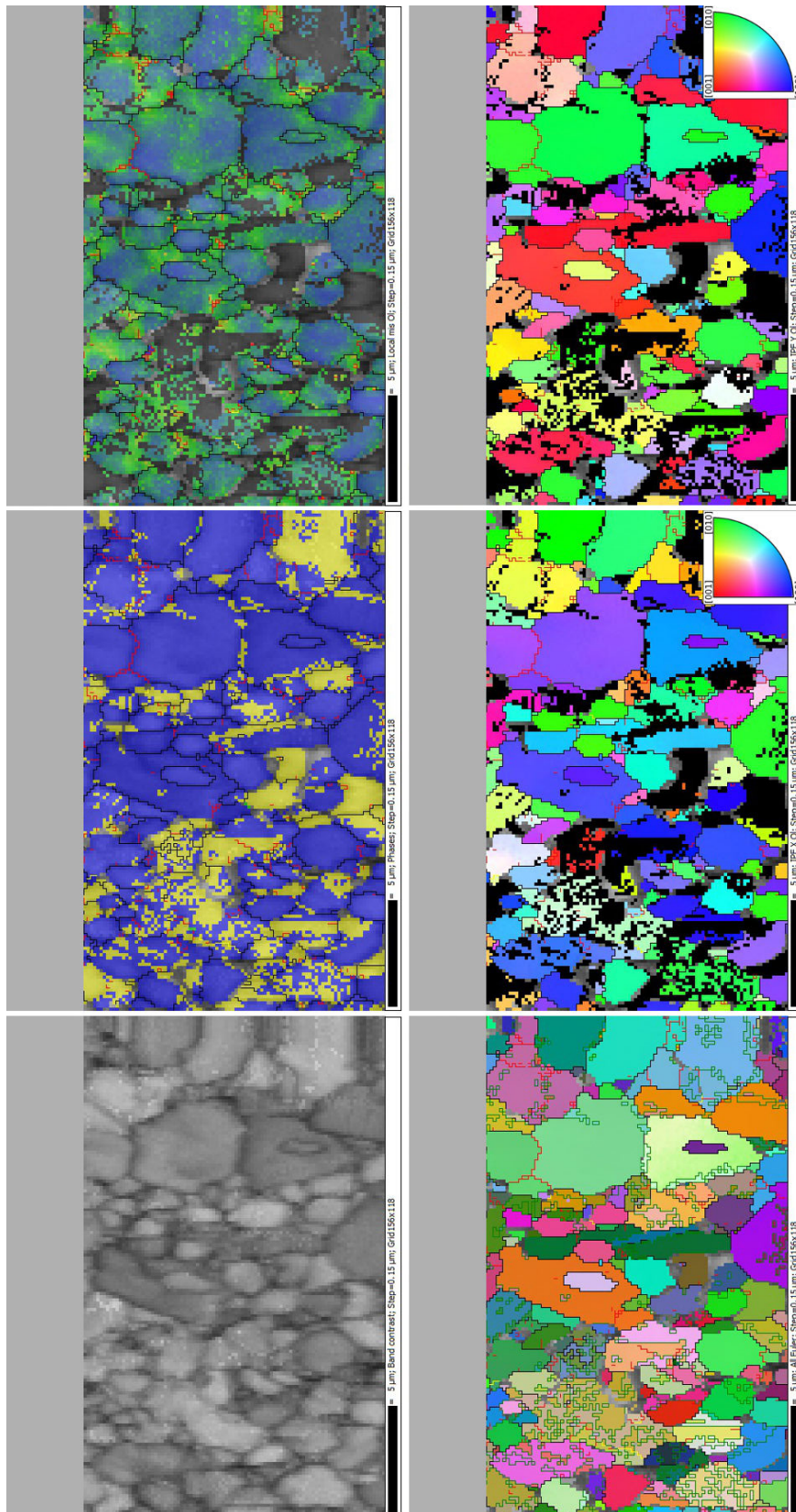
**Figure A.54** – Analyse de l'échantillon de pyroxène de déformation OL157, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases, la désorientation locale du grain, les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. Pour plus d'informations, voir la légende de la figure A.42.





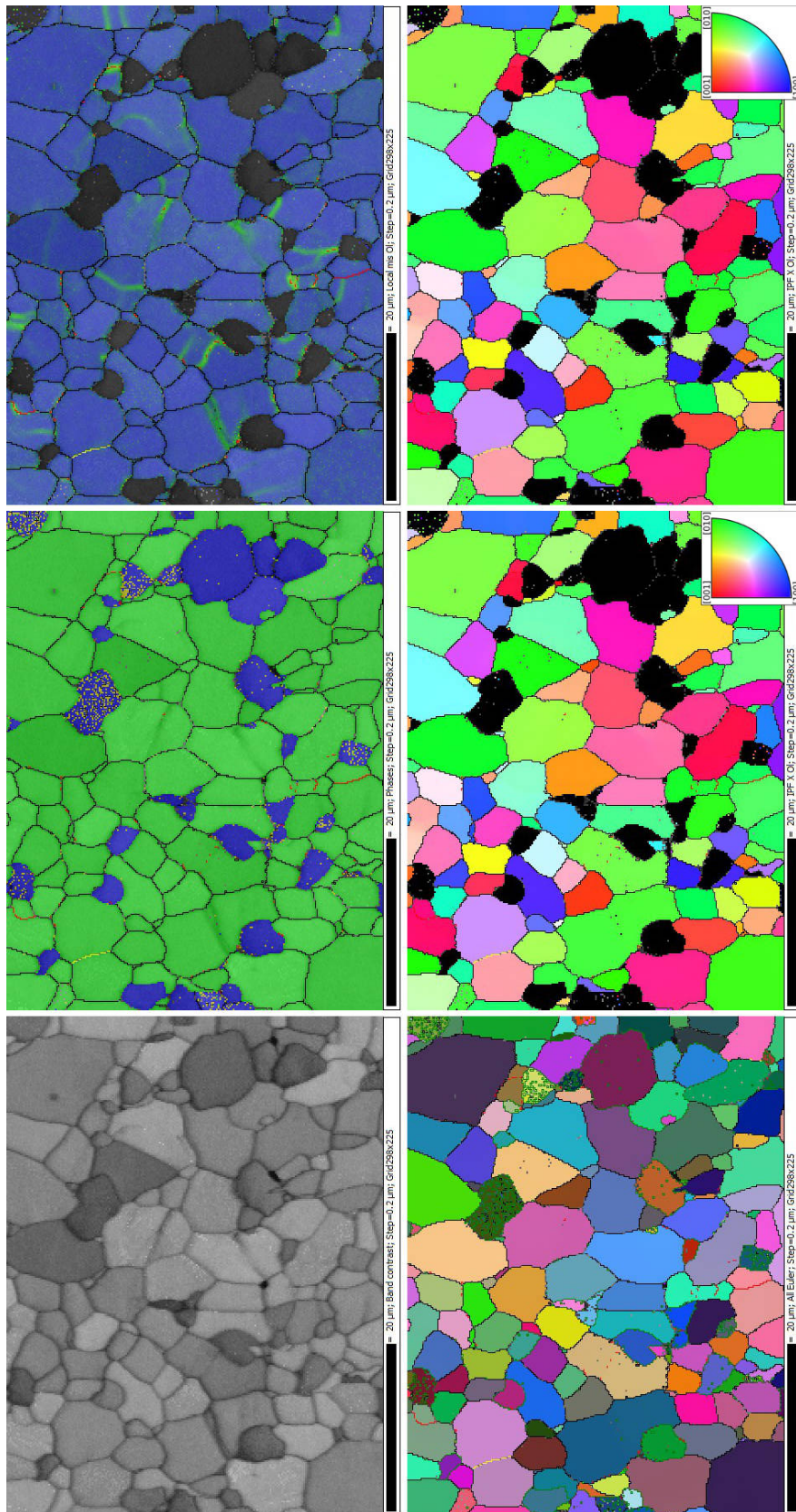
**Figure A.55** – Analyse de l'échantillon d'olivine de l'expérience de déformation OLI59, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases, la désorientation locale du grain, les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. Pour plus d'informations, voir la légende de la figure A.42.





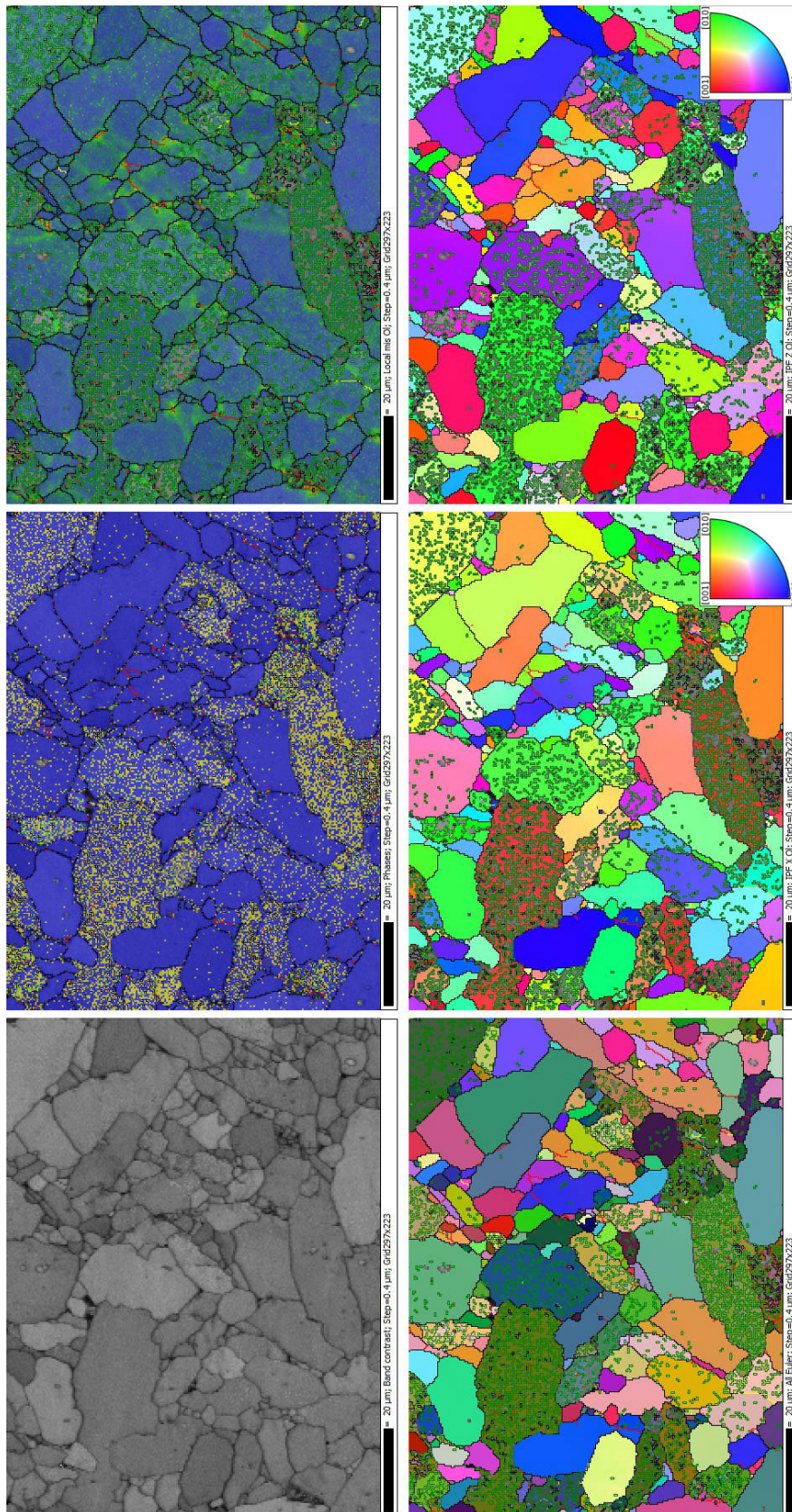
**Figure A.56** – Analyse de l'échantillon de pyroxène de déformation OL159, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases, la désorientation locale du grain, les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. Pour plus d'informations, voir la légende de la figure A.42.





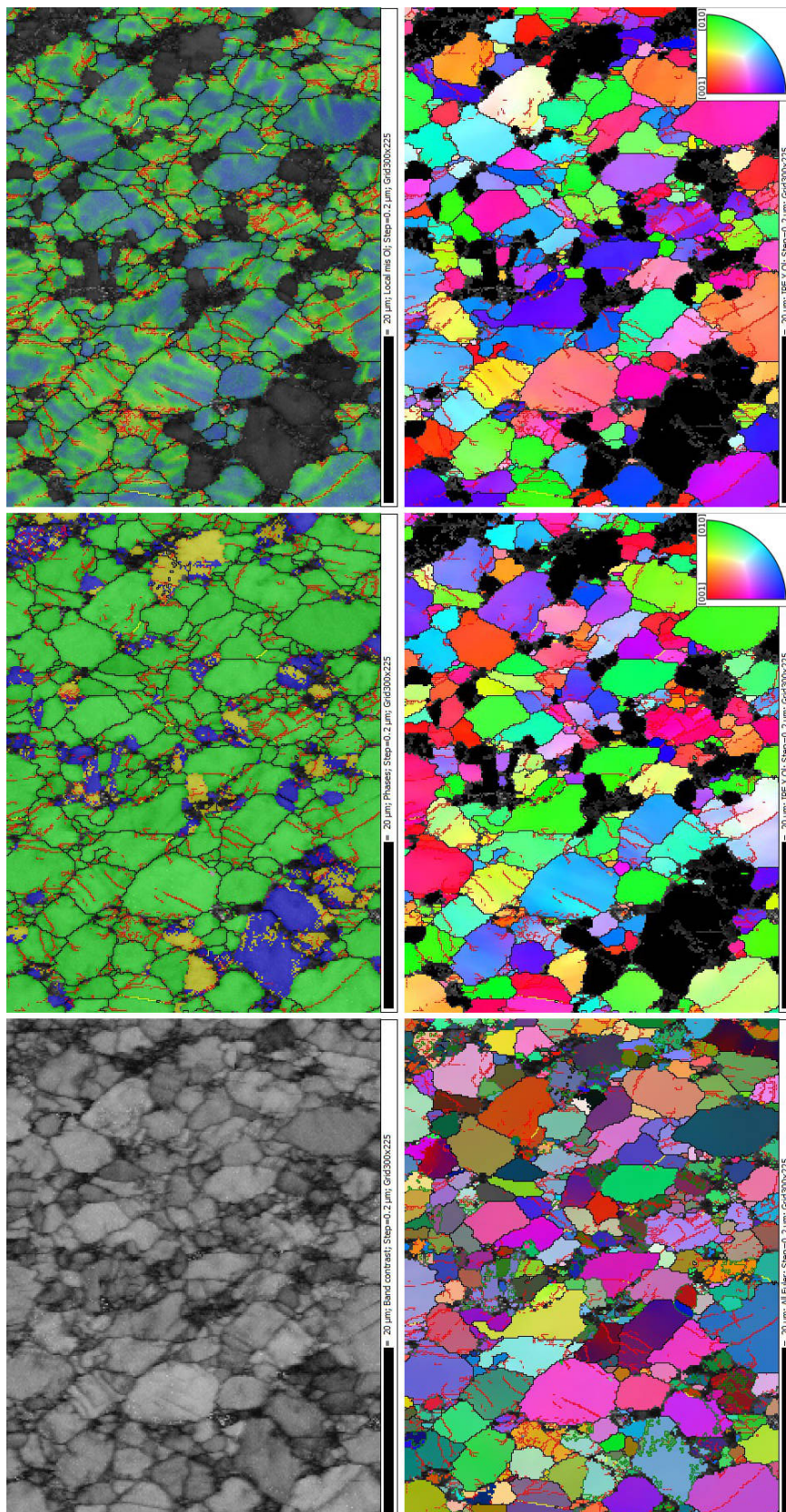
**Figure A.57** – Analyse de l'échantillon d'olivine de l'expérience de déformation OLI60, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases, la désorientation locale du grain, les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. Pour plus d'informations, voir la légende de la figure A.42.





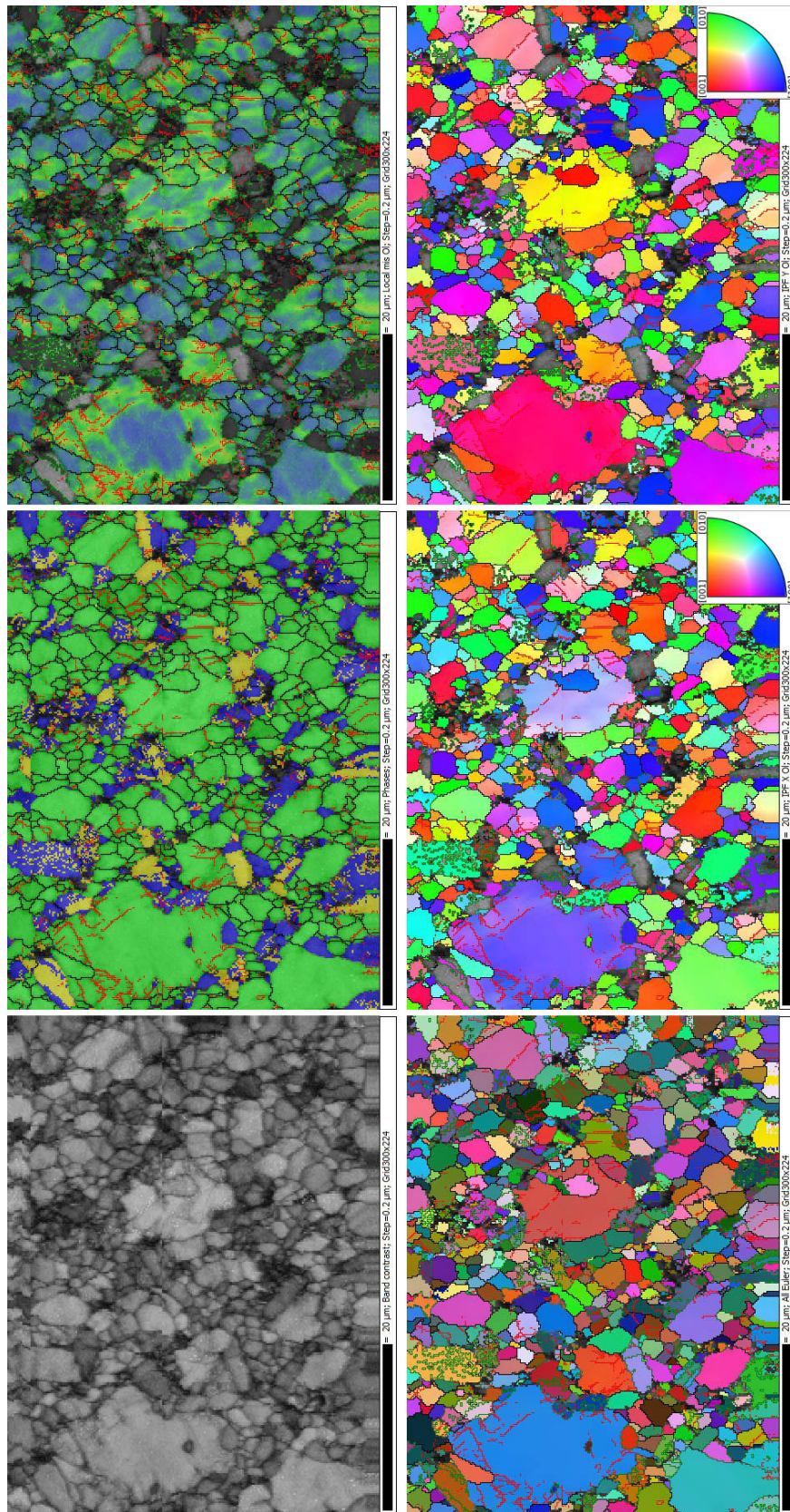
**Figure A.58** – Analyse de l'échantillon de pyroxène de l'expérience de déformation OL160, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases, la désorientation locale du grain, les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. Pour plus d'informations, voir la légende de la figure A.42.





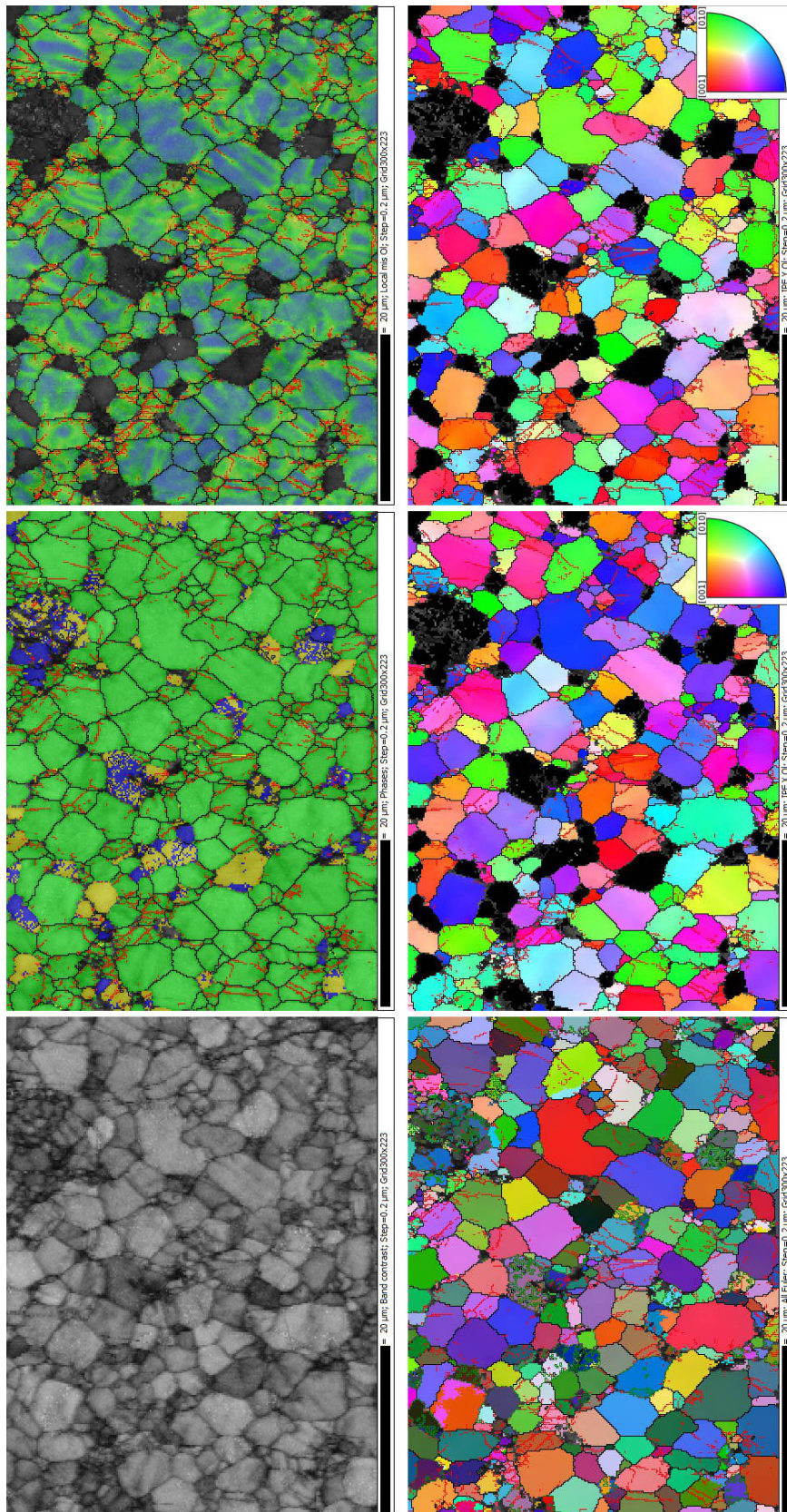
**Figure A.59** – Analyse de l'échantillon d'olivine de l'expérience de déformation OLI62, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases, la désorientation locale du grain, les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. Pour plus d'informations, voir la légende de la figure A.42.





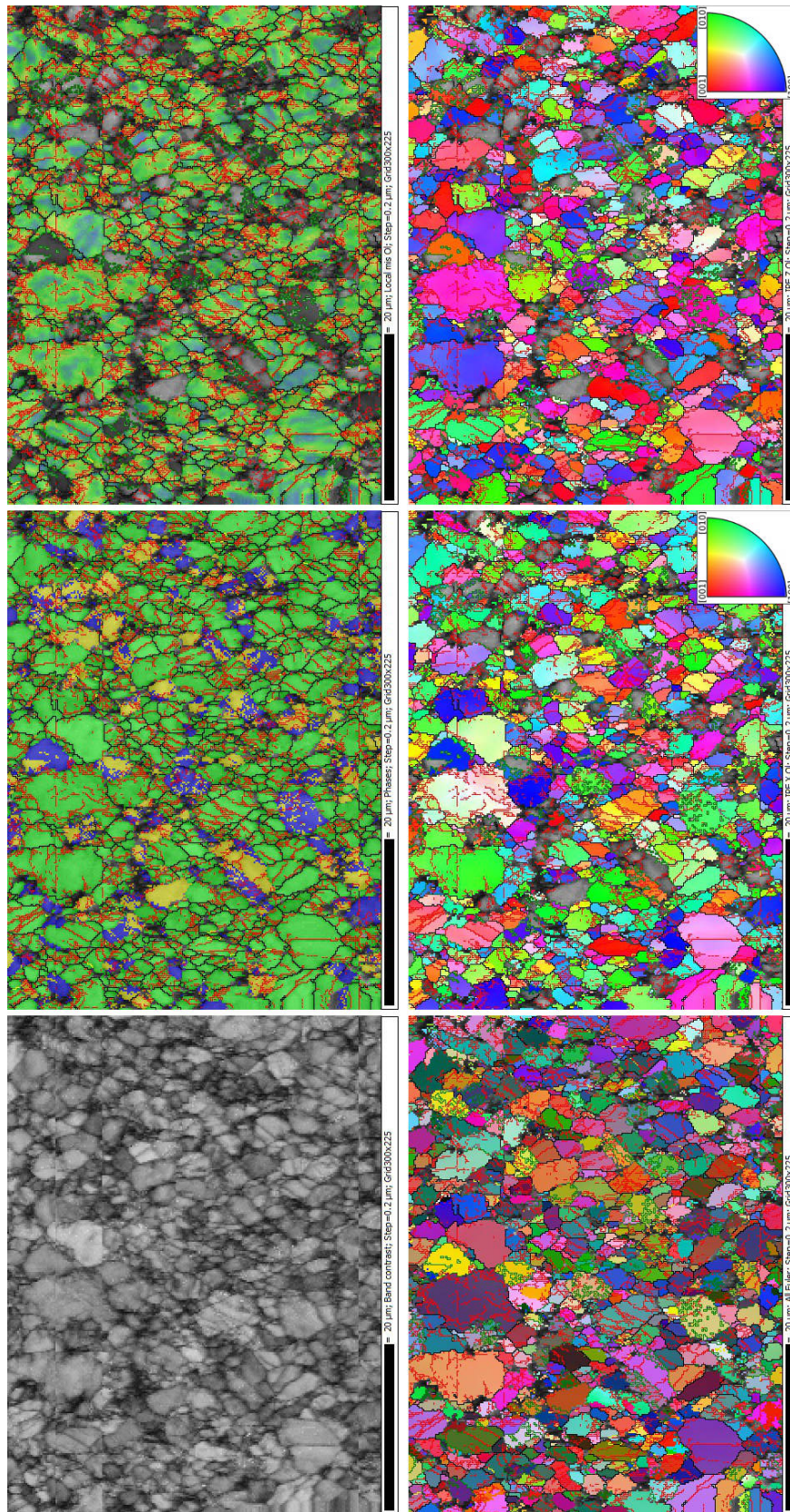
**Figure A.60** – Analyse de l'échantillon biphase de l'expérience de déformation OLI62, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases, la désorientation locale du grain, les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. Pour plus d'informations, voir la légende de la figure A.42.





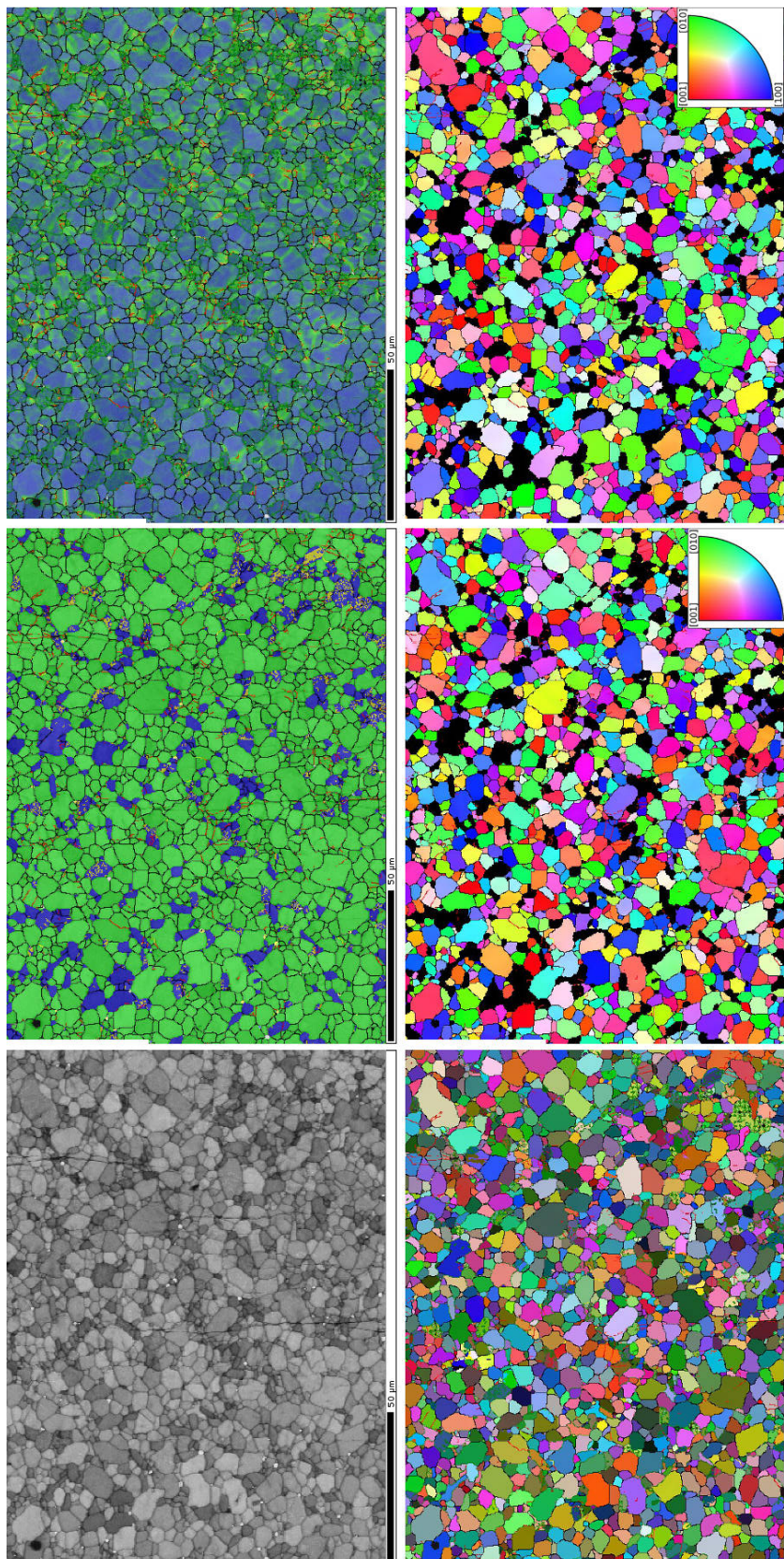
**Figure A.61** – Analyse de l'échantillon d'olivine de l'expérience de déformation OLI63, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases, la désorientation locale du grain, les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. Pour plus d'informations, voir la légende de la figure A.42.





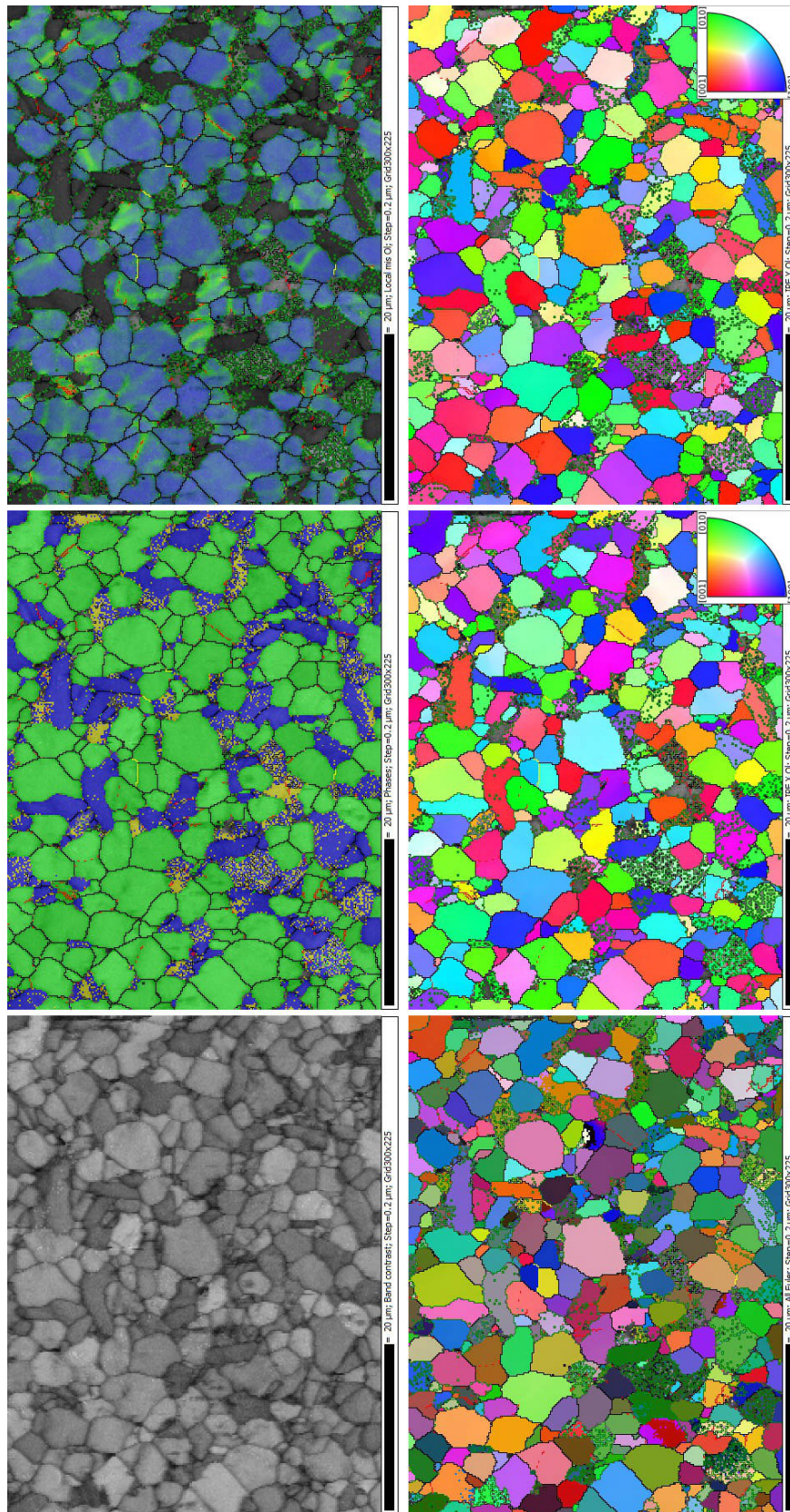
**Figure A.62** – Analyse de l'échantillon biphasé de l'expérience de déformation OLI63, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases, la désorientation locale du grain, les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. Pour plus d'informations, voir la légende de la figure A.42.





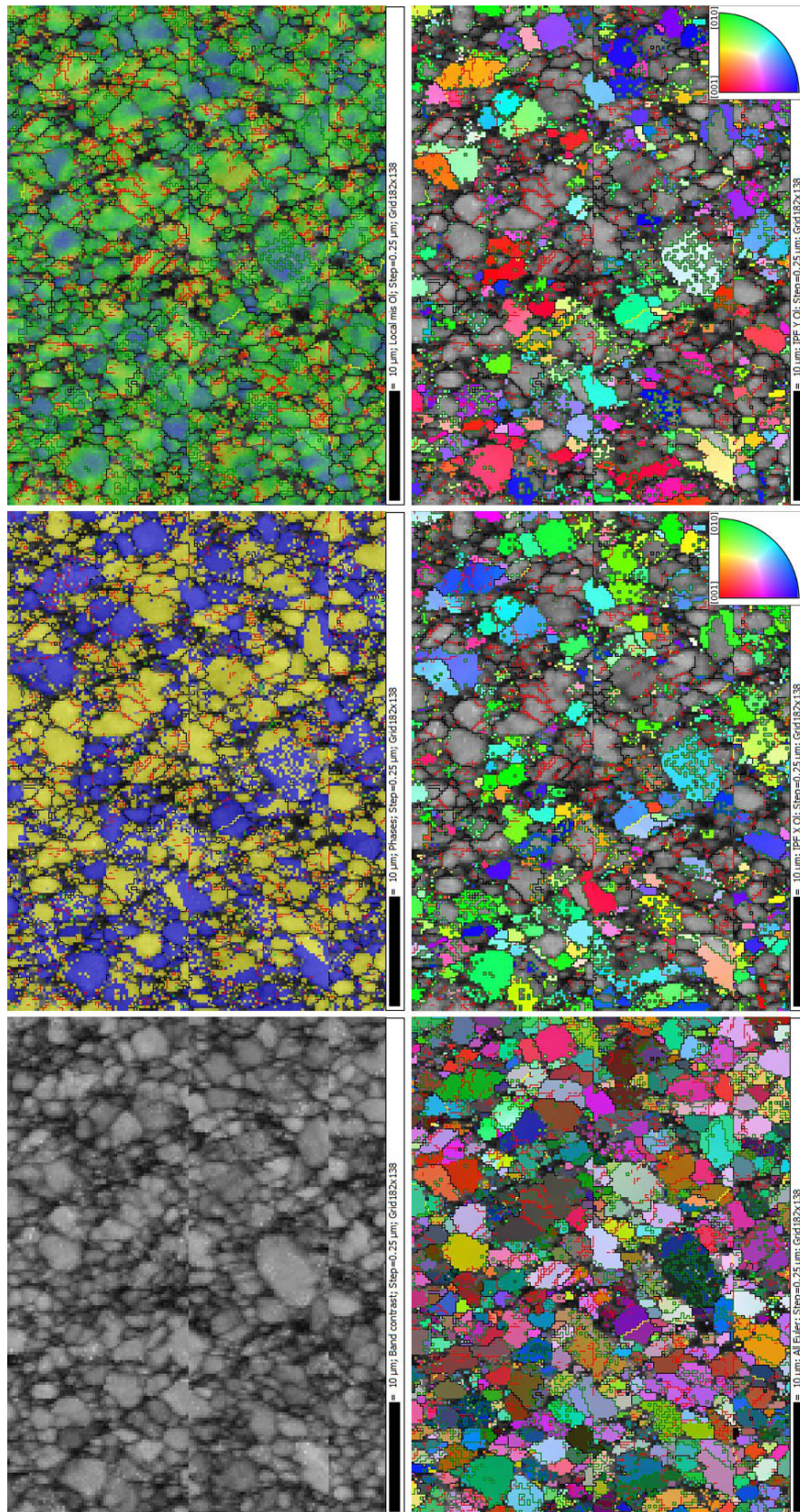
**Figure A.63** – Analyse de l'échantillon d'olivine de l'expérience de déformation OLI64, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases, la désorientation locale du grain, les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. Pour plus d'informations, voir la légende de la figure A.42.





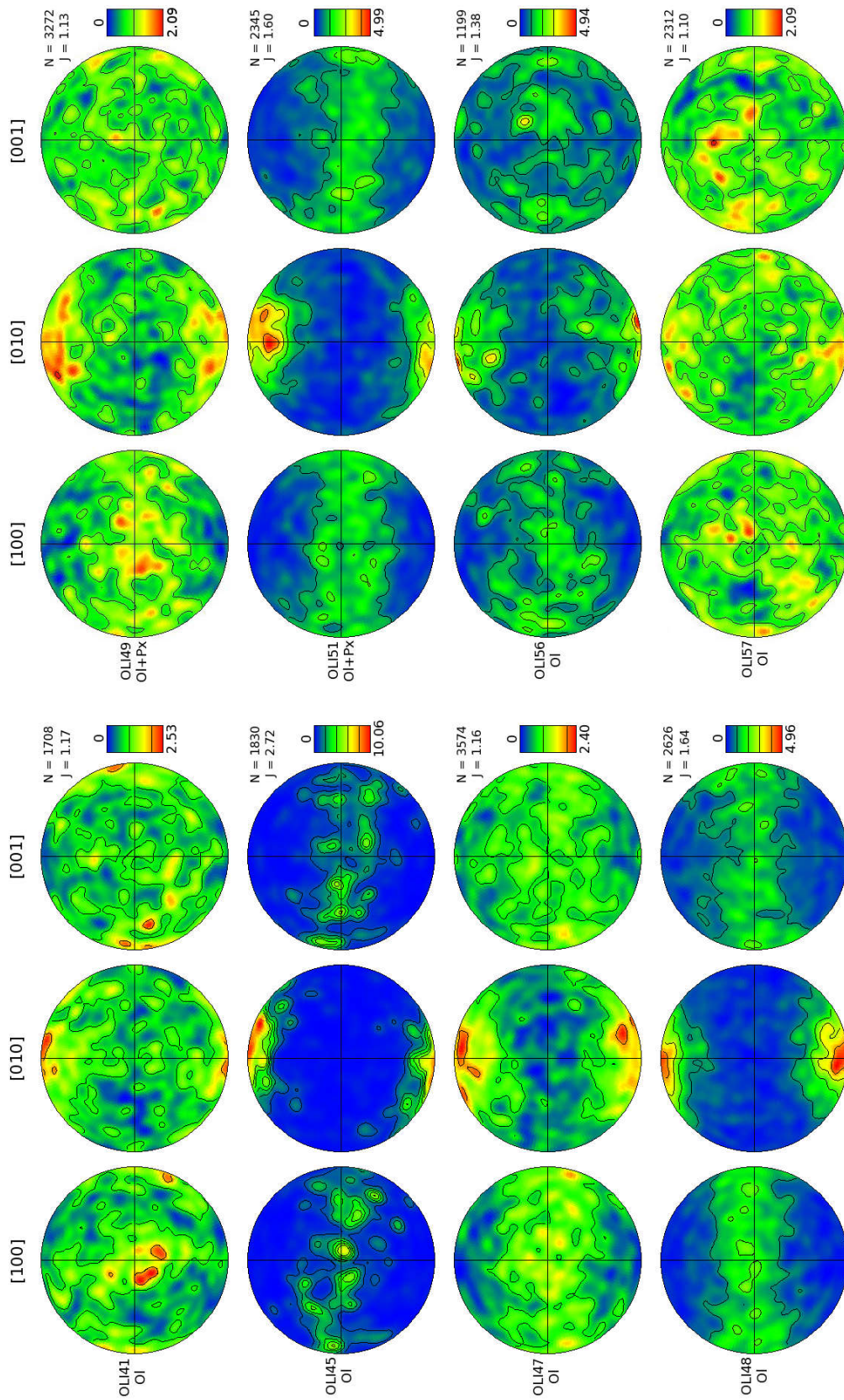
**Figure A.64** – Analyse de l'échantillon biphase de l'expérience de déformation OLI65, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases, la désorientation locale du grain, les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. Pour plus d'informations, voir la légende de la figure A.42.





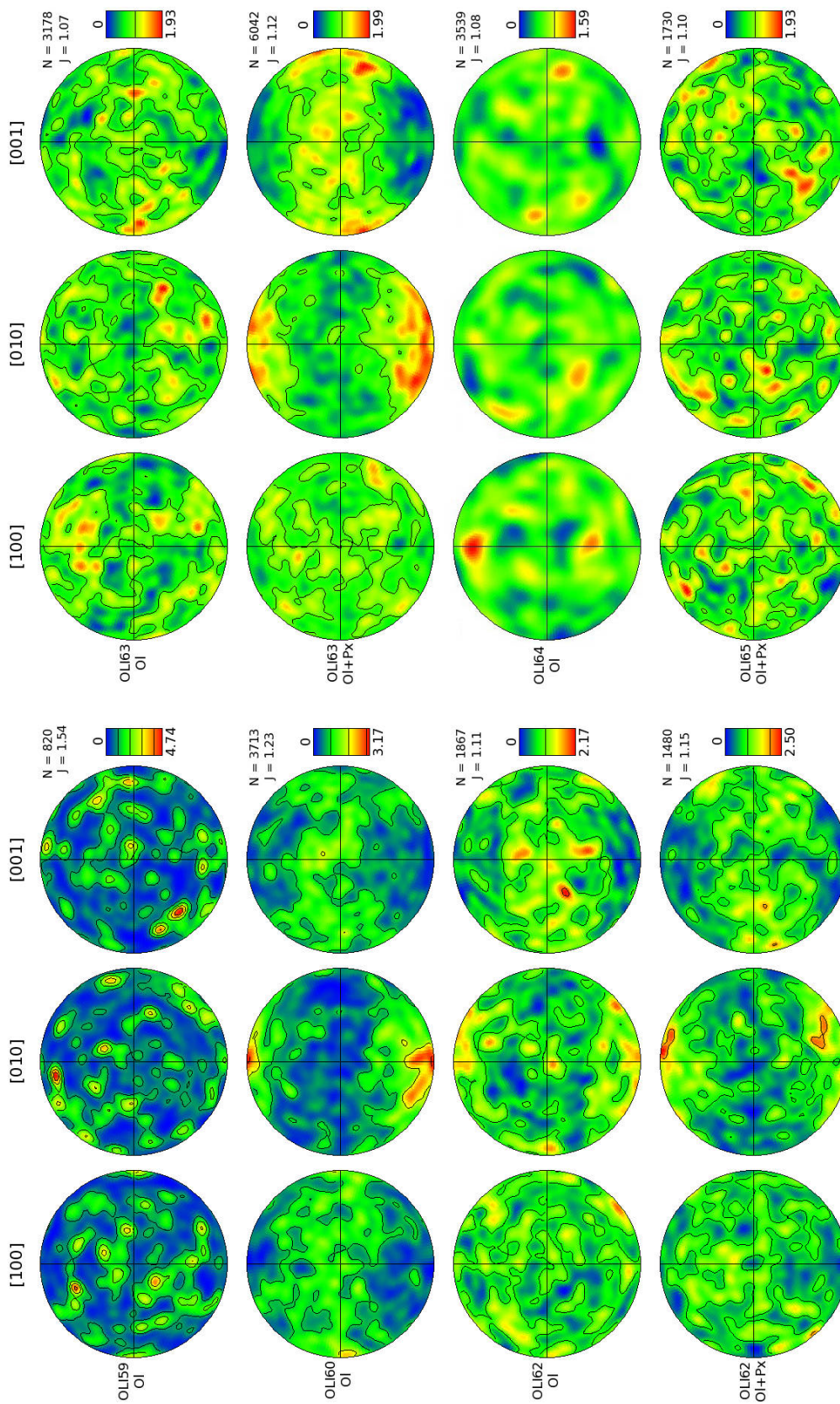
**Figure A.65** – Analyse de l'échantillon de pyroxène de déformation OL165, avec de gauche à droite et de haut en bas : le contraste de bandes, l'identification des phases, la désorientation locale du grain, les angles d'Euler et les figures de pôles inverses dans la direction de compression et dans une direction perpendiculaire. Pour plus d'informations, voir la légende de la figure A.42.





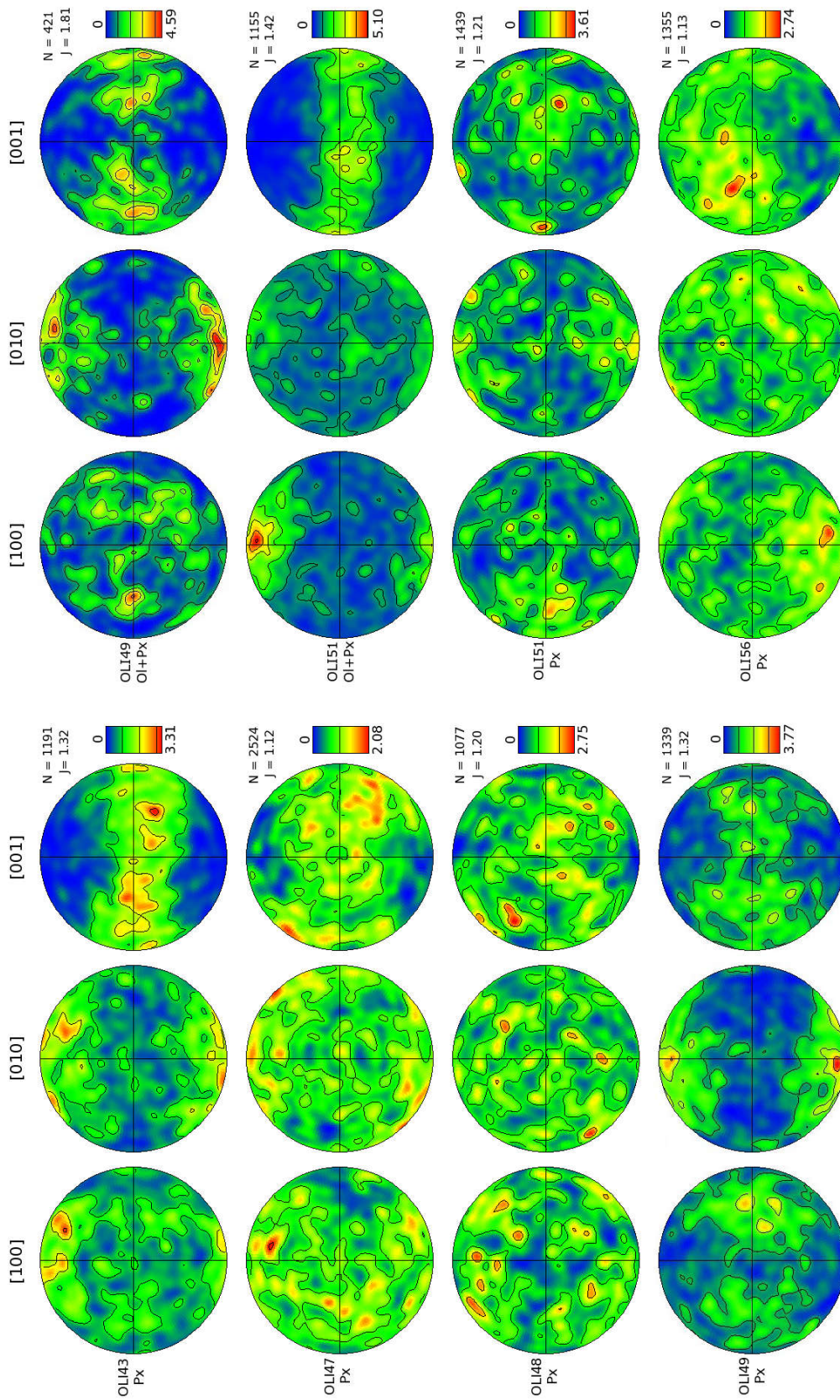
**Figure A.66** – Figures de pôles de l'olivine obtenues sur les olivines et les biphasés (OI). La direction de compression est verticale. L'échelle représente le MUD et les valeurs indiquées correspondent aux valeurs extrêmes. Les valeurs de N et J correspondent au nombre de grains utilisés pour l'analyse et au J-index respectivement.





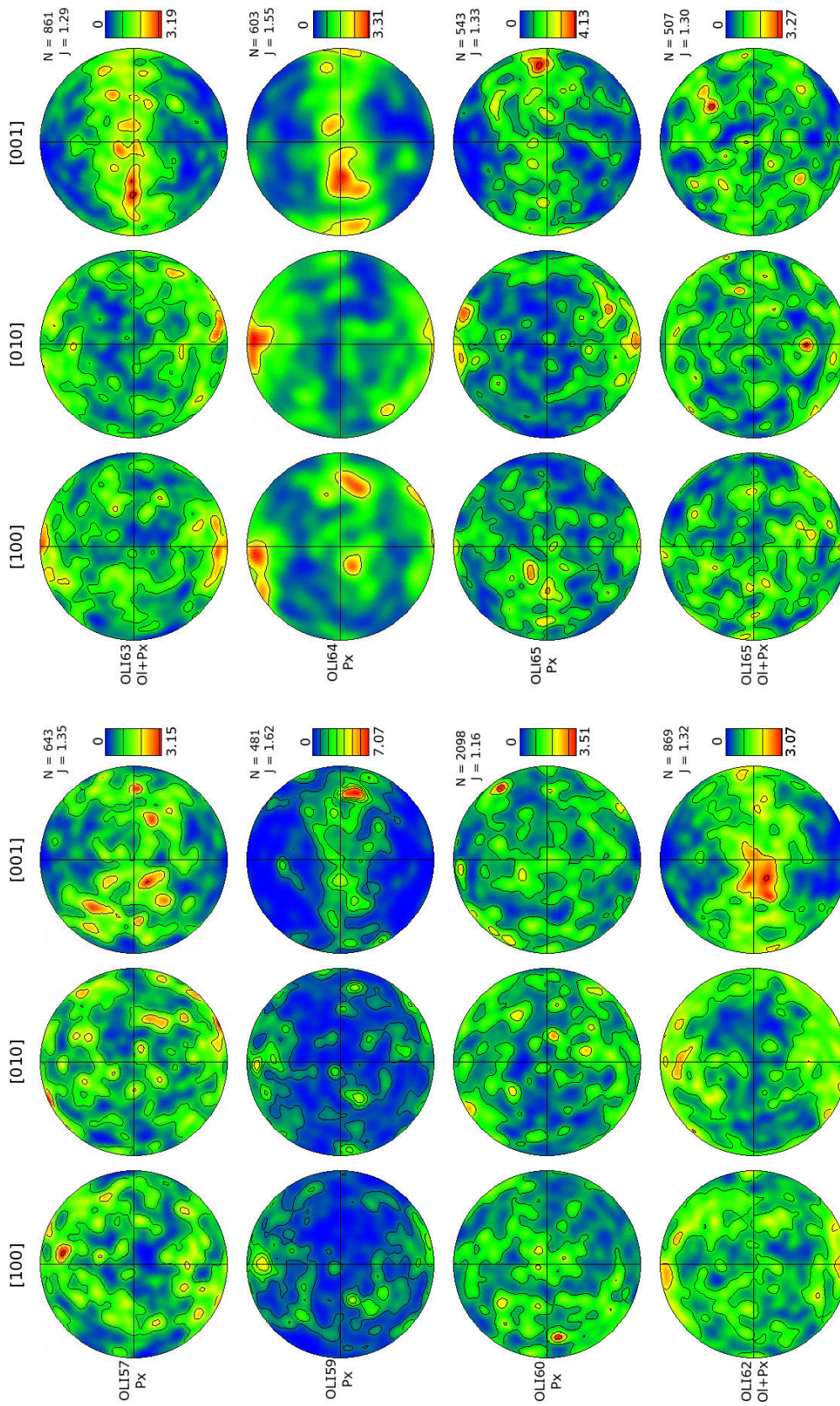
**Figure A.67** – Figures de pôles de l'olivine obtenues sur les olivines et les biphasés (OI) (suite). La direction de compression est verticale. L'échelle représente le MUD et les valeurs indiquées correspondent aux valeurs extrêmes. Les valeurs de N et J correspondent au nombre de grains utilisés pour l'analyse et au J-index respectivement.



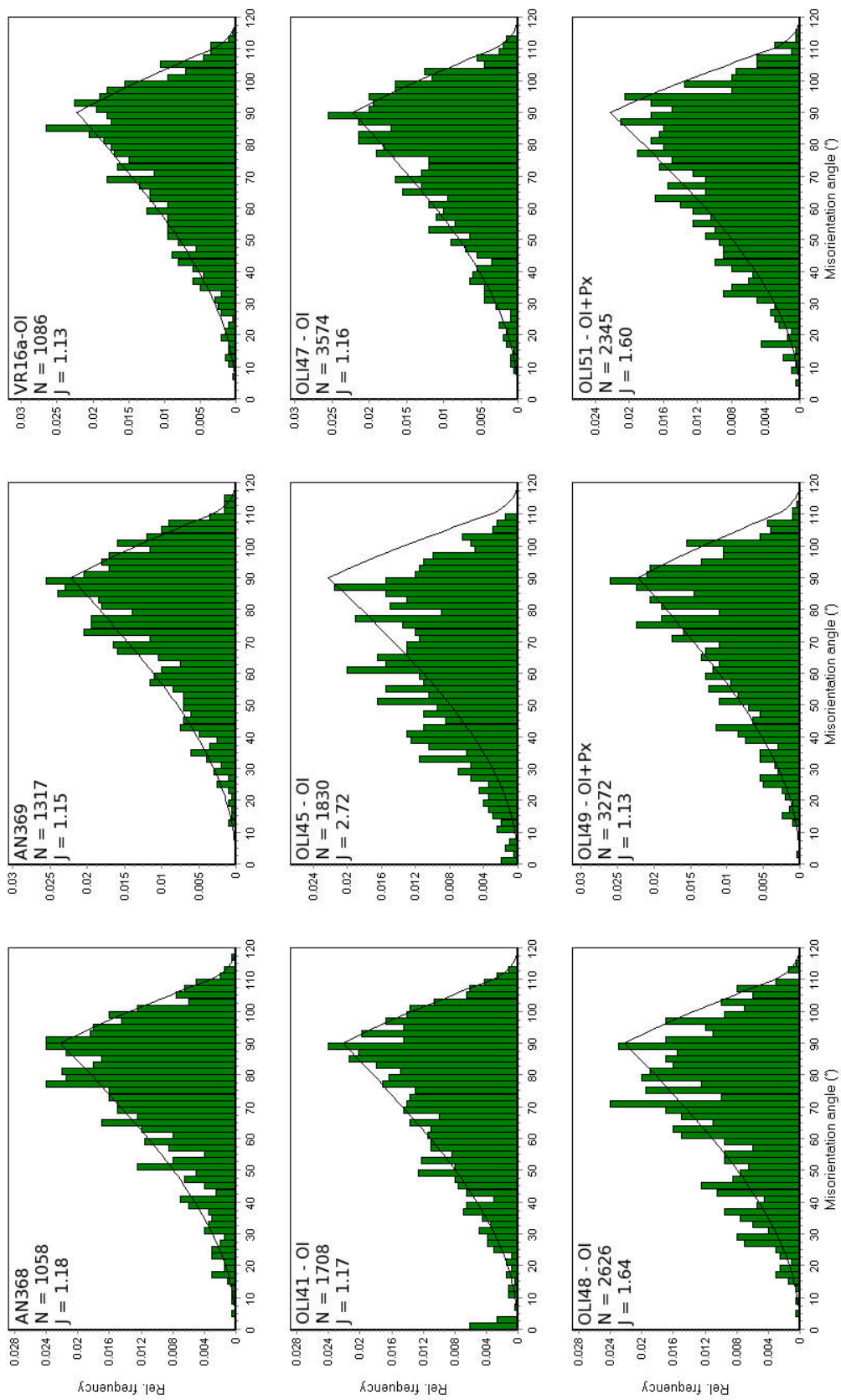


**Figure A.68** – Figures de pôles du pyroxène obtenues sur les pyroxènes et les biphasés (Px). La direction de compression est verticale. L'échelle représente le MUD et les valeurs indiquées correspondent aux valeurs extrêmes. Les valeurs de N et J correspondent au nombre de grains utilisés pour l'analyse et au J-index respectivement.

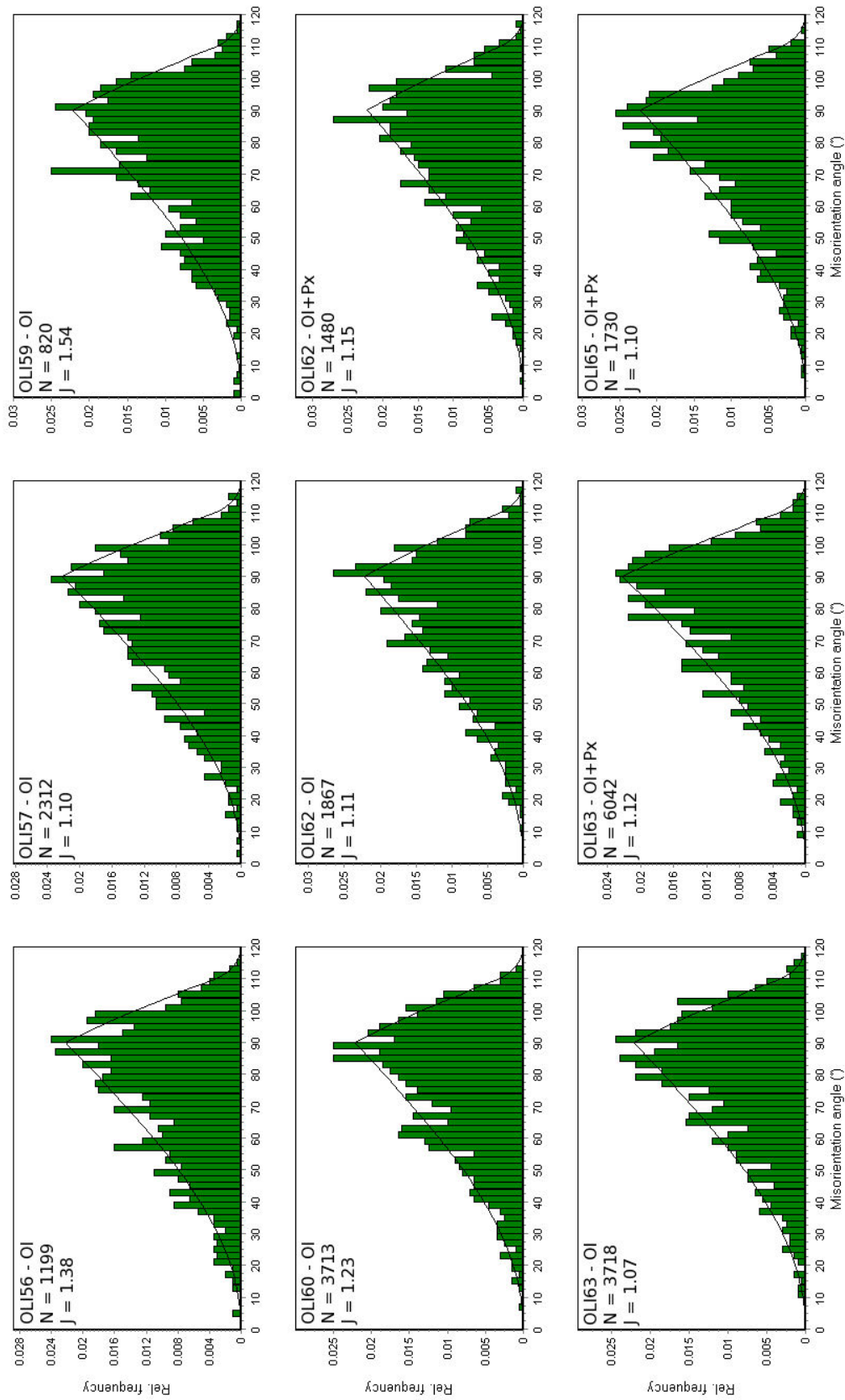




**Figure A.69** – Figures de pôles du pyroxène obtenues sur les pyroxènes et les biphasés (Px) (suite). La direction de compression est verticale. L'échelle représente le MUD et les valeurs indiquées correspondent aux valeurs extrêmes. Les valeurs de N et J correspondent au nombre de grains utilisés pour l'analyse et au J-index respectivement.

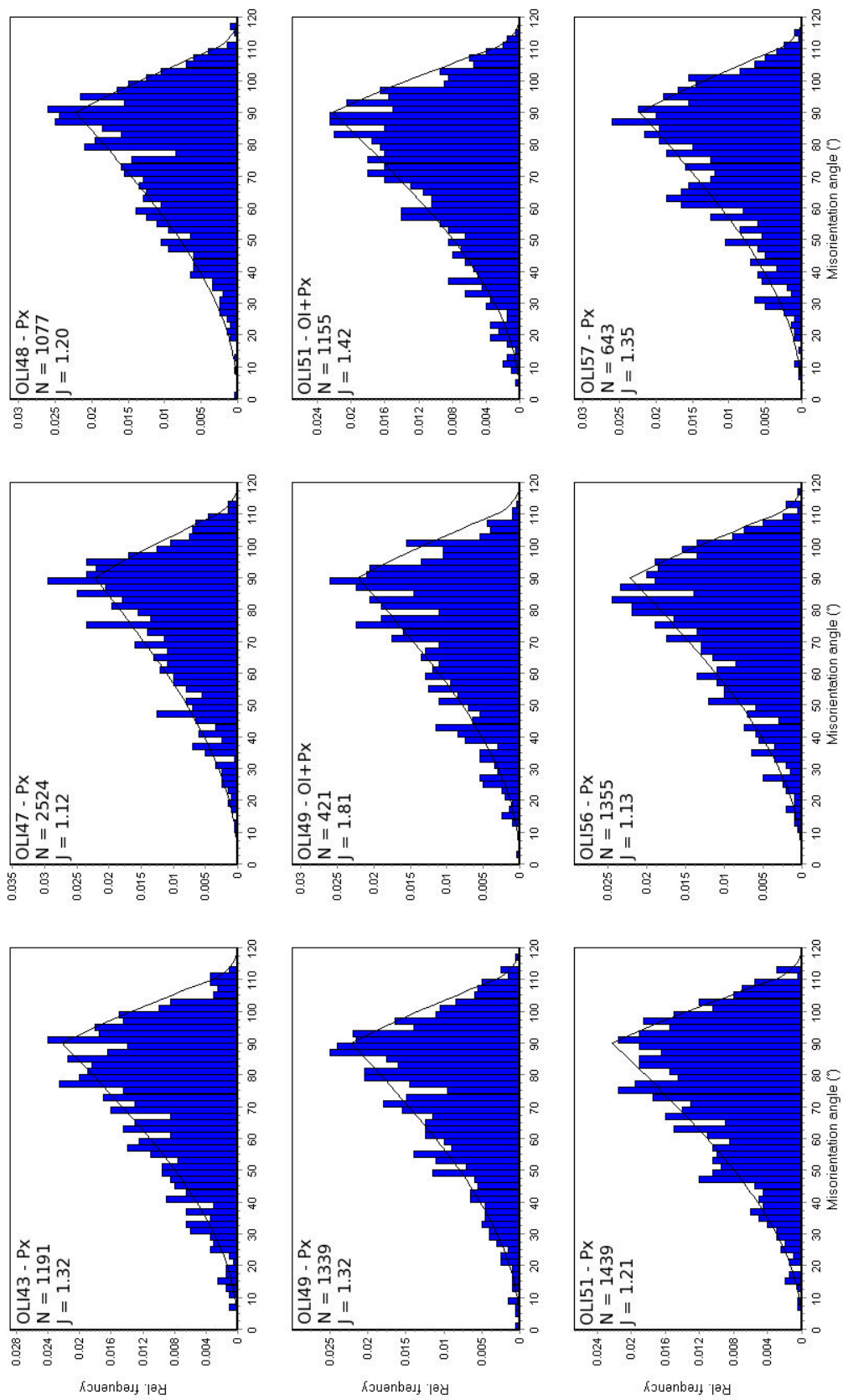


**Figure A.70** – Profils de désorientation non corrélée obtenus sur l'olivine et les biphasés (OI) après frittage et après déformation. La courbe noire représente la distribution pour un échantillon orienté aléatoirement. Les valeurs de N et J correspondent au nombre de grains utilisés pour l'analyse et au J-index respectivement.

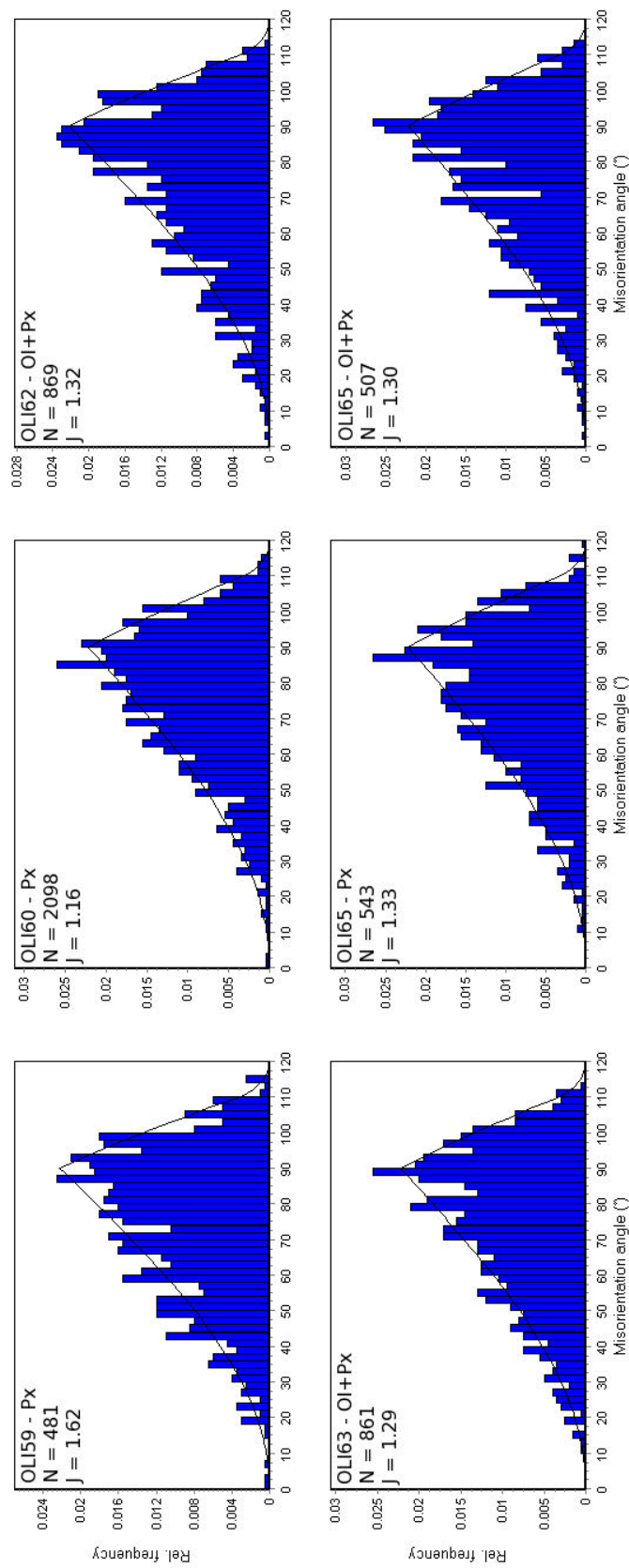


**Figure A.71** – Profils de désorientation non corrélée obtenus sur l'olivine et les biphases (OI) après déformation (suite). La courbe noire représente la distribution pour un échantillon orienté aléatoirement. Les valeurs de N et J correspondent au nombre de grains utilisés pour l'analyse et au J-index respectivement.





**Figure A.72** – Profils de désorientation non corrélée obtenus sur l'orthopyroxène et les biphasés (Px) après déformation. La courbe noire représente la distribution pour un échantillon orienté aléatoirement. Les valeurs de N et J correspondent au nombre de grains utilisés pour l'analyse et au J-index respectivement.



**Figure A.73** – Profils de désorientation non corrélée obtenus sur l'orthopyroxène et les biphases (Px) après déformation (suite). La courbe noire représente la distribution pour un échantillon orienté aléatoirement. Les valeurs de N et J correspondent au nombre de grains utilisés pour l'analyse et au J-index respectivement.

Annexe **B**

Paramètres élastiques des minéraux  
utilisés



## Alumine

Maille : Hexagonale (Groupe d'espace :  $R\bar{3}c$ ).

Paramètres de maille (Newnham et de Haan, 1962) :  $a = 4.7589 \text{ \AA}$ ;  $c = 12.991 \text{ \AA}$ .

$$C_{ij} = \begin{bmatrix} 497.3 & 162.8 & 116.0 & -21.9 & 0.00 & 0.00 \\ 162.8 & 497.3 & 116.0 & 21.90 & 0.00 & 0.00 \\ 116.0 & 116.0 & 500.9 & 0.00 & 0.00 & 0.00 \\ -21.9 & 21.90 & 0.00 & 146.8 & 0.00 & 0.00 \\ 0.00 & 0.00 & 0.00 & 0.00 & 146.8 & -21.9 \\ 0.00 & 0.00 & 0.00 & 0.00 & -21.9 & 167.3 \end{bmatrix} \quad \text{Goto et al. (1989)}$$

$$\frac{\partial C}{\partial P} = \begin{bmatrix} 6.17 & 3.28 & 3.65 & 0.13 & 0.00 & 0.00 \\ 3.28 & 6.17 & 3.65 & -0.13 & 0.00 & 0.00 \\ 3.65 & 3.65 & 5.00 & 0.00 & 0.00 & 0.00 \\ 0.13 & -0.13 & 0.00 & 2.24 & 0.00 & 0.00 \\ 0.00 & 0.00 & 0.00 & 0.00 & 2.24 & 0.13 \\ 0.00 & 0.00 & 0.00 & 0.00 & 0.13 & 1.445 \end{bmatrix} \quad \text{Gieske et Barsch (1968)}$$

$$\frac{\partial C}{\partial T} = \begin{bmatrix} -0.035 & 0.001 & -0.008 & -0.006 & 0.000 & 0.000 \\ 0.001 & -0.035 & -0.008 & 0.006 & 0.000 & 0.000 \\ -0.008 & -0.008 & -0.035 & 0.000 & 0.000 & 0.000 \\ -0.006 & 0.006 & 0.000 & -0.025 & 0.000 & 0.000 \\ 0.000 & 0.000 & 0.000 & 0.000 & -0.025 & -0.006 \\ 0.000 & 0.000 & 0.000 & 0.000 & -0.006 & -0.018 \end{bmatrix} \quad \text{Goto et al. (1989)}$$

Remarque : Pour tous les minéraux listés, les  $C_{ij}$  et les  $\frac{\partial C}{\partial T}$  sont donnés en GPa et GPa.K<sup>-1</sup> respectivement.

Expansion thermique (Aldebert et Traverse, 1984) :  $\alpha_0 = 2.276 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ ;  $\alpha_1 = 0.4198 \times 10^{-8} \text{ K}^{-2}$  and  $\alpha_2 = -0.0897 \text{ K}$ .

$K_T = 252.3 \text{ GPa}$  (Goto et al., 1989)

$\frac{\partial K}{\partial P} = 4.23$  (Chung et Simmons, 1968)

$\frac{\partial K}{\partial T} = -0.027 \text{ GPa.K}^{-1}$  (Goto et al., 1989)



**Olivine**

Maille : Orthorhombique (Groupe d'espace : Pbnm).

Paramètres de maille (Liu et Li, 2006) : a = 4.7656 Å ; b = 10.2142 Å ; c = 6.0014 Å.

$$C_{ij} = \begin{bmatrix} 320.71 & 69.84 & 71.22 & 0.00 & 0.00 & 0.00 \\ 69.84 & 197.25 & 74.80 & 0.00 & 0.00 & 0.00 \\ 71.22 & 74.80 & 234.32 & 0.00 & 0.00 & 0.00 \\ 0.00 & 0.00 & 0.00 & 63.77 & 0.00 & 0.00 \\ 0.00 & 0.00 & 0.00 & 0.00 & 77.67 & 0.00 \\ 0.00 & 0.00 & 0.00 & 0.00 & 0.00 & 78.36 \end{bmatrix} \quad \text{Isaak (1992)}$$

$$\frac{\partial C}{\partial P} = \begin{bmatrix} 7.98 & 4.07 & 4.55 & 0.000 & 0.000 & 0.000 \\ 4.07 & 5.32 & 3.11 & 0.000 & 0.000 & 0.000 \\ 4.550 & 3.110 & 6.000 & 0.000 & 0.000 & 0.000 \\ 0.000 & 0.000 & 0.000 & 2.650 & 0.000 & 0.000 \\ 0.000 & 0.000 & 0.000 & 0.000 & 1.800 & 0.000 \\ 0.000 & 0.000 & 0.000 & 0.000 & 0.000 & 2.460 \end{bmatrix} \quad \text{Webb (1989)}$$

$$\frac{\partial^2 C}{\partial P^2} = \begin{bmatrix} -0.24 & -0.12 & -0.05 & 0.000 & 0.000 & 0.000 \\ -0.12 & -0.11 & -0.160 & 0.000 & 0.000 & 0.000 \\ -0.05 & -0.16 & -0.26 & 0.000 & 0.000 & 0.000 \\ 0.000 & 0.000 & 0.000 & -0.14 & 0.000 & 0.000 \\ 0.000 & 0.000 & 0.000 & 0.000 & -0.12 & 0.000 \\ 0.000 & 0.000 & 0.000 & 0.000 & 0.000 & -0.18 \end{bmatrix} \quad \text{Webb (1989)}$$

$$\frac{\partial C}{\partial T} = \begin{bmatrix} -0.0402 & -0.0114 & -0.0096 & 0.000 & 0.000 & 0.000 \\ -0.0114 & -0.0310 & -0.0072 & 0.000 & 0.000 & 0.000 \\ -0.0096 & -0.0072 & -0.0353 & 0.000 & 0.000 & 0.000 \\ 0.000 & 0.000 & 0.000 & -0.0126 & 0.000 & 0.000 \\ 0.000 & 0.000 & 0.000 & 0.000 & -0.0130 & 0.000 \\ 0.000 & 0.000 & 0.000 & 0.000 & 0.000 & -0.0156 \end{bmatrix} \quad \text{Isaak (1992)}$$

Expansion thermique (Suzuki, 1975) :  $\alpha_0 = 3.034 \times 10^{-5} \text{K}^{-1}$  ;  $\alpha_1 = 0.742 \times 10^{-8} \text{K}^{-2}$  and  $\alpha_2 = -0.5381 \text{K}$ .

$K_T = 129.4 \text{ GPa}$  (Isaak, 1992)

$\frac{\partial K}{\partial P} = 5.13$  (Kumazawa et Anderson, 1969)

$\frac{\partial K}{\partial T} = -0.018 \text{ GPa/K}$  (Isaak, 1992)

## Orthopyroxène

Maille : Orthorhombique (Groupe d'espace : Pbc<sub>2</sub>).

Paramètres de maille (expérience OLI57) : a = 18.26 Å ; b = 8.73 Å ; c = 5.255 Å.

$$C_{ij} = \begin{bmatrix} 231.0 & 78.9 & 61.4 & 0.00 & 0.00 & 0.00 \\ 78.9 & 169.8 & 49.1 & 0.00 & 0.00 & 0.00 \\ 61.4 & 49.1 & 215.7 & 0.00 & 0.00 & 0.00 \\ 0.00 & 0.00 & 0.00 & 82.8 & 0.00 & 0.00 \\ 0.00 & 0.00 & 0.00 & 0.00 & 76.5 & 0.00 \\ 0.00 & 0.00 & 0.00 & 0.00 & 0.00 & 78.1 \end{bmatrix} \quad \text{Webb et Jackson (1993)}$$

$$\frac{\partial C}{\partial P} = \begin{bmatrix} 11.0 & 7.80 & 14.0 & 0.00 & 0.00 & 0.00 \\ 7.80 & 10.7 & 8.50 & 0.00 & 0.00 & 0.00 \\ 14.0 & 8.50 & 16.10 & 0.00 & 0.00 & 0.00 \\ 0.00 & 0.00 & 0.00 & 2.26 & 0.00 & 0.00 \\ 0.00 & 0.00 & 0.00 & 0.00 & 2.65 & 0.00 \\ 0.00 & 0.00 & 0.00 & 0.00 & 0.00 & 2.78 \end{bmatrix} \quad \text{Webb et Jackson (1993)}$$

$$\frac{\partial^2 C}{\partial P^2} = \begin{bmatrix} -0.96 & -1.01 & -3.8 & 0.00 & 0.00 & 0.00 \\ -1.01 & -1.11 & -0.7 & 0.00 & 0.00 & 0.00 \\ -3.8 & -0.7 & -2.3 & 0.00 & 0.00 & 0.00 \\ 0.00 & 0.00 & 0.00 & -0.27 & 0.00 & 0.00 \\ 0.00 & 0.00 & 0.00 & 0.00 & -0.42 & 0.00 \\ 0.00 & 0.00 & 0.00 & 0.00 & 0.00 & -0.23 \end{bmatrix} \quad \text{Webb et Jackson (1993)}$$

$$\frac{\partial C}{\partial T} = \begin{bmatrix} -0.036 & -0.015 & -0.023 & 0.000 & 0.000 & 0.000 \\ -0.015 & -0.034 & -0.016 & 0.000 & 0.000 & 0.000 \\ -0.023 & -0.016 & -0.057 & 0.000 & 0.000 & 0.000 \\ 0.000 & 0.000 & 0.000 & -0.012 & 0.000 & 0.000 \\ 0.000 & 0.000 & 0.000 & 0.000 & -0.016 & 0.000 \\ 0.000 & 0.000 & 0.000 & 0.000 & 0.000 & -0.015 \end{bmatrix} \quad \text{Jackson et al. (2007)}$$

Expansion thermique (Jackson *et al.*, 2003) :  $\alpha_0 = 2.97 \times 10^{-5} \text{K}^{-1}$  ;  $\alpha_1 = 0.570 \times 10^{-8} \text{K}^{-2}$ .

$K_T = 109.4 \text{ GPa}$  (Webb et Jackson, 1993)

$\frac{\partial K}{\partial P} = 10.8$  (Webb et Jackson, 1993)

$\frac{\partial K}{\partial T} = -0.0263 \text{ GPa/K}$  (Jackson *et al.*, 2007)



# Références bibliographiques

- ADAMS, F. D. et NICOLSON, J. T. (1900). An Experimental Investigation into the Flow of Marble. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 195(262-273):363–401.
- ALDEBERT, P. et TRAVERSE, J.-P. (1984).  $\alpha$   $\text{Al}_2\text{O}_3$  : A high-temperature thermal expansion standard. *High Temperatures. High Pressures*, 16(2):127–135.
- AVÉ LALLEMANT, H. G., MERCIER, J.-C. C., CARTER, N. L. et ROSS, J. V. (1980). Rheology of the upper mantle : Inferences from peridotite xenoliths. *Tectonophysics*, 70(1–2):85–113.
- BAI, Q., MACKWELL, S. J. et KOHLSTEDT, D. L. (1991). High-temperature creep of olivine single crystals 1. Mechanical results for buffered samples. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 96(B2):2441–2463.
- BALCHAN, A. S. et DRICKAMER, H. G. (1961). High Pressure Electrical Resistance Cell, and Calibration Points above 100 Kilobars. *Review of Scientific Instruments*, 32(3):308–313.
- BEVIS, M. (1988). Seismic Slip and Down-Dip Strain Rates in Wadati-Benioff Zones. *Science*, 240(4857):1317–1319.
- BILLEN, M. I. et HIRTH, G. (2007). Rheologic controls on slab dynamics. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, 8(8):Q08012.
- BOLFAN-CASANOVA, N., MONTAGNAC, G. et REYNARD, B. (2014). Measurement of water contents in olivine using Raman spectroscopy. *American Mineralogist*, 99(1):149–156.
- BOLLINGER, C., MERKEL, S. et RATERRON, P. (2012). In situ quantitative analysis of stress and texture development in forsterite aggregates deformed at 6GPa and 1373K. *Journal of Applied Crystallography*, 45(2):263–271.
- BOLLINGER, C., RATERRON, P., CORDIER, P. et MERKEL, S. (2014). Polycrystalline olivine rheology in dislocation creep : Revisiting experimental data to 8.1 GPa. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 228:211–219.
- BRUHN, D. F. et CASEY, M. (1997). Texture development in experimentally deformed two-phase aggregates of calcite and anhydrite. *Journal of Structural Geology*, 19(7):909–925.

- BRUHN, D. F., OLGAARD, D. L. et DELL'ANGELO, L. N. (1999). Evidence for enhanced deformation in two-phase rocks : Experiments on the rheology of calcite-anhydrite aggregates. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 104(B1):707–724.
- BUENING, D. K. et BUSECK, P. R. (1973). Fe-Mg lattice diffusion in olivine. *Journal of Geophysical Research*, 78(29):6852–6862.
- BUNGE, H.-J. (1982). *Texture Analysis in Materials Science : Mathematical Methods*. Elsevier.
- BURNLEY, P. C., CLINE, C. J. et DRUE, A. (2013). Kinking in Mg<sub>2</sub>GeO<sub>4</sub> olivine : An EBSD study. *American Mineralogist*, 98(5-6):927–931.
- BURNLEY, P. C. et ZHANG, D. (2008). Interpreting in situ x-ray diffraction data from high pressure deformation experiments using elastic–plastic self-consistent models : an example using quartz. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 20(28):285201.
- BYSTRICKY, M., HEIDELBACH, F. et MACKWELL, S. (2006). Large-strain deformation and strain partitioning in polyphase rocks : Dislocation creep of olivine–magnesiowüstite aggregates. *Tectonophysics*, 427(1–4):115–132.
- BYSTRICKY, M., KUNZE, K., BURLINI, L. et BURG, J.-P. (2000). High shear strain of Olivine aggregates : rheological and seismic consequences. *Science*, 290(5496):1564–1567.
- BÉJINA, F. et BYSTRICKY, M. (2009). Use of the spark plasma sintering technique for the synthesis of dense mineral aggregates suitable for high-pressure experiments. *High Pressure Research*, 29:630–634.
- CARLSON, W. D. (1985). Evidence against the stability of orthoenstatite above 1005°C at atmospheric pressure in CaO-MgO-SiO<sub>2</sub>. *Geophysical Research Letters*, 12(7):409–411.
- CARTER, N. L. et AVÉ LALLEMANT, H. G. (1970). High temperature flow of Dunite and Peridotite. *Geological Society of America Bulletin*, 81(8):2181–2202.
- CHAI, M., BROWN, J. M. et WANG, Y. (1998). Yield strength, slip systems and deformation induced phase transition of San Carlos Olivine up to the transition zone pressure at room temperature. In MANGHNANI, M. et YAGI, T., éditeurs : *Properties of Earth and Planetary Materials at High Pressure and Temperature*, pages 483–493. American Geophysical Union.
- CHEN, J., LI, L., YU, T., LONG, H., WEIDNER, D., WANG, L. et VAUGHAN, M. (2006). Do Reuss and Voigt bounds really bound in high-pressure rheology experiments? *Journal of physics. Condensed matter : an Institute of Physics journal*, 18(25):S1049–1059.
- CHOPRA, P. N. et PATERSON, M. S. (1981). The experimental deformation of dunite. *Tectonophysics*, 78(1–4):453–473.
- CHOPRA, P. N. et PATERSON, M. S. (1984). The role of water in the deformation of dunite. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 89(B9):7861–7876.
- CHUNG, D. H. et SIMMONS, G. (1968). Pressure and temperature dependences of the isotropic elastic moduli of polycrystalline Alumina. *Journal of Applied Physics*, 39(11):5316.



- COBLE, R. L. (1963). A model for boundary diffusion controlled creep in polycrystalline materials. *Journal of Applied Physics*, 34(6):1679–1682.
- COUVY, H., FROST, D. J., HEIDELBACH, F., NYILAS, K., UNGÁR, T., MACKWELL, S. et CORDIER, P. (2004). Shear deformation experiments of forsterite at 11 GPa - 1400°C in the multianvil apparatus. *European Journal of Mineralogy*, 16(6):877–889.
- DEHGHAN, A., LANGDON, T. G. et SAMMIS, C. G. (1982). High temperature creep of polycrystalline orthoenstatite. *Eos Trans. AGU*, 63(1094).
- DEHGHAN, A., SAMMIS, C. G. et LANGDON, T. G. (1981). High temperature deformation of polycrystalline orthoenstatite under controlled oxygen fugacity. *Eos Trans. AGU*, 62(1029).
- DEMOUCHY, S., SCHNEIDER, S. E., MACKWELL, S. J., ZIMMERMAN, M. E. et KOHLSTEDT, D. L. (2009). Experimental deformation of olivine single crystals at lithospheric temperatures. *Geophysical Research Letters*, 36(4).
- DEMOUCHY, S., TOMMASI, A., BOFFA BALLARAN, T. et CORDIER, P. (2013). Low strength of Earth's uppermost mantle inferred from tri-axial deformation experiments on dry olivine crystals. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 220:37–49.
- DRUIVENTAK, A., TREPMMANN, C. A., RENNER, J. et HANKE, K. (2011). Low-temperature plasticity of olivine during high stress deformation of peridotite at lithospheric conditions — An experimental study. *Earth and Planetary Science Letters*, 311(3–4):199–211.
- DURHAM, W., MEI, S., KOHLSTEDT, D., WANG, L. et DIXON, N. A. (2008). New measurements of activation volume in olivine under anhydrous conditions. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 172(1-2):67–73.
- DURHAM, W., WEIDNER, D., KARATO, S. et WANG, Y. (2002). New developments in deformation experiments at high pressure (review). In *Plastic Deformation of Minerals and Rocks, Reviews in Mineralogy 51*, pages 21–49. S.-i. Karato and H.-R. Wenk, Mineralogical Society of America, Washington DC.
- DURHAM, W. B. et GOETZE, C. (1977). Plastic flow of oriented single crystals of olivine : 1. Mechanical data. *Journal of Geophysical Research*, 82(36):5737–5753.
- DURHAM, W. B., GOETZE, C. et BLAKE, B. (1977). Plastic flow of oriented single crystals of olivine : 2. Observations and interpretations of the dislocation structures. *Journal of Geophysical Research*, 82(36):5755–5770.
- EVANS, B. et GOETZE, C. (1979). The temperature variation of hardness of olivine and its implication for polycrystalline yield stress. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 84(B10):5505–5524.
- FARLA, R. J. M., GERALD, J. D. F., KOKKONEN, H., HALFPENNY, A., FAUL, U. H. et JACKSON, I. (2011). Slip-system and EBSD analysis on compressively deformed fine-grained polycrystalline olivine. *Geological Society, London, Special Publications*, 360(1):225–235.
- FAUL, U. H., FITZ GERALD, J. D., FARLA, R. J. M., AHLEFELDT, R. et JACKSON, I. (2011). Dislocation creep of fine-grained olivine. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 116(B1):B01203.

- FAUL, U. H. et JACKSON, I. (2007). Diffusion creep of dry, melt-free olivine. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 112(B4):B04204.
- FORD, J. M. et WHEELER, J. (2004). Modelling interface diffusion creep in two-phase materials. *Acta Materialia*, 52(8):2365–2376.
- FROST, H. J. et ASHBY, M. E. (1982). *Deformation-mechanism maps : the plasticity and creep of metals and ceramics*. Pergamon Press.
- GAREL, F., GOES, S., DAVIES, D. R., DAVIES, J. H., KRAMER, S. C. et WILSON, C. R. (2014). Interaction of subducted slabs with the mantle transition-zone : A regime diagram from 2-D thermo-mechanical models with a mobile trench and an overriding plate. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, 15(5):1739–1765.
- GASPARIK, T. (1990). A thermodynamic model for the enstatite-diopside join. *American Mineralogist*, 75(9-10):1080–1091.
- GIESKE, J. H. et BARSCH, G. R. (1968). Pressure dependence of the elastic constants of single crystalline Aluminum oxide. *physica status solidi (b)*, 29(1):121–131.
- GOETZE, C. et POIRIER, J. P. (1978). The mechanisms of creep in Olivine. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, 288(1350):99–119.
- GOTO, T., ANDERSON, O. L., OHNO, I. et YAMAMOTO, S. (1989). Elastic constants of corundum up to 1825 K. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 94(B6):7588–7602.
- GREEN, D. H. et RINGWOOD, A. E. (1963). Mineral assemblages in a model mantle composition. *Journal of Geophysical Research*, 68(3):937–945.
- GREEN II, H. W. et BORCH, R. S. (1987). The pressure dependence of creep. *Acta Metallurgica*, 35(6):1301–1305.
- GRIGGS, D. (1967). Hydrolytic weakening of Quartz and other silicates. *Geophysical Journal International*, 14(1-4):19–31.
- GUIGNARD, J., BYSTRICKY, M. et BÉJINA, F. (2011). Dense fine-grained aggregates prepared by spark plasma sintering (SPS), an original technique in experimental petrology. *European Journal of Mineralogy*, 23(3):323–331.
- GUIGNARD, J. et CRICHTON, W. A. (2015). The large volume press facility at ID06 beamline of the European synchrotron radiation facility as a High Pressure-High Temperature deformation apparatus. *The Review of Scientific Instruments*, 86(8):085112.
- GURNIS, M. et HAGER, B. H. (1988). Controls of the structure of subducted slabs. *Nature*, 335(6188):317–321.
- HAMMERSLEY, A. (1997). FIT2d : An introduction and overview. *European Synchrotron Radiation Facility, Grenoble, France*.

- HANDIN, J., HEARD, H. C. et MAGOUIRK, J. N. (1967). Effects of the intermediate principal stress on the failure of limestone, dolomite, and glass at different temperatures and strain rates. *Journal of Geophysical Research*, 72(2):611–640.
- HANDY, M. R. (1990). The solid-state flow of polymineralic rocks. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 95(B6):8647–8661.
- HANSEN, L. N. et WARREN, J. M. (2015). Quantifying the effect of pyroxene on deformation of peridotite in a natural shear zone. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 120(4): 2014JB011584.
- HANSEN, L. N., ZIMMERMAN, M. E. et KOHLSTEDT, D. L. (2011). Grain boundary sliding in San Carlos olivine : Flow law parameters and crystallographic-preferred orientation. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 116(B8):B08201.
- HANSEN, L. N., ZIMMERMAN, M. E. et KOHLSTEDT, D. L. (2012). The influence of microstructure on deformation of olivine in the grain-boundary sliding regime. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 117(B9):B09201.
- HEEGE, J. H. t. (2002). *Relationship between dynamic recrystallization, grain size distribution and rheology*. Thèse de doctorat.
- HERRING, C. (1950). Diffusional viscosity of a polycrystalline solid. *Journal of Applied Physics*, 21(5):437–445.
- HILAIRET, N., WANG, Y., SANEHIRA, T., MERKEL, S. et MEI, S. (2012). Deformation of olivine under mantle conditions : An in situ high-pressure, high-temperature study using monochromatic synchrotron radiation. *Journal of Geophysical Research*, 117:16 PP.
- HIRAGA, T., TACHIBANA, C., OHASHI, N. et SANO, S. (2010). Grain growth systematics for forsterite ± enstatite aggregates : Effect of lithology on grain size in the upper mantle. *Earth and Planetary Science Letters*, 291(1-4):10–20.
- HIRTH, G. et KOHLSTEDT, D. (2003). Rheology of the upper mantle and the mantle wedge : A view from the experimentalists. In EILER, J., éditeur : *Geophysical Monograph Series*, volume 138, pages 83–105. American Geophysical Union, Washington, D. C.
- HIRTH, G. et KOHLSTEDT, D. L. (1995a). Experimental constraints on the dynamics of the partially molten upper mantle : 2. Deformation in the dislocation creep regime. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 100(B8):15441–15449.
- HIRTH, G. et KOHLSTEDT, D. L. (1995b). Experimental constraints on the dynamics of the partially molten upper mantle : Deformation in the diffusion creep regime. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 100(B2):1981–2001.
- HITCHINGS, R., PATERSON, M. et BITMEAD, J. (1989). Effects of iron and magnetite additions in olivine-pyroxene rheology. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 55(3–4):277–291.
- HUNT, S. A., DOBSON, D. P., WOOD, I. G., BRODHOLT, J. P., MECKLENBURGH, J. et OLIVER, E. C. (2009). Deformation of olivine at 5GPa and 350–900°C. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 172(1–2):84–90.

- ISAAK, D. G. (1992). High-temperature elasticity of iron-bearing Olivines. *Journal of Geophysical Research*, 97(B2):PP. 1871–1885.
- JACKSON, J. M., PALKO, J. W., ANDRAULT, D., SINOGEIKIN, S. V., LAKSHTANOV, D. L., WANG, J., BASS, J. D. et ZHA, C.-S. (2003). Thermal expansion of natural orthoenstatite to 1473 K. *European Journal of Mineralogy*, 15(3):469–473.
- JACKSON, J. M., SINOGEIKIN, S. V. et BASS, J. D. (2007). Sound velocities and single-crystal elasticity of orthoenstatite to 1073 K at ambient pressure. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 161(1-2):1–12.
- JAOUL, O., FROIDEVAUX, C., DURHAM, W. B. et MICHAUT, M. (1980). Oxygen self-diffusion in forsterite : Implications for the high-temperature creep mechanism. *Earth and Planetary Science Letters*, 47(3):391–397.
- JI, S., WANG, Z. et WIRTH, R. (2001). Bulk flow strength of forsterite–enstatite composites as a function of forsterite content. *Tectonophysics*, 341(1-4):69–93.
- JOHNSON, K. L. (1987). *Contact Mechanics*. Cambridge University Press, second edition édition.
- JUNG, H., KATAYAMA, I., JIANG, Z., HIRAGA, T. et KARATO, S. (2006). Effect of water and stress on the lattice-preferred orientation of olivine. *Tectonophysics*, 421(1–2):1–22.
- JUNG, H., PARK, M., JUNG, S. et LEE, J. (2010). Lattice preferred orientation, water content, and seismic anisotropy of orthopyroxene. *Journal of Earth Science*, 21(5):555–568.
- KACZMAREK, M.-A. et TOMMASI, A. (2011). Anatomy of an extensional shear zone in the mantle, Lanzo massif, Italy. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, 12(8):Q0AG06.
- KAMINSKY, F. (2012). Mineralogy of the lower mantle : A review of ‘super-deep’ mineral inclusions in diamond. *Earth-Science Reviews*, 110(1–4):127–147.
- KARATO, S.-i. (1992). On the Lehmann discontinuity. *Geophysical Research Letters*, 19(22): 2255–2258.
- KARATO, S.-I. et JUNG, H. (2003). Effects of pressure on high-temperature dislocation creep in olivine. *Philosophical Magazine*, 83(3):401–414.
- KARATO, S.-I., JUNG, H., KATAYAMA, I. et SKEMER, P. (2008). Geodynamic significance of seismic anisotropy of the upper mantle : new insights from laboratory studies. *Annual Review of Earth and Planetary Sciences*, 36(1):59–95.
- KARATO, S.-I., PATERSON, M. S. et FITZGERALD, J. D. (1986). Rheology of synthetic Olivine aggregates : influence of grain size and water. *Journal of Geophysical Research*, 91(B8): 8151–8176.
- KARATO, S.-i., RIEDEL, M. R. et YUEN, D. A. (2001). Rheological structure and deformation of subducted slabs in the mantle transition zone : implications for mantle circulation and deep earthquakes. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 127(1-4):83–108.

- KARATO, S.-I. et WEIDNER, D. J. (2008). Laboratory studies of the rheological properties of minerals under deep-mantle conditions. *Elements*, 4(3):191–196.
- KATAYAMA, I., JUNG, H. et KARATO, S.-i. (2004). New type of olivine fabric from deformation experiments at modest water content and low stress. *Geology*, 32(12):1045–1048.
- KATAYAMA, I. et KARATO, S.-i. (2008). Low-temperature, high-stress deformation of olivine under water-saturated conditions. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 168(3–4): 125–133.
- KAWAZOE, T., KARATO, S.-I., OTSUKA, K., JING, Z. et MOOKHERJEE, M. (2009). Shear deformation of dry polycrystalline olivine under deep upper mantle conditions using a rotational Drickamer apparatus (RDA). *Physics of The Earth and Planetary Interiors*, 174(1):128–137.
- KAWAZOE, T., OHUCHI, T., NISHIYAMA, N., NISHIHARA, Y. et IRIFUNE, T. (2010). Preliminary deformation experiment of ringwoodite at 20 GPa and 1700 K using a D-DIA apparatus. *Journal of Earth Science*, 21(5):517–522.
- KEEFNER, J. W., MACKWELL, S. J., KOHLSTEDT, D. L. et HEIDELBACH, F. (2011). Dependence of dislocation creep of dunite on oxygen fugacity : Implications for viscosity variations in Earth's mantle. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 116(B5):B05201.
- KOCKS, U. F., ARGON, A. S. et ASHBY, M. F. (1975). *Thermodynamics and Kinetics of Slip*. Pergamon Press.
- KOHLSTEDT, D. L. et GOETZE, C. (1974). Low-stress high-temperature creep in Olivine single crystals. *Journal of Geophysical Research*, 79(14):2045–2051.
- KOHLSTEDT, D. L. et WANG, Z. (2001). Grain-boundary sliding accommodated dislocation creep in Dunite. *AGU Fall Meeting Abstracts*, 21:01.
- KOHLSTEDT, D. L. et ZIMMERMAN, M. E. (1996). Rheology of partially molten mantle rocks. *Annual Review of Earth and Planetary Sciences*, 24:41–62.
- KOIZUMI, S., HIRAGA, T., TACHIBANA, C., TASAKA, M., MIYAZAKI, T., KOBAYASHI, T., TAKAMASA, A., OHASHI, N. et SANO, S. (2010). Synthesis of highly dense and fine-grained aggregates of mantle composites by vacuum sintering of nano-sized mineral powders. *Physics and Chemistry of Minerals*, 37(8):505–518.
- KUMAZAWA, M. et ANDERSON, O. L. (1969). Elastic moduli, pressure derivatives, and temperature derivatives of single-crystal Olivine and single-crystal Forsterite. *Journal of Geophysical Research*, 74(25):5961–5972.
- LANGDON, T. G. (1994). A unified approach to grain boundary sliding in creep and superplasticity. *Acta Metallurgica et Materialia*, 42(7):2437–2443.
- LAWLIS, J. D. (1998). *High temperature creep of synthetic olivine-enstatite aggregates*. Thèse de doctorat, Pennsylvania State University, University Park.
- LE GODEC, Y., MARTINEZ-GARCIA, D., MEZOUAR, M., SYFOSSE, G., ITIÉ, J.-P. et BESSON, J.-M. (2000). Thermoelastic behaviour of hexagonal graphite-like boron nitride. *High Pressure Research*, 17(1):35–46.



- LEE, W. E. et HEUER, a. H. (1987). On the polymorphism of Enstatite. *Journal of the American Ceramic Society*, 70(5):349–360.
- LI, L., ADDAD, A., WEIDNER, D., LONG, H. et CHEN, J. (2007). High pressure deformation in two-phase aggregates. *Tectonophysics*, 439(1–4):107–117.
- LI, L., RATERRON, P., WEIDNER, D. et CHEN, J. (2003). Olivine flow mechanisms at 8 GPa. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 138(2):113–129.
- LI, L., WEIDNER, D., RATERRON, P., CHEN, J., VAUGHAN, M., MEI, S. et DURHAM, B. (2006). Deformation of olivine at mantle pressure using the D-DIA. *European Journal of Mineralogy*, 18(1):7–19.
- LINCKENS, J., HERWEGH, M., MÜNTENER, O. et MERCOLLI, I. (2011). Evolution of a polyminer-  
allic mantle shear zone and the role of second phases in the localization of deformation. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 116(B6):B06210.
- LIU, W., KUNG, J. et LI, B. (2005). Elasticity of San Carlos olivine to 8 GPa and 1073 K. *Geophysical Research Letters*, 32(16):L16301.
- LIU, W. et LI, B. (2006). Thermal equation of state of  $(\text{Mg}_{0.9}\text{Fe}_{0.1})_2\text{SiO}_4$  Olivine. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 157(3–4):188–195.
- LONG, H., WEIDNER, D., LI, L., CHEN, J. et WANG, L. (2011). Deformation of olivine at subduc-  
tion zone conditions determined from in situ measurements with synchrotron radiation. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 186:23–35.
- LOUAT, N. (1974). On the theory of normal grain growth. *Acta Metallurgica*, 22(6):721–724.
- MACKWELL, S. J. (1991). High temperature rheology of enstatite : Implications for creep in the  
mantle. *Geophysical Research Letters*, 18(11):2027–2030.
- MADI, K., FOREST, S., CORDIER, P. et BOUSSUGE, M. (2005). Numerical study of creep in two-  
phase aggregates with a large rheology contrast : Implications for the lower mantle. *Earth  
and Planetary Science Letters*, 237(1–2):223–238.
- MANTHILAKE, M. a. G. M., MIYAJIMA, N., HEIDELBACH, F., SOUSTELLE, V. et FROST, D. J. (2012).  
The effect of aluminum and water on the development of deformation fabrics of orthopy-  
roxene. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 165(3):495–505.
- MARDER, R., ESTOURNÈS, C., CHEVALLIER, G. et CHAIM, R. (2014). Plasma in spark plasma  
sintering of ceramic particle compacts. *Scripta Materialia*, 82:57–60.
- MCDONNELL, R. D., PEACH, C. J., van ROERMUND, H. L. M. et SPIERS, C. J. (2000). Effect of  
varying enstatite content on the deformation behavior of fine-grained synthetic peridotite  
under wet conditions. *Journal of Geophysical Research*, 105(B6):13535.
- MCKENZIE, D. P. (1969). Speculations on the consequences and causes of plate motions.  
*Geophysical Journal of the Royal Astronomical Society*, 18(1):1–32.
- MEADE, C. et JEANLOZ, R. (1990). The strength of mantle silicates at high pressures and room  
temperature : implications for the viscosity of the mantle. *Nature*, 348(6301):533–535.

- MEDARIS, L. G. (1969). Partitioning of Fe<sup>2+</sup> and Mg<sup>2+</sup> between coexisting synthetic Olivine and Orthopyroxene. *American Journal of Science*, 267(8):945–968.
- MEI, S. et KOHLSTEDT, D. L. (2000a). Influence of water on plastic deformation of olivine aggregates : 1. Diffusion creep regime. *Journal of Geophysical Research*, 105(B9):21457–21469.
- MEI, S. et KOHLSTEDT, D. L. (2000b). Influence of water on plastic deformation of olivine aggregates : 2. Dislocation creep regime. *Journal of Geophysical Research*, 105(B9):21471–21481.
- MEI, S., SUZUKI, A. M., KOHLSTEDT, D. L., DIXON, N. A. et DURHAM, W. B. (2010). Experimental constraints on the strength of the lithospheric mantle. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 115(B8):B08204.
- MERCIER, J.-C. C. (1979). Peridotite xenoliths and the dynamics of Kimberlite intrusion. In BOYD, F. R. et MEYER, H. O. A., éditeurs : *The Mantle Sample : Inclusion in Kimberlites and Other Volcanics*, pages 197–212. American Geophysical Union.
- MERKEL, S. (2006). X-ray diffraction evaluation of stress in high pressure deformation experiments. *Journal of physics. Condensed matter : an Institute of Physics journal*, 18(25):S949–62.
- MERKEL, S., TOMÉ, C. et WENK, H.-R. (2009). Modeling analysis of the influence of plasticity on high pressure deformation of hcp-Co. *Physical Review B*, 79(6):064110.
- MIYAZAKI, T., SUEYOSHI, K. et HIRAGA, T. (2013). Olivine crystals align during diffusion creep of Earth's upper mantle. *Nature*, 502(7471):321–6.
- MORALES, L. F. G. et TOMMASI, A. (2011). Composition, textures, seismic and thermal anisotropies of xenoliths from a thin and hot lithospheric mantle (Summit Lake, southern Canadian Cordillera). *Tectonophysics*, 507(1–4):1–15.
- MORIMOTO, N. (1989). Nomenclature of pyroxenes. *Mineralogical Journal*, 14(5):198–221.
- NEUNHAM, R. et de HAAN, Y. (1962). Refinement of the alpha-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ti<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> structures. *Z. Kristallogr.*, 117:235–237.
- NICHOLS, S. et MACKWELL, S. (1991). Grain growth in porous olivine aggregates. *Physics and Chemistry of Minerals*, 18(4).
- NISHIHARA, Y., OHUCHI, T., KAWAZOE, T., SPENGLER, D., TASAKA, M., KIKEGAWA, T., SUZUKI, A. et OHTANI, E. (2014). Rheology of fine-grained forsterite aggregate at deep upper mantle conditions : Rheology of fine-grained forsterite. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 119(1):253–273.
- NISHIHARA, Y., TINKER, D., KAWAZOE, T., XU, Y., JING, Z., MATSUKAGE, K. N. et KARATO, S.-i. (2008). Plastic deformation of wadsleyite and olivine at high-pressure and high-temperature using a rotational Drickamer apparatus (RDA). *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 170(3–4):156–169.

- NISHIYAMA, N., WANG, Y., UCHIDA, T., IRIFUNE, T., RIVERS, M. L. et SUTTON, S. R. (2005). Pressure and strain dependence of the strength of sintered polycrystalline  $Mg_2SiO_4$  ringwoodite. *Geophysical Research Letters*, 32(4).
- NITSAN, U. (1974). Stability field of Olivine with respect to oxidation and reduction. *Journal of Geophysical Research*, 79(5):PP. 706–711.
- OHUCHI, T., KARATO, S.-i. et FUJINO, K. (2010). Strength of single-crystal orthopyroxene under lithospheric conditions. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 161(6):961–975.
- OHUCHI, T., KAWAZOE, T., HIGO, Y., FUNAKOSHI, K.-i., SUZUKI, A., KIKEGAWA, T. et IRIFUNE, T. (2015a). Dislocation-accommodated grain boundary sliding as the major deformation mechanism of olivine in the Earth's upper mantle. *Science Advances*, 1(9):e1500360.
- OHUCHI, T., NISHIHARA, Y., SETO, Y., KAWAZOE, T., NISHI, M., MARUYAMA, G., HASHIMOTO, M., HIGO, Y., FUNAKOSHI, K.-i., SUZUKI, A., KIKEGAWA, T. et IRIFUNE, T. (2015b). In situ observation of crystallographic preferred orientation of deforming olivine at high pressure and high temperature. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 243:1–21.
- OROWAN, E. (1940). Problems of plastic gliding. *Proceedings of the Physical Society*, 52(1):8–22.
- PATERSON, M. S. (1970). A high-pressure, high-temperature apparatus for rock deformation. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences & Geomechanics Abstracts*, 7(5):517–526.
- PELLEG, J. (2013). *Mechanical Properties of Materials*, volume 190 de *Solid Mechanics and Its Applications*. Springer Netherlands, Dordrecht.
- PHAKEY, P., DOLLINGER, G. et CHRISTIE, J. (1972). Transmission electron microscopy of experimentally deformed Olivine crystals. In HEARD, H. C., BORG, I. Y., CARTER, N. L. et RALEIGH, C. B., éditeurs : *Flow and Fracture of Rocks*, pages 117–138. American Geophysical Union.
- RALEIGH, C. B. (1965). Glide mechanisms in experimentally deformed minerals. *Science (New York, N.Y.)*, 150(3697):739–741.
- RALEIGH, C. B. (1968). Mechanisms of plastic deformation of olivine. *Journal of Geophysical Research*, 73(16):5391–5406.
- RALEIGH, C. B., KIRBY, S. H., CARTER, N. L. et LALLEMANT, H. G. A. (1971). Slip and the clinoenstatite transformation as competing rate processes in enstatite. *Journal of Geophysical Research*, 76(17):4011–4022.
- RATERRON, P., CHEN, J., GEENEN, T. et GIRARD, J. (2011). Pressure effect on forsterite dislocation slip systems : Implications for upper-mantle LPO and low viscosity zone. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 188(1–2):26–36.
- RATERRON, P., GIRARD, J. et CHEN, J. (2012). Activities of olivine slip systems in the upper mantle. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 200–201:105–112.

- RATERRON, P., MERKEL, S. et HOLYOKE, C. W. (2013). Axial temperature gradient and stress measurements in the deformation-DIA cell using alumina pistons. *Review of Scientific Instruments*, 84(4):043906–043906–11.
- RATERRON, P., WU, Y., WEIDNER, D. J. et CHEN, J. (2004). Low-temperature olivine rheology at high pressure. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 145(1-4):149–159.
- RIECKER, R. E. et ROONEY, T. P. (1967). Deformation and polymorphism of Enstatite under shear stress. *Geological Society of America Bulletin*, 78(8):1045–1054.
- ROSS, J. V., AVÉ LALLEMANT, H. G. et CARTER, N. L. (1979). Activation volume for creep in the upper mantle. *Science*, 203(4377):261–263.
- ROSS, J. V. et NIELSEN, K. C. (1978). High-temperature flow of wet polycrystalline Enstatite. *Tectonophysics*, 44(1–4):233–261.
- SANO, S., SAITO, N., MATSUDA, S.-i., OHASHI, N., HANEDA, H., ARITA, Y. et TAKEMOTO, M. (2006). Synthesis of high density and transparent Forsterite ceramics using nano-sized precursors and their dielectric properties. *Journal of the American Ceramic Society*, 89(2): 568–574.
- SCHLOESSIN, H. et RANALLI, G. (1988). Hot creep of single crystals by bending : procedure, theory and pilot experiment on enstatite. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 52(1-2):132–149.
- SINGH, A. K. (1993). The lattice strains in a specimen (cubic system) compressed nonhydrostatically in an opposed anvil device. *Journal of Applied Physics*, 73(9):4278–4286.
- SINGH, A. K. et BALASINGH, C. (1994). The lattice strains in a specimen (hexagonal system) compressed nonhydrostatically in an opposed anvil high pressure setup. *Journal of Applied Physics*, 75(10):4956–4962.
- SINGH, A. K., BALASINGH, C., MAO, H.-k., HEMLEY, R. J. et SHU, J. (1998). Analysis of lattice strains measured under nonhydrostatic pressure. *Journal of Applied Physics*, 83(12):7567–7575.
- SKEMER, P. et KARATO, S.-i. (2008). Sheared lherzolite xenoliths revisited. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 113(B7):B07205.
- SKEMER, P., KATAYAMA, I., JIANG, Z. et KARATO, S.-I. (2005). The misorientation index : Development of a new method for calculating the strength of lattice-preferred orientation. *Tectonophysics*, 411(1):157–167.
- SKEMER, P., WARREN, J. M., KELEMEN, P. B. et HIRTH, G. (2010). Microstructural and rheological evolution of a mantle shear zone. *Journal of Petrology*, 51(1-2):43–53.
- SOLOZHENKO, V. L., WILL, G. et ELF, F. (1995). Isothermal compression of hexagonal graphite-like boron nitride up to 12 GPa. *Solid State Communications*, 96(1):1–3.
- SUNDBERG, M. et COOPER, R. F. (2008). Crystallographic preferred orientation produced by diffusional creep of harzburgite : Effects of chemical interactions among phases during plastic flow. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 113(B12):B12208.

- SUZUKI, I. (1975). Thermal expansion of Periclase and Olivine, and their anharmonic properties. *Journal of Physics of the Earth*, 23(2):145–159.
- TASAKA, M., HIRAGA, T. et ZIMMERMAN, M. E. (2013a). Influence of mineral fraction on the rheological properties of forsterite + enstatite during grain-size-sensitive creep : 1. Grain size and grain growth laws. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 118(8):3970–3990.
- TASAKA, M., HIRAGA, T. et ZIMMERMAN, M. E. (2013b). Influence of mineral fraction on the rheological properties of forsterite + enstatite during grain-size-sensitive creep : 2. Deformation experiments. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 118(8):3991–4012.
- TULLIS, T. E., HOROWITZ, F. G. et TULLIS, J. (1991). Flow laws of polyphase aggregates from end-member flow laws. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 96(B5):8081–8096.
- TURCOTTE, D. L. et SCHUBERT, G. (2014). *Geodynamics*. Cambridge University Press, 3 édition.
- UCHIDA, T., FUNAMORI, N. et YAGI, T. (1996). Lattice strains in crystals under uniaxial stress field. *Journal of Applied Physics*, 80(2):739–746.
- Van der WAL, D., CHOPRA, P., DRURY, M. et GERALD, J. F. (1993). Relationships between dynamically recrystallized grain size and deformation conditions in experimentally deformed olivine rocks. *Geophysical Research Letters*, 20(14):1479–1482.
- VAUCHEZ, A., TOMMASI, A. et MAINPRICE, D. (2012). Faults (shear zones) in the Earth's mantle. *Tectonophysics*, 558-559:1–27.
- WANG, Y., DURHAM, B., GETTING et WEIDNER (2003). The deformation-DIA : A new apparatus for high temperature triaxial deformation to pressures up to 15 GPa. *Review of Scientific Instruments*, 74(6).
- WANG, Y., HILAIRET, N., NISHIYAMA, N., YAHATA, N., TSUCHIYA, T., MORARD, G. et FIQUET, G. (2013). High-pressure, high-temperature deformation of  $\text{CaGeO}_3$  (perovskite) $\pm\text{MgO}$  aggregates : Implications for multiphase rheology of the lower mantle. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, 14(9):3389–3408.
- WEBB, S. L. (1989). The elasticity of the upper mantle orthosilicates olivine and garnet to 3 GPa. *Physics and Chemistry of Minerals*, 16(7):684–692.
- WEBB, S. L. et JACKSON, I. (1993). The pressure dependence of the elastic moduli of single-crystal orthopyroxene  $(\text{Mg}_{0.8}\text{Fe}_{0.2})\text{SiO}_3$ . *European journal of mineralogy*, 5(6):1111–1119.
- WEIDNER, D. J., VAUGHAN, M. T., WANG, L., LONG, H., LI, L., DIXON, N. A. et DURHAM, W. B. (2010). Precise stress measurements with white synchrotron x rays. *Review of Scientific Instruments*, 81(1):013903.
- WEIDNER, D. J., WANG, Y., CHEN, G., ANDO, J. et VAUGHAN, M. T. (1998). Rheology measurements at high pressure and temperature. In MANGHNANI, M. et YAGI, T., éditeurs : *Properties of Earth and Planetary Materials at High Pressure and Temperature*, pages 473–482. American Geophysical Union.



- WENK, H. R., ISCHIA, G., NISHIYAMA, N., WANG, Y. et UCHIDA, T. (2005). Texture development and deformation mechanisms in ringwoodite. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 152(3):191–199.
- YAMAMOTO, J., ANDO, J.-i., KAGI, H., INOUE, T., YAMADA, A., YAMAZAKI, D. et IRIFUNE, T. (2008). In situ strength measurements on natural upper-mantle minerals. *Physics and Chemistry of Minerals*, 35(5):249–257.
- YAMAZAKI, D. et KARATO, S.-i. (2001). High-pressure rotational deformation apparatus to 15 GPa. *Review of Scientific Instruments*, 72(11):4207–4211.
- YANG, H. et GHOSE, S. (1995). High temperature single crystal X-ray diffraction studies of the ortho-proto phase transition in Enstatite,  $Mg_2Si_2O_6$  at 1360 K. *Physics and Chemistry of Minerals*, 22(5):300–310.
- ZUSSMAN, J. (1968). The crystal chemistry of pyroxenes and amphiboles, 1. Pyroxenes. *Earth-Science Reviews*, 4:39–67.

