



**HAL**  
open science

# Transition explosive-effusive des éruptions volcaniques : étude expérimentale du développement de la porosité connectée des magmas siliceux riches en cristaux sous une déformation cisailante

Camille Daffos

## ► To cite this version:

Camille Daffos. Transition explosive-effusive des éruptions volcaniques : étude expérimentale du développement de la porosité connectée des magmas siliceux riches en cristaux sous une déformation cisailante. *Volcanologie*. Université d'Orléans, 2022. Français. NNT : 2022ORLE1001 . tel-03687354

**HAL Id: tel-03687354**

**<https://theses.hal.science/tel-03687354v1>**

Submitted on 3 Jun 2022

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

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

**UNIVERSITÉ D'ORLÉANS**  
**ÉCOLE DOCTORALE**  
**ENERGIE, MATERIAUX, SCIENCE DE LA TERRE ET DE L'UNIVERS**  
Institut des Sciences de la Terre d'Orléans

**THÈSE** présentée par :

**Camille DAFFOS**

soutenue le : **7 janvier 2022**

pour obtenir le grade de : **Docteur de l'Université d'Orléans**

Discipline/ Spécialité : Sciences de la Terre et de l'Univers

**Transition explosive-effusive des éruptions  
volcaniques :**

Etude expérimentale du développement de la porosité  
connectée des magmas siliceux riches en cristaux sous  
une déformation cisailante

**THÈSE dirigée par :**

**Caroline MARTEL**

Directrice de Recherche, CNRS, Orléans

**Laurent ARBARET**

Maître de conférence (HDR), Université d'Orléans

**RAPPORTEURS :**

**Didier LAPORTE**

Directeur de recherche, CNRS, Clermont-Ferrand

**Michael HEAP**

Maître de conférence (HDR), Université de Strasbourg

---

**JURY :**

**Marielle COLLOMBET**

Maître de conférence, Université Savoie Mont Blanc

**Patrick LAUNEAU**

Professeur, Université de Nantes

**Bruno SCAILLET**

Directeur de Recherche, CNRS, Orléans (Président du Jury)





# Remerciements

On m'a souvent dit que la thèse était un marathon pas un sprint, qu'il faut de l'endurance et beaucoup de patience. Il ne faut pas partir trop vite au risque de s'essouffler et de ne jamais franchir la ligne d'arrivée. Comme tous sports il faut s'entraîner, garder la motivation, même les jours où c'est plus difficile. Pour cela, il faut garder à l'esprit l'objectif que l'on s'est fixé et imaginer la sensation que l'on ressentira lorsque l'on franchira cette fameuse ligne d'arrivée.

Aujourd'hui, j'ai franchi cette ligne d'arrivée et je peux enfin dire que j'ai réussi. Oui je suis allée jusqu'au bout !! Même si c'est moi seule qui ai terminé cette course, je n'ai jamais vraiment été toute seule ! Tout au long de cette préparation j'ai pu compter sur un grand nombre de personnes qui ont été présentes dans les moments de joie (les premières expériences réussies !!) comme dans les moments les plus difficiles (les pannes répétées de la Presse Paterson) !! Je souhaite donc les remercier ici et leur dire que sans eux la course aurait été plus difficile !!!

Je tiens tous d'abord à remercier les membres du Jury, mes rapporteurs Didier Laporte et Michael Heap pour avoir accepté d'évaluer ce manuscrit, ainsi que Marielle Collombet et Patrick Launeau pour leurs conseils et leurs aides, et également Bruno Scaillet pour avoir présidé cette soutenance qui a eu lieu dans des conditions particulières.

Je souhaite ensuite remercier Caroline Martel et Laurent Arbaret, pour m'avoir fait confiance et m'avoir offert cette formidable opportunité. Merci à vous deux pour votre patience et votre écoute. Merci Caroline pour ta gentillesse, ta positive attitude et surtout pour avoir été présente à chaque fois pour répondre à toutes mes questions et mes interrogations. Merci Laurent pour tes conseils et ton accompagnement tout au long de ces années. Merci d'avoir cru en moi depuis ce jour où je suis venue te voir pour te demander un stage volcano en Master 1!!

Je souhaite également remercier toutes les petites mains du labo qui ont chacune contribué à ce travail. Tout d'abord merci à Rémi Champallier pour son aide essentielle avec la très respectable mais très susceptible Presse Paterson, qui malgré les nombreuses prières adressées à Mervyn et les nombreux grigris porte bonheur nous aura tout de même bien fait tourner en bourrique !!! Mais qui je dois le dire nous a également permis d'obtenir de formidables résultats !! Merci à toi !!

Merci également aux gars de l'atelier Esteban, Fred et Rémi pour leurs aides hautement précieuses. Merci à Patricia, Ida, Saskia et Philippe pour leurs aides au MEB, à la microsonde et au microtomographe. Je veux également remercier Marie-France et Olivier pour leurs aides dans toutes ces démarches administratives interminables.

Je souhaite maintenant remercier les personnes qui m'ont permis de passer trois ans inoubliables remplis de rire et quelquefois de pleurs (de joie bien sûr !!). Une thèse n'est pas simplement une expérience professionnelle enrichissante, c'est également une expérience humaine incroyable. J'ai eu la chance de rencontrer des gens formidables, certains sont partis pour de nouvelles aventures et d'autres débutent à peine la leur. Je tiens tous d'abord à remercier *Felices los 4* parce que vous êtes des malades Bernard !! Merci monsieur le représentant des doctorants Benjamin pour son aide mécanique (maintenant je sais changer un feu de voiture !!!) et pour m'avoir supportée tout au long de ces trois années. Hectorcito, maluma baby !! merci pour les tagada et les chocolaines (Team chocolatine forever !!) qui m'a bien aidé pendant la rédaction. Douja, merci pour tes petits mots d'encouragement et pour ton écoute. Vous avez tous les trois rendu cette fin de thèse plus légère. Merci également à tous les permanents, doctorats et post-docs de l'isto ou simplement de passage (Natalia et Amicia) pour avoir apporté une si bonne ambiance de travail.

Parce qu'une thèse ne se déroule pas uniquement au laboratoire, je tiens à remercier ceux qui m'ont connue avant et qui ont toujours été présents même lorsque plusieurs centaines de kilomètres nous séparaient. Merci à Steph pour nos petits après-midi tricot et nos sorties ciné qui m'ont permis de me vider la tête. Merci à Lorena et Antoine pour leurs encouragements depuis le master. Je tiens également à remercier Lia ma sœur de cœur pour nos skypes de 3 heures. Et puis je veux aussi remercier les *Geology girl* Charlotte, Claire et Marjorie de la licence qui malgré la distance ont toujours été présentes pour moi.

Et puis je souhaite tout particulièrement remercier ma famille, mes parents qui m'ont appris à ne jamais baisser les bras, à toujours aller de l'avant. Merci pour m'avoir donné les moyens d'arriver jusqu'ici. Merci maman pour avoir passé des heures au téléphone à m'écouter et me rassurer quand j'en avais besoin. Merci à toi Max, petit frère pour nos discussions ciné. Merci Tonton tu pourras enfin dire que ta nièce est docteur en cailloux !! Et Merci à ma Grand-mère pour m'avoir chouchouté les weekends où j'avais besoin de faire un break !! Tes gaufrettes ont eu un succès monstre au laboratoire !! J'ai également une pensée toute particulière pour mon grand-père parti trop tôt et qui me manque énormément.

J'ai franchi la ligne d'arrivée la tête haute et le cœur bien rempli avec la sensation d'avoir accompli quelque chose, non pas pour prouver quoi que ce soit aux autres, mais simplement pour me prouver à moi-même que je pouvais le faire !! « *Quand on veut on peut !!* » merci maman.

## Résumé

Les volcans de magmas riches en silice peuvent présenter deux types principaux de dynamisme éruptif : effusif (croissance de dôme de lave) ou explosif (éruptions vulcaniennes ou pliniennes). L'explosivité d'une éruption est principalement contrôlée par la capacité du magma à relâcher ou à conserver ses gaz, i.e. à développer une porosité plus ou moins connectée. Par conséquent, la compréhension de ces dynamismes est cruciale pour l'évaluation de l'aléa et des risques volcaniques. Le seuil de percolation des gaz dans un magma est principalement contrôlé par des paramètres intrinsèques, tels que la fraction de bulles et de cristaux et la viscosité du magma, mais aussi par des paramètres extrinsèques tels que la vitesse d'ascension et de déformation du magma. L'objectif de ce travail de thèse est de mettre en évidence le rôle de la fraction cristalline et de la déformation sur le développement d'une porosité connectée dans un liquide riche en silice et contenant des bulles et des cristaux. Pour cela, un liquide haplogranitique (78.6 SiO<sub>2</sub>, 12.5 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 4.6 Na<sub>2</sub>O, 4.2 K<sub>2</sub>O en pds%) pré-hydraté (5 à 10 pds% H<sub>2</sub>O) à 750-950°C et 400 MPa en autoclave à chauffage interne, et contenant 0 à 50 vol% de cristaux de plagioclase de taille  $\approx$  40-90  $\mu$ m, a été décomprimé de 300 à 50 MPa à 850°C pour former 20-30 vol% de bulles d'eau de diamètre  $\approx$  20-250  $\mu$ m. Ces suspensions triphasées (bulles, cristaux, liquide silicaté) ont été déformées en cisaillement simple en presse Paterson, à une température de 650°C (échantillons sans cristaux) ou 750°C (échantillons avec cristaux), une pression de confinement de 50 MPa, une vitesse constante de  $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et pour de faibles taux de déformation ( $\dot{\gamma} < 2$ ). Ces conditions expérimentales simulent l'initiation de la déformation dans un magma se mettant en place peu profondément, dans la partie supérieure d'un conduit volcanique ou dans un dôme de lave. Les analyses 2D (MEB) et 3D (microtomographe) montrent que pour les échantillons faiblement cristallisés (0-10 vol%), plus de la moitié des bulles sont isolées et se déforment en suivant les prédictions théoriques de [March \(1932\)](#). Pour les échantillons fortement cristallisés (30-50 vol%), déformés ou non, plus de 70 % des bulles sont connectées avec l'extérieur de l'échantillon. L'augmentation de la teneur en cristaux et de la déformation entraîne une réorganisation des bulles créant des zones de localisation de la déformation et de coalescence intensive. Ainsi, des magmas riches en cristaux (30-50 vol%) et modérément vésiculés (20-30 vol%), peuvent développer un réseau de bulles connectées pour de très faibles taux de déformation ( $\dot{\gamma} < 2$ ). Ceci implique donc que les éruptions explosives à partir de dômes de lave fortement cristallisés doivent faire intervenir d'autres mécanismes de mise en pression des gaz dans le magma.

# Abstract

Volcanoes of silica-rich magmas may present two main types of eruptive dynamic: effusive (lava-dome growth) or explosive (Vulcanian and Plinian eruptions). The explosivity of an eruption is mainly controlled by the magma ability to release or retain gases, i.e. to develop a more or less connected porosity. Therefore, understanding this dynamic is crucial to evaluate volcanic hazard and risk. Gas percolation threshold in magmas is primarily controlled by intrinsic parameters, such as bubble and crystal fraction and magma viscosity, and by external parameters, such as ascent and strain rates of the magma. The aim of this PhD work is to highlight the influence of crystal content and shear on the development of bubble connectivity in bubble- and crystal-bearing silicic melts. To this aim, a haplogranitic melt (78.6 SiO<sub>2</sub>, 12.5 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 4.6 Na<sub>2</sub>O, 4.2 K<sub>2</sub>O en wt%) pre-hydrated (5 to 10 wt% H<sub>2</sub>O) at 750-950°C and 400 MPa in internally-heated pressure vessels, and containing 0 to 50 vol% of plagioclase crystals of  $\approx 40\text{-}90\ \mu\text{m}$  size (obtained by mechanical mixing), was decompressed at 850°C from 300 to 50 MPa to form 20-30 vol% bubbles of  $\approx 20\text{-}250\ \mu\text{m}$  in diameter. The three-phase (bubbles, crystals, melt) samples have been deformed in a deformation press of Paterson type at temperature of 650°C (crystal-free) or 750°C (crystal-bearing), confining pressure of 50 MPa, constant moderate shear rate of  $2 \times 10^{-4}\ \text{s}^{-1}$  and low strains ( $\gamma < 2$ ). These experimental conditions simulate shear initiation during magma shallow emplacement at level of upper conduit or in lava domes. 2D (SEM) and 3D (X-ray microtomograph) analyses show that about half of the bubbles in crystal-poor (0-10 vol%) samples are isolated and deformed following the theoretical predictions of [March \(1932\)](#). In contrast, the crystals-rich (30-50 vol%) deformed and undeformed samples have more than 70% of the bubbles that are connected to the sample outside. The increase of the crystal fraction and shear leads to a bubble re-organization by creating zones of shear localization and intensive coalescence. Thus, moderately-vesiculated (20-30 vol%) crystal-rich (30-50 vol%) magmas can develop a network of connected bubbles under very low strain ( $\gamma < 2$ ). This implies that additional mechanisms may be invoked to explain the gas pressurization that triggers lava dome explosions into violent surges.

# **Table des matières**

<b>Remerciements.....</b>	<b>.....</b>
<b>Résumé .....</b>	<b>.....</b>
<b>Abstract.....</b>	<b>.....</b>
<b>Introduction .....</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre 1 : Problématique .....</b>	<b>5</b>
<b>I. Contexte scientifique de l'étude : le dégazage syn-éruptif des magmas.....</b>	<b>5</b>
1. Les gaz dans les magmas siliceux .....	5
1.1. Solubilité de l'eau dans les liquides siliceux .....	5
1.2. Diffusivité de l'eau dans les liquides siliceux.....	6
2. Dégazage magmatique en décompression .....	7
2.1. Nucléation, croissance et coalescence des bulles de gaz.....	7
2.2. Perméabilité des magmas siliceux en décompression .....	8
3. Les paramètres contrôlant les dynamismes éruptifs. ....	11
<b>II. Etat de l'Art : Dégazage magmatique en déformation .....</b>	<b>12</b>
1. Rhéologie des magmas siliceux .....	12
1.1. Paramètres qui influencent la viscosité d'un liquide silicaté .....	13
1.2. Comportement rhéologique des suspensions magmatiques.....	14
1.3. Rhéologie des suspensions magmatiques en déformation.....	17
2. Perméabilité des magmas siliceux en déformation .....	24
2.1. Influence de la déformation cisailante sur la perméabilité des magmas : cas naturels ..	25
2.2. Influence de la déformation cisailante sur le développement de la perméabilité dans un magma vésiculé : simulations expérimentales.....	26
2.3. Influence de la déformation cisailante sur le développement de la perméabilité dans un magma contenant des bulles et des cristaux .....	31
<b>III. Objectif de cette étude : étude expérimentale du développement de la porosité connectée dans un magma triphasé en conditions magmatiques de déformation.....</b>	<b>33</b>

<b>Chapitre 2 : Matériau de départ et stratégie expérimentale .....</b>	<b>35</b>
<b>I. Détermination du matériau de départ.....</b>	<b>35</b>
1. Choix de la composition du verre silicaté.....	35
2. Choix de la nature et de la teneur en éléments volatils.....	36
3. Choix de la nature des cristaux .....	37
4. Détermination théorique des différentes fractions de bulles et de cristaux.....	38
<b>II. Protocole expérimental.....</b>	<b>40</b>
1. Tests en Autoclave.....	40
1.1. Hydratation de HPG8.....	40
1.2. Résistance des cristaux.....	41
1.3. Phase de Bullage.....	43
2. Test en Presse Paterson .....	48
3. Synthèse des résultats des tests .....	52
3.1. Déterminer les conditions expérimentales nécessaire à la nucléation des bulles.....	53
3.2. Nucléation des bulles en Presse Paterson.....	56
3.3. Résistance des cristaux.....	57
<b>III. Synthèses des échantillons pour les expériences de déformation .....</b>	<b>57</b>
1. Hydratation d'HPG8 en Autoclave .....	58
1.1. Remplissage des capsules.....	58
1.2. Synthèse en pression et température .....	58
2. Préparation du produit de départ .....	59
2.1. Préparation des capsules.....	59
2.2. Assemblage de la colonne-échantillon.....	60
3. Bullage et déformation de l'échantillon en Presse Paterson .....	60
<b>IV. Estimation de la viscosité apparente du produit de départ .....</b>	<b>63</b>
<b>Chapitre 3 : Méthodes expérimentales, techniques analytiques et expériences réalisées. 67</b>	
<b>I. Méthodes expérimentales .....</b>	<b>67</b>

1.	Autoclave à chauffage interne .....	67
2.	La Presse Paterson.....	68
2.1.	Généralité .....	68
2.2.	Montage de la colonne-échantillon .....	69
2.3.	Choix de la jaquette et spécificités.....	70
3.	Déformation en Presse Paterson .....	71
3.1.	Déformation en Torsion .....	71
3.2.	Relations Mathématiques de la déformation en torsion .....	73
<b>II.</b>	<b>Techniques analytiques.....</b>	<b>74</b>
1.	Détermination des teneurs en eau des produits expérimentaux .....	74
1.1.	Analyseur élémentaire .....	74
1.2.	Microsonde électronique .....	74
2.	Anisotropie de la susceptibilité magnétique (ASM) des produits naturels.....	77
2.1.	Généralité .....	77
2.2.	Préparation des échantillons pour l'ASM.....	79
3.	Imagerie par Microscope électronique à balayage (MEB) .....	79
3.1.	Généralité .....	79
3.2.	Préparation des échantillons pour le MEB.....	80
4.	Logiciel de traitement d'images 2D.....	81
4.1.	Seuillages des images MEB sous GIMP.....	81
4.2.	Logiciel de traitement d'images SPO2003.....	82
4.3.	Corrections manuelles sous Adobe Photoshop/ Adobe illustrator .....	87
5.	Microtomographie à rayons X.....	88
5.1.	Généralité .....	88
5.2.	Préparation des échantillons.....	88
5.3.	Acquisition et reconstruction des images .....	89
6.	Traitement des images 3D.....	89
6.1.	Prétraitement des images sous Image J pour les échantillons naturels .....	90



6.2.	Traitement qualitatif des images sous VGStudio Max .....	91
6.3.	Traitement quantitatif des échantillons expérimentaux sous Blob3D.....	92
<b>III.</b>	<b>Expériences réalisées.....</b>	<b>92</b>
<b>Chapitre 4 : Analyses compositionnelle et texturale 2D des échantillons expérimentaux déformés en torsion .....</b>		
<b>95</b>		
<b>I.</b>	<b>Compositions chimiques des échantillons.....</b>	<b>95</b>
1.	Compositions en éléments majeurs des verres et des cristaux .....	95
2.	Teneur en eau finale des verres silicatés .....	96
2.1.	Echantillons non déformés.....	97
2.2.	Echantillons déformés .....	98
<b>II.</b>	<b>Analyse de la population des bulles.....</b>	<b>99</b>
1.	Fraction de bulles obtenues .....	99
1.1.	Pourcentage de bulles mesuré .....	99
1.2.	Distribution spatiale des bulles .....	102
2.	Distribution de taille des bulles (BSD) .....	104
2.1.	Echantillons non déformés.....	104
2.2.	Evolution de la distribution de taille des bulles avec la déformation .....	105
1.	Fabrique de forme des bulles.....	110
2.	Densité numérique de bulles (BND).....	113
<b>III.</b>	<b>Analyse de la population des cristaux .....</b>	<b>115</b>
1.	Fraction cristalline mesurée .....	115
2.	Distribution de taille des cristaux (CSD) .....	117
2.1.	Echantillons non déformés.....	117
2.2.	Evolution de la CSD avec la déformation .....	117
3.	Orientation préférentielle et fabrique de forme des cristaux.....	121
4.	Densité numérique des cristaux (CND) .....	125
<b>Chapitre 5 : Analyse 3D des échantillons expérimentaux .....</b>		
<b>127</b>		

<b>I. Analyse qualitative des échantillons .....</b>	<b>127</b>
1. Porosité .....	127
2. Fraction cristalline .....	134
<b>II. Analyse quantitative des échantillons .....</b>	<b>134</b>
1. Population de bulles .....	135
1.1. Distribution de taille des bulles (BSD) avant déformation .....	135
1.2. Rapport de forme des bulles .....	137
1.3. Densité numérique de bulles (BND) .....	139
2. Quantification de la porosité totale .....	140
<b>III. Comparaison des données qualitatives et quantitatives de porosité connectée ....</b>	<b>143</b>
<b>Chapitre 6 : Discussion résultats expérimentaux.....</b>	<b>145</b>
<b>I. Produits expérimentaux et leurs évolutions avec la déformation .....</b>	<b>145</b>
1. Caractéristiques des produits expérimentaux avant déformation .....	145
1.1. Nucléation et croissance des bulles .....	145
1.2. Viscosité du produit de départ .....	148
2. Evolution des produits expérimentaux avec la déformation .....	149
2.1. Evolution du pourcentage de bulles avec la déformation .....	149
2.2. Evolution de la fraction cristalline avec la déformation.....	151
2.3. Evolution de la viscosité avec la déformation .....	152
<b>II. Effet de la fraction cristalline sur le comportement des bulles sous une faible déformation cisailante (<math>\gamma &lt; 2</math>) .....</b>	<b>153</b>
1. Comportement passif des bulles dans les échantillons aphyriques.....	153
2. Comportement des bulles sous l'effet de la structure cristalline dans un magma non déformé	154
3. Effet combiné de la structure cristalline et de la déformation sur le comportement des bulles	155
3.1. Réorganisation spatiale des bulles .....	156
3.2. Déformation des bulles .....	156

<b>III. Effet de la fraction cristalline sur le développement de la porosité sous une faible déformation cisailante (<math>\gamma &lt; 2</math>) .....</b>	<b>160</b>
1. Développement d'une porosité connectée sous une faible déformation ( $\gamma < 2$ ).....	160
1.1. Connectivité des bulles dans les échantillons aphyriques .....	160
1.2. Connectivité des bulles dans les échantillons non-déformés .....	160
1.3. Effet combiné de la fraction cristalline et de la faible déformation sur la porosité connectée.....	161
2. Développement d'une perméabilité potentielle pour des échantillons faiblement déformé ( $\gamma < 2$ ).....	163
<b>IV. Comparaison de notre étude avec les études expérimentales précédentes.....</b>	<b>166</b>
1. Seuil de percolation.....	166
2. Développement d'une porosité par connexion de bulles et non par fractures.....	167
3. Effet de la déformation dans le développement de la porosité de magmas aphyriques .....	167
3.1. Coalescence des bulles.....	167
3.2. Redistribution spatiale de la porosité avec la fraction cristalline .....	167
<b>V. Implication pour les systèmes volcaniques naturels.....</b>	<b>169</b>
1. Implication dans les processus de dégazage de conduit volcanique .....	169
2. Implication pour les dynamismes éruptifs : transition effusive/ explosive .....	171
<b>VI. Perspectives .....</b>	<b>174</b>
<b>Chapitre 7 : Conclusion .....</b>	<b>177</b>
<b>Chapitre 8 : Etude des produits naturels : cas de Santorin (Grèce).....</b>	<b>179</b>
<b>I. Problématique .....</b>	<b>179</b>
<b>II. Contexte géologique et choix des produits naturels étudiés .....</b>	<b>180</b>
1. Le choix de Santorin .....	180
2. Les sites d'échantillonnage.....	181
2.1. Le dyke.....	181
2.2. Les coulées de Skaros Shield .....	182
2.3. Le Dôme-coulé de Palea Kameni .....	183

<b>III. Résultats de l'analyse texturale de la porosité .....</b>	<b>184</b>
1. Le Dyke .....	185
2. Les coulées de Skaros Shield .....	186
3. Le Dôme-coulé de Palea Kameni .....	189
<b>IV. Discussion .....</b>	<b>196</b>
<b>Références Bibliographiques .....</b>	<b>199</b>
<b>Liste des Figures.....</b>	<b>219</b>
<b>Liste des Tableaux.....</b>	<b>229</b>
<b>Annexes.....</b>	<b>231</b>
<b>Annexe A : Analyse des bulles et des cristaux sous SPO2003.....</b>	<b>231</b>
<b>Annexe B: Distribution de taille des bulles 2D .....</b>	<b>256</b>
<b>Annexe C: Distribution de taille des bulles 3D.....</b>	<b>257</b>
<b>Annexe D: Distribution de taille des cristaux 2D .....</b>	<b>258</b>
<b>Annexe E: Orientation préférentielle et excentricité des bulles 2D.....</b>	<b>259</b>
<b>Annexe F: Orientation préférentielle et excentricité des cristaux 2D.....</b>	<b>266</b>
<b>Annexe G: Analyse 2D Vs 3D .....</b>	<b>272</b>
<b>Annexe H: Article .....</b>	<b>275</b>

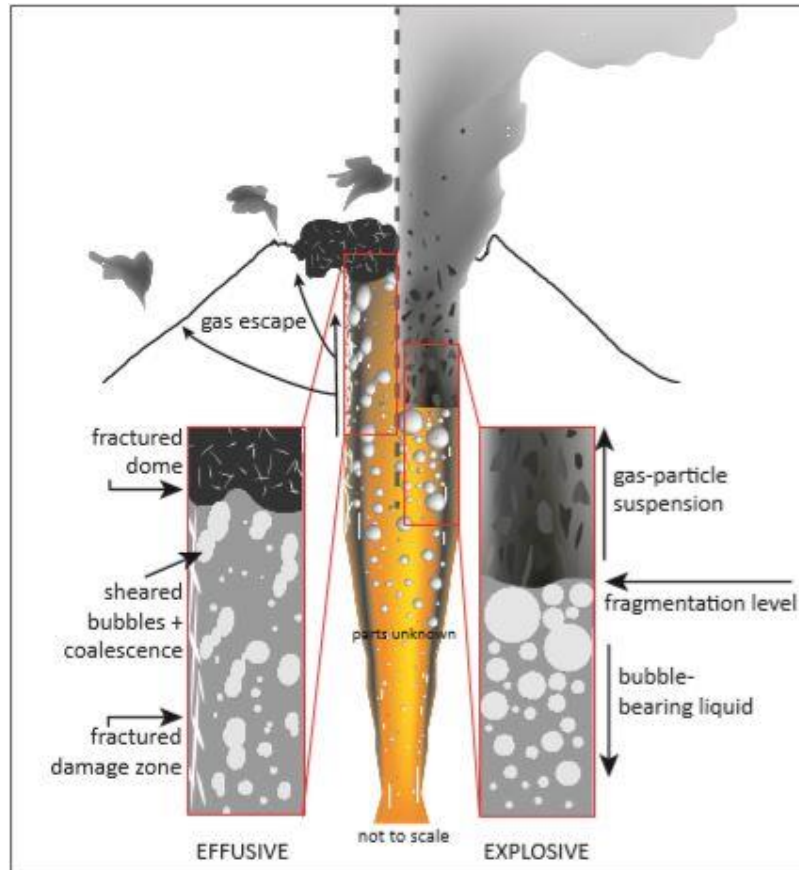


# Introduction

Le volcanisme est l'expression à la surface des transferts magmatiques au travers de la croûte terrestre. Il y a aujourd'hui environ 1670 volcans actifs dans le monde et environ 600 millions de personnes vivent à leurs côtés (Auker et al., 2013). Malgré l'aspect bénéfique de ces volcans qui permettent de remonter en surface des éléments minéraux, rendant ainsi très fertiles les terres qui les entourent, les éruptions volcaniques peuvent être à l'origine de nombreuses pertes humaines et des crises économiques. L'étude des volcans a donc pour but principal de minimiser les risques liés aux éruptions.

Aujourd'hui, les éruptions volcaniques restent peu prévisibles quant à la date et la durée de l'éruption, le type de dynamisme, et l'extension des dépôts, ce qui complique la gestion des crises et des risques associés. En effet, on distingue deux types principaux de style éruptif : les éruptions dites effusives se caractérisant par l'émission de magma dégazé sous forme de coulées ou de dôme de lave. Le caractère dégazé du magma implique des comportements d'écoulement plus ou moins visqueux, dont la mise en place relativement prévisible limite ainsi les dégâts. Ces éruptions effusives se manifestent par des écoulements laviques plus ou moins épais et parfois associés à des fontaines de lave pour les magmas les moins visqueux (ex : basaltes et andésites basaltiques) et par des accumulations à la verticale du point d'émission sous la forme de dômes ou d'aiguilles de lave pour les plus visqueux (ex : trachyte et rhyolites). Par opposition, les éruptions dites explosives sont plus dangereuses et destructrices parce qu'elles résultent de la fragmentation d'un magma contenant des gaz sous pression. Si l'explosivité est limitée pour les magmas peu visqueux (ex : le dynamisme strombolien), pour les magmas plus visqueux (andésites à rhyolites) l'activité est caractérisée par la production d'écoulements pyroclastiques à haute énergie. Ces écoulements peuvent être constitués de coulées pyroclastiques de faible volume provenant d'explosions de dômes (type Merapi ou Vulcaniennes) ou des éruptions de plus grand volume de type pliniennes. Ces dernières sont caractérisées par l'émission de panaches volcaniques de cendres souvent associés à des écoulements ponceux ou ignimbritiques pouvant se déplacer à de grandes vitesses et sur des distances importantes. Pour ce dernier cas de magmas siliceux, les éruptions explosives alternent souvent avec des croissances effusives de dôme, rendant très difficile la prévision du potentiel destructeur ; c'est le cas notamment d'éruptions célèbres et bien documentées telles que le Vésuve en l'an 79, décrite par Pline le jeune dans les lettres Tacite, La Montagne Pelée (Martinique) en 1902 (Lacroix, 1904) ; le mont Saint Helens (USA) en 1980 (Christiansen. R. L. et Peterson. D.W, 1981), le Pinatubo (Philippines) en 1991 (Wolfe et Hoblitt, 1996) ou le Merapi (Indonésie) en 2010 (Surono et al., 2012).

C'est précisément le cas des volcans de magmas siliceux qui va nous intéresser ici avec notamment la question de l'alternance entre un dynamisme effusif et explosif pouvant avoir lieu lors d'un même évènement éruptif. Cette d'alternance est étroitement liée au processus de dégazage du magma au cours de son ascension (Figure 1), mais également à la teneur en cristaux et en eau dans le magma (Popa et al., 2021). Comprendre les paramètres contrôlant l'extraction ou au contraire le piégeage du gaz dans le magma pendant une éruption est un enjeu majeur dans la prédiction de l'évolution de ces volcans vers des dynamismes éruptifs plus explosifs et donc d'anticiper leur impact dévastateur.



*Figure 1 : Illustration synthétique d'une transition effusive-explosive d'un volcan de magma siliceux (thèse Kushnir, 2016). Le côté gauche de la figure représente une éruption dite effusive. Ce type de dynamisme se produit lorsque le magma a eu assez de temps pour perdre une grande partie de son gaz lors de son ascension (Eichelberger et al., 1986). Ce gaz peut s'échapper par des zones fracturées ou au niveau d'un dôme perméable. Le côté droit représente une éruption explosive, caractérisée par un magma riche en gaz. L'ascension du magma est trop rapide pour permettre au gaz de s'échapper, ce qui entraîne la fragmentation de ce dernier. Ce type de dynamisme peut être très violent, produisant des panaches de cendre ou encore des coulées pyroclastiques pouvant causer des dégâts importants.*

Ce manuscrit est composé de 8 chapitres. Le chapitre 1 définit le contexte scientifique, l'état de l'art et la problématique de notre étude. Le chapitre 2 est consacré à la détermination de notre matériau de départ ainsi que de la stratégie expérimentale utilisée. Le chapitre 3 décrit les caractéristiques techniques des outils expérimentaux utilisés, et notamment la Presse Paterson, ainsi que les méthodes

## Introduction

et outils d'analyses des échantillons. Le chapitre 4 présente les résultats obtenus par l'analyse 2D de nos échantillons et le chapitre 5 présente les résultats obtenus par l'analyse 3D. La discussion de ces résultats expérimentaux fera l'objet du chapitre 6. Le chapitre 7 est une conclusion de notre étude expérimentale.

En parallèle de cette étude expérimentale, une étude analytique sur des produits naturels a été effectuée afin de comparer les résultats obtenus lors des expériences avec les structures de porosité observées sur des produits naturels déformés prélevés à Santorin, en Grèce et proviennent de trois mises en place différentes (dôme, coulée de lave et dyke). L'ensemble de cette étude constitue le dernier chapitre de ce manuscrit.

En annexe de ce manuscrit a été ajouté un article sur les résultats expérimentaux, destiné à être soumis à Earth and Planetary Science Letters avant la soutenance de la thèse.



## Introduction

# **Chapitre 1 : Problématique**

## **I. Contexte scientifique de l'étude : le dégazage syn-éruptif des magmas**

### **1. Les gaz dans les magmas siliceux**

Pour comprendre comment un dynamisme éruptif peut évoluer au cours d'une éruption, il faut d'abord comprendre ce qui contrôle le dégazage magmatique. Ce processus implique donc la présence dans le magma siliceux d'une fraction gazeuse plus ou moins importante.

Les magmas silicatés acides (plus de 60 pds% de silice) contiennent des volatils en teneurs variées, de l'ordre de quelques % poids. Les espèces volatiles majeures présentent aussi bien dans le liquide silicaté (dissoutes) que dans les gaz volcaniques (exsolvées) sont par ordre d'abondance : l'eau, le dioxyde de carbone, le soufre (SO<sub>2</sub> et H<sub>2</sub>S dans les gaz) et les halogènes (F, Cl, Br). Ces différentes teneurs initiales en volatils peuvent être obtenues par l'analyse des inclusions vitreuses (liquide silicaté piégé lors de la croissance des cristaux) et des gaz volcaniques émis en surface, ainsi que déduites d'expériences d'équilibres de phases. Ces dernières consistent à reproduire en laboratoire l'assemblage minéralogique et les compositions chimiques des phases, pour en déduire les teneurs en volatils du liquide silicaté sous des conditions de pression, de température, et d'oxydoréduction représentatives des conditions de cristallisation de ces magmas. En raison de la prépondérance de l'eau (à plus de 90%) dans les liquides riches en silice, nous ne nous intéresserons qu'à cette espèce volatile dans la suite de ce travail.

#### **1.1. Solubilité de l'eau dans les liquides siliceux**

La solubilité, dans des conditions données de pression, température et fugacité d'oxygène ( $f_{O_2}$ ), correspond à la quantité maximale d'une espèce volatile qui peut être dissoute dans un liquide silicaté, on dit que le liquide est saturé en cette espèce. La solubilité est propre à chaque volatil. Les lois de solubilités sont déterminées de façon expérimentale en calculant l'équilibre d'un liquide silicaté (dont on mesure les concentrations en volatils dissous) avec une phase fluide en excès. L'eau est présente sous forme moléculaire H<sub>2</sub>O et sous forme de groupement hydroxyle OH<sup>-</sup>. La solubilité de l'eau dans un liquide silicaté est déterminée par des études expérimentales (e.g., [Tuttle et Bowen, 1958](#) ; [Burnham et Jahns, 1962](#) ; [Hamilton et al., 1964](#) ; [Dingwell et al., 1984](#) ; [Silver et al., 1990](#) ; [Holtz et al., 1992](#) ; [Yamashita, 1999](#) ; [Newman et Lowenstern, 2002](#)). Ces études ont montré que la solubilité de l'eau est principalement dépendante de la pression (profondeur), de la température ([Holtz et al.,](#)

1992 ; Yamashita, 1999), ainsi que de la composition du liquide silicaté (Silver et al., 1990) (Figure 2). Dans cette étude nous allons utiliser le modèle de solubilité de l'eau VOLATILCALC proposé par Newman et Lowenstern (2002) valable pour des liquides rhyolitiques dans une gamme de pression jusqu'à 500 MPa et des températures comprises entre 600 et 1500°C, et que nous avons validé avec des mesures directes (par analyseur élémentaire) sur les liquides silicatés utilisés dans notre étude.

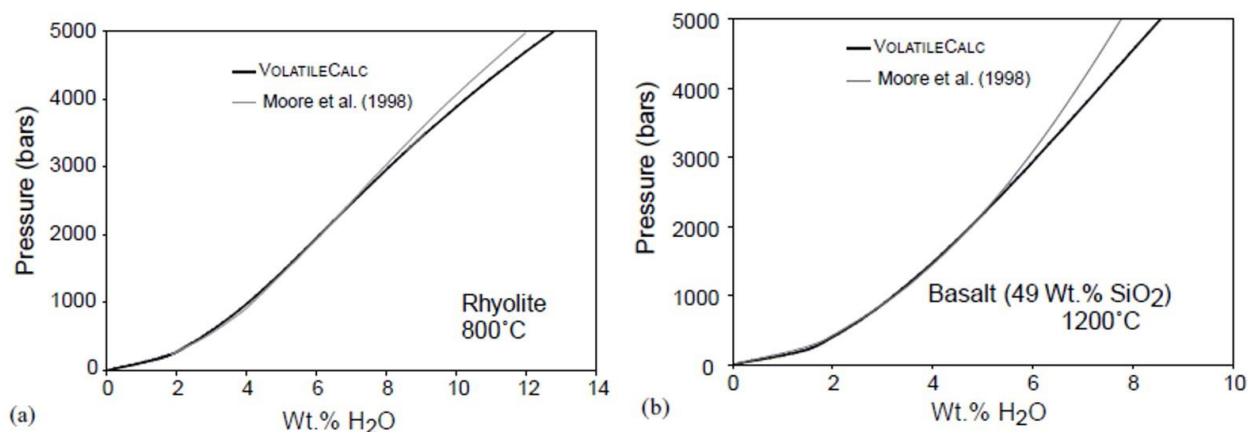


Figure 2 : Evolution de la solubilité de l'eau en fonction de la pression pour une composition a) rhyolitique à 800°C et b) basaltique à 1200°C (Newmann and Lowenstern, 2002). Comparaison du modèle Volatilecalc et du modèle de Moore et al., 1998.

## 1.2. Diffusivité de l'eau dans les liquides siliceux

La diffusivité est la capacité des espèces volatiles de pouvoir se déplacer dans le liquide silicaté. La diffusivité de l'eau dans les liquides silicatés a fait l'objet de nombreuses études. La première étude réalisée est celle de Shaw, 1974, qui a fait des mesures de diffusion d'eau dans un liquide rhyolitique. Il a mis en évidence que la diffusion de l'eau était dépendante de sa concentration et a estimé son énergie d'activation à environ 67 000 J.mol<sup>-1</sup> pour des concentrations en pourcentage poids. Ces mesures, sous les conditions de pression de 10 à 200 MPa et 850°C, n'ont pas mis en évidence l'effet de la pression sur la diffusion de l'eau. De nombreuses équations de diffusion de l'eau ont été proposées (par exemple, Watson, 1994 ; Karsten et al., 1982 ; Lapham et al., 1984 ; Zhang et al., 1991 ; Nowak et Behrens, 1997 ; Zhang et Behrens, 2000).

Pour des liquides siliceux synthétiques tels que l'haplogranite (composition normative de quartz, albite et orthose), considéré comme un analogue des magmas rhyolitiques naturels, Nowak et Behrens, 1997 ont également établi une équation de diffusivité de l'eau :

(Eq.1)

$$\text{Log } D_{\text{water}} = (-4.81 - 0.045 \cdot C_{\text{water}} + 0.027 \cdot C_{\text{water}}^2) - (3378 - 483 \cdot C_{\text{water}} + 46.9 \cdot C_{\text{water}}^2 + 47.5 \cdot P) / T$$

Où  $D_{water}$  est le coefficient de diffusion (en  $\text{cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ),  $T$  la température (en K) comprise entre 1073 K et 1473 K et  $C_{water}$  la teneur en  $\text{H}_2\text{O}$  totale (en wt%).

Cette équation est celle que nous utiliserons pour estimer les temps nécessaires d'hydratation de nos échantillons.

## 2. Dégazage magmatique en décompression

La dynamique de dégazage des magmas en décompression n'est pas l'objet de notre étude. Cependant, nous cherchons à déformer des magmas contenant des bulles de gaz, dont l'obtention nécessite une phase d'hydratation puis de décompression.

### 2.1. Nucléation, croissance et coalescence des bulles de gaz

La solubilité de l'eau, comme détaillée ci-dessus, est dépendante de la pression ([Figure 2](#)). Ainsi, lors d'une éruption volcanique, le magma va remonter vers la surface et subir une décompression. Avec la diminution de la pression, la solubilité des volatils dans le liquide silicaté va diminuer, entraînant une sursaturation du liquide, c'est-à-dire que la concentration en volatil dissous est supérieure à la solubilité pour cette espèce chimique dans le liquide silicaté. L'excès de volatils au fur et à mesure de la décompression, va former une phase gazeuse dans le liquide silicaté par, nucléation de bulles de gaz.

On distingue deux types de nucléation :

La nucléation dite homogène est caractérisée par des bulles qui apparaissent de façon spontanée et aléatoire dans un liquide sursaturé en volatils dissous puis par un réarrangement des atomes de manière à tendre vers une stabilité thermodynamique. Afin de nucléer des bulles de façon spontanée dans un liquide il faut casser les liaisons moléculaires du liquide et recréer des surfaces, soit des interfaces gaz/liquide. De fait, la nucléation homogène de bulles est un processus avec une énergie d'activation relativement importante, directement dépendante des tensions de surface entre le liquide et le gaz. Plus la tension de surface gaz/liquide est faible et plus la nucléation aura de chance de se produire. [Mourtada-Bonnefoi et al., 1999](#) ont montré qu'une pression de sursaturation supérieure à 150-200 MPa était nécessaire pour une nucléation homogène dans un liquide rhyolitique naturel riche en volatils (4 à 7 wt%  $\text{H}_2\text{O}$ ).

La nucléation dite hétérogène nécessite la présence de sites préférentiels de nucléation. Ces sites sont généralement des cristaux qui vont diminuer les tensions de surface liquide/gaz, et ainsi diminuer l'énergie d'activation nécessaire à la création des bulles. La nucléation hétérogène se produit pour de faibles pressions de sursaturation et est donc beaucoup plus favorable que la nucléation homogène

(Hurwitz et Navon, 1994). Cependant, cette nucléation ne peut pas avoir lieu sur tous types de cristaux : certains cristaux sont plus favorables que d'autres. De par leur fort contraste chimique et structural avec le liquide silicaté, les oxydes tels que la magnétite sont considérés comme des sites préférentiels pour la nucléation des bulles d'eau, à l'inverse des cristaux de plagioclase (Hurwitz et Navon, 1994 ; Burgisser et al., 2020). Cependant, Pleše et al., 2019 ont mis en évidence, de façon expérimentale, qu'une nucléation hétérogène pouvait également avoir lieu à la surface des cristaux de plagioclase dans certaines conditions.

La nucléation est la première étape du processus de dégazage magmatique. Une fois formées, les bulles de gaz grossissent par diffusion des volatils de la phase liquide à la phase gazeuse et par expansion volumique de gaz en réponse à la décompression. La croissance des bulles entraîne une diminution de la distance entre elles ce qui favorise leur coalescence, c'est-à-dire la fusion de deux bulles en une seule. La capacité d'un magma à pouvoir coalescer ses bulles de gaz est un enjeu important car cela détermine son potentiel de perméabilité, jouant le rôle de force motrice lors des éruptions volcaniques (Gonnermann et Manga, 2007).

## 2.2. Perméabilité des magmas siliceux en décompression

La perméabilité est la capacité d'un milieu à se laisser traverser par un fluide ou un gaz. Cette perméabilité ne peut se développer que par la mise en place d'une certaine porosité, permettant le déplacement de fluide ou de gaz.

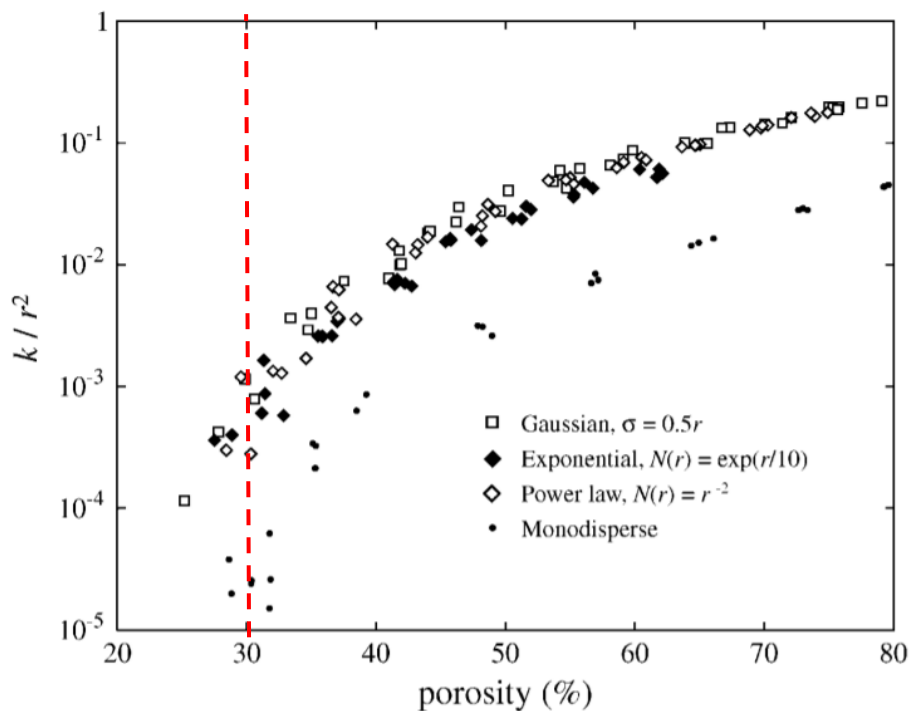
### 2.2.1. Porosité et seuil de percolation des gaz

Le développement de la perméabilité dans les magmas siliceux a été mis en évidence par Eichelberger et al., 1986. Il a montré que ce processus était lié à la connexion des bulles entre elles, formant ainsi un réseau permettant au gaz de circuler et de s'échapper de la colonne magmatique. L'échappement du gaz provoque une perte en bulles qui est immédiatement suivie par l'effondrement de la colonne magmatique. Le magma dégazé se met alors en place en surface de manière effusive même pour des magmas aussi visqueux que des rhyolites. Pour les magmas les plus cristallisés (>40 vol%), ce dégazage est principalement dû au réseau poreux créé par la structure cristalline ainsi qu'à sa forte viscosité qui limite la vitesse d'ascension et laisse le temps aux bulles de gaz de s'échapper (Popa et al, 2021). De nombreuses études ont été réalisées afin de déterminer le seuil critique de porosité c'est-à-dire le pourcentage de bulles à partir duquel un magma peut devenir perméable :

Eichelberger et al., 1986 ont réalisé des mesures de porosité et perméabilité sur des échantillons de ponces rhyolitiques provenant d'un dôme d'obsidienne. Ils ont mis en évidence une augmentation drastique de la perméabilité avec l'augmentation de la porosité entre 60 et 70 vol%. Cette relation

entre perméabilité et porosité, avec un seuil de porosité de 60 vol% pour un liquide rhyolitique a été confirmé expérimentalement par [Westrich et Eichelberger, 1994](#) et par [Takeuchi et al., 2005 ; 2009](#).

Depuis, des études ont permis d'établir des seuils de percolation des gaz, notamment à partir de porosités autour de 30 vol% ([Saar and Manga, 1999 ; Blower, 2001](#)) ([Figure 3](#)). Montrant que la perméabilité d'un magma est fortement dépendante de la taille et de la forme de la population de bulles. En effet, avec de longues chaînes de bulles connectées, un magma peut être perméable avec seulement une porosité d'environ 10 vol% ([Saar et Manga, 1999](#)). De même, la taille de l'ouverture des pores influence le seuil de percolation du gaz ([Degruyter et al., 2010a](#)).



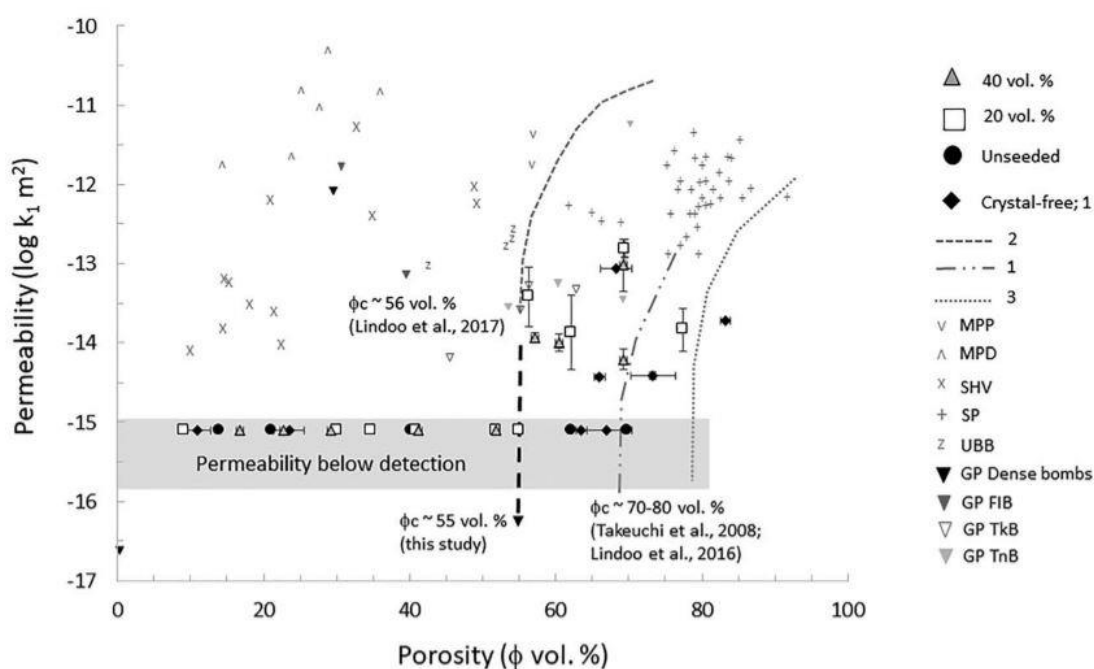
*Figure 3 : Graphique montrant la relation perméabilité ( $k$ , normalisée au carré du rayon moyen des bulles des échantillons)-porosité pour une distribution monodispersée et polydispersée de bulles de tailles différentes, suggérant un seuil de percolation aux alentours de 30% ([Blower et al., 2001](#)).*

Ainsi, la percolation des gaz peut débuter pour des porosités autour d'environ 30 vol%, mais une porosité plus grande (jusqu'à 60-70 vol%) peut être nécessaire pour perdre complètement et de manière plus efficiente le gaz.

### 2.2.2. Influence de la phase cristalline sur la perméabilité

Le magma naturel est un liquide silicaté triphasé, constitué de liquide silicaté, de bulles de gaz et de cristaux. La compréhension du développement de la perméabilité doit tenir compte de l'ensemble de ces phases et leurs interactions.

Un grand nombre d'études de perméabilité ne tient compte que de la fraction gazeuse du magma. Cependant, des études récentes ont montré que la fraction cristalline d'un magma peut fortement influencer le développement de la perméabilité. En effet, [Bain et al., 2019](#) ont montré que la présence de cristaux favorise la densification du magma en diminuant le volume des pores ainsi que la surface des ouvertures. De même, [DeGraffenried et al., 2019](#), ont montré que la présence de seulement 20 vol% de cristaux réduit le seuil de percolation d'un magma. Ils ont également montré qu'un magma contenant entre 20 à 40 vol% de cristaux pouvait devenir perméable avec une vésicularité de 55 vol% ([Figure 4](#)). [Parmigiani et al., 2017](#) ont quant à eux démontré de façon numérique qu'un magma fortement cristallisé (40 à 70 vol%) pouvait être perméable avec seulement 10 vol% de porosité. Cette diminution du seuil de percolation avec l'augmentation de la cristallinité a également été mise en évidence de façon expérimentale par l'étude récente de [Colombier et al., 2020](#). Ils ont ainsi détecté un seuil de percolation à 17-20 vol% de porosité pour des suspensions fortement visqueuses ( $> 10^6$  Pa.s) et riches en cristaux.



**Figure 4 :** Graphique montrant la porosité en fonction de la perméabilité pour les expériences de [DeGraffenried et al., 2019](#) en comparaison avec des résultats précédents (ligne 3 : [Takeuchi et al., 2008](#) ; ligne 1 : [Lindoo et al., 2016](#) ; ligne 2 : [Lindoo et al., 2017](#)) et des produits naturels. Le seuil de percolation détecté par [DeGraffenried et al., 2019](#) est de 55 vol% et indiqué par une flèche. Cette figure met en avant la diminution du seuil de percolation avec la teneur en cristaux puisque les échantillons des produits naturels contenant des cristaux (MPP : Mt Pelee Pumice ; MPD : Mt Pelee Lava Dome ; SHV : Soufriere Hills Volcano ; SP : Silicic Plinian Pumice et UBB : Unzen breadcrust bombs) présentent un seuil de percolation inférieur à 55 vol%.

Ainsi, une fraction cristalline relativement importante permet de créer une charpente cristalline favorisant la formation d'un réseau de chaînons par lequel le gaz peut s'échapper même à faible porosité.

### *2.2.3. Cinétiques de dégazage*

La coalescence des bulles et le développement de la perméabilité dans un liquide silicaté nécessitent que le temps d'ascension du magma soit suffisant pour que ces processus aient le temps de s'effectuer. Ces mécanismes sont relativement bien compris pour des magmas peu visqueux, tels que les basaltes, où les bulles de gaz, moins denses que le liquide, peuvent se séparer facilement et avoir une vitesse d'ascension indépendante de celle du magma (Houghton et Gonnermann, 2008). Dans les magmas plus visqueux, les bulles restent piégées et se déplacent en même temps que le liquide, ainsi les mécanismes de perte des gaz sont plus complexes et difficiles à mettre en évidence. Cette difficulté à coalescer est le moteur de la dynamique explosive des éruptions de magmas siliceux. En effet, un magma qui remonte rapidement, peut ne pas avoir le temps de dégazer à l'équilibre, pouvant ainsi produire des éruptions explosives violentes par détente des gaz sous pression (Eichelberger et al., 1986 ; Jaupart et Allègre, 1991).

La relation entre ces processus et le temps de décompression a été montrée de façon expérimentale pour des magmas siliceux, par Martel et Iacono-Marziano, 2015. Ils mettent en évidence une étroite relation entre la viscosité de la suspension magmatique et le temps de décompression, pouvant influencer les échelles de temps sur lesquelles se développent la nucléation, la croissance et la coalescence des bulles, ainsi que les processus de dégazage, aboutissant aux régimes éruptifs effusifs et explosifs.

## 3. Les paramètres contrôlant les dynamismes éruptifs.

Les éruptions volcaniques sont principalement contrôlées par l'exsolution et l'expansion des volatils magmatiques résultant de la décompression qui accompagne l'ascension du magma (Sparks, 1978). Le dynamisme éruptif va principalement dépendre de l'efficacité du gaz à se dissiper pendant l'éruption, c'est-à-dire la capacité du magma à conserver ou à perdre ses gaz en devenant perméable (Eichelberger et al., 1986 ; Sparks et al., 2003).

Un des paramètres clé contrôlant le dégazage est la vitesse d'ascension du magma. Elle est initialement contrôlée par la surpression dans la plomberie volcanique (Jaupart et Allègre, 1991). En effet, une forte pression initiale, peut entraîner une remontée magmatique rapide et produire une éruption explosive parce que les gaz n'ont pas le temps de s'échapper de la colonne magmatique qui arrive en surface avec des gaz en surpression. A contrario, une faible surpression dans la chambre magmatique peut



engendrer une remontée plus lente du magma et permettre un dégazage par connexion des bulles et perte du gaz hors de la colonne magmatique, produisant ainsi une éruption effusive (Woods et Koyaguchi, 1994). Ainsi, un changement de pression dans la plomberie magmatique peut permettre le passage d'un style éruptif à l'autre (Jaupart et Allègre, 1991). Au cours de l'ascension du magma dans le conduit volcanique, la vitesse peut également évoluer en fonction, par exemple, du contraste de densité magma-roche encaissante, de la formation de bouchons magmatiques (comme dans le cas des éruptions vulcaniennes ; Druitt et al., 2002 ; Bain et al., 2019), ou du changement de géométrie du conduit. Des paramètres autres que la vitesse d'ascension ont été identifiés comme clé dans l'évolution du dégazage, tels que par exemple l'assimilation d'un encaissant carbonaté (Iacono-Marziano et al., 2008) pouvant libérer de grande quantité de CO<sub>2</sub>, la présence d'eau (système hydrothermal ou lac) sur le trajet du magma (éruptions phréatomagmatiques), ou la présence d'une déformation cisailante en bordure de conduit ou à la base d'un dôme de lave qui modifie la distribution des gaz dans le magma (Okumura et al., 2008 ; Laumonier et al., 2011). C'est ce dernier cas que nous allons développer au cours de cette étude.

## **II. Etat de l'Art : Dégazage magmatique en déformation**

Lors de sa mise en place, le magma va subir une certaine déformation notamment au niveau des bords de conduits et en bases de dômes ou de coulées de lave, en raison de zones de forts cisaillements. Ainsi, afin de comprendre comment la perméabilité d'un magma siliceux se développe sous de telles contraintes, il est impératif de s'intéresser à sa rhéologie. La rhéologie d'un magma, c'est-à-dire ses propriétés d'écoulement, dépend principalement de sa composition, de sa température et de ses teneurs en cristaux et bulles.

### **1. Rhéologie des magmas siliceux**

La Rhéologie, notion introduite en 1928 par Eugène Bingham, correspond à l'étude de la déformation et de l'écoulement de la matière sous l'effet d'une contrainte appliquée. C'est un paramètre fondamental, qui contrôle le transfert, la mise en place et le dynamisme des éruptions volcaniques. Le comportement rhéologique des magmas dépend des différentes phases qui le constitue (phase liquide, solide et gazeuse), mais également de facteurs externes et internes pouvant s'exercer sur lui (température, pression, composition chimique, composition en volatils...). Le comportement rhéologique d'un magma est étroitement lié à la notion de viscosité, c'est-à-dire l'ensemble des phénomènes de résistance qui s'applique au mouvement d'un fluide ou d'un écoulement avec ou sans turbulence.

## 1.1. Paramètres qui influencent la viscosité d'un liquide silicaté

### 1.1.1. La composition chimique

La composition chimique est l'un des paramètres qui influence le plus la viscosité des liquides silicatés (Hess et al., 1996 ; Levesque, 1999 ; Hess et al., 2001 ; Dingwell, 2006). Il existe une différence entre la viscosité d'un basalte et celle d'une rhyolite pour les mêmes conditions de pression, de température et d'eau. Cette relation, est très dépendante du degré de polymérisation du liquide silicaté. Ce dernier est constitué en proportion variable de silicates et d'aluminosilicates formant une structure basée sur le tétraèdre  $\text{SiO}_4^{4-}$ . Ceci constitue la charpente du liquide silicaté en formant des polymères de tétraèdres plus ou moins interconnectés. Ce degré de polymérisation est défini par le nombre d'oxygènes non-pontants (NBO, *Non Bridging Oxygens*) par rapport aux tétraèdres (T, *Tetrahedrons*) constituant la structure du bain silicaté (Best, 2003). Un liquide fortement polymérisé a un nombre d'oxygènes non-pontants par rapport au tétraèdre de silice (NBO/T) faible, proche de zéro pour un liquide rhyolitique. Au contraire, un liquide dépolymérisé a un NBO/T fort, proche de 4. Pour un liquide fortement polymérisé, la déformation s'effectuera par rupture des liaisons dures Si-O-Si. A l'inverse, pour un liquide faiblement polymérisé, la déformation s'effectuera par rupture des liaisons MO, liaison entre l'oxygène (O) et les cations modificateur (M) de réseau comme Ca, Mg,  $\text{Fe}^{2+}$ . La composition chimique fait ainsi augmenter la viscosité des liquides silicatés d'environ quatre ordres de grandeur entre une composition basaltique et une composition rhyolitique.

### 1.1.2. La Température

La température est un des paramètres pouvant influencer la viscosité d'un liquide silicaté. La relation entre température et viscosité peut être représentée par une relation linéaire de type arrhénien :

(Eq.2)

$$\text{Log } \eta = A + \left(\frac{B}{T}\right)$$

Avec  $\eta$  : viscosité en Pa.s, T la température et A et B des constantes.

Cependant, cette relation linéaire n'est valable que pour de faible intervalle de température. Lorsque l'intervalle de température est grand, la viscosité du liquide silicaté n'évolue plus de manière linéaire avec la température. Ce qui implique le développement d'un comportement non-arrhénien (Dingwell et al., 1996 ; Hess et Dingwell, 1996, Levesque, 1999).

La loi de Vogel-Fulcher-Tamman (VFT) (Hess et al., 1996), permet de mieux approximer l'évolution de la viscosité d'un liquide silicaté avec la température :

(Eq.3)

$$\text{Log } \eta = A + \left( \frac{B}{T_0 - T} \right)$$

Avec  $T_0$  une constante

Une augmentation de température d'environ 100°C peut diminuer la viscosité d'un magma d'environ un ordre de grandeur (Levesque, 1999).

### 1.1.3. La Pression

L'influence de la pression sur la viscosité est liée au degré de polymérisation du liquide (Bottinga et Richet, 1995). Pour un liquide fortement polymérisé, l'augmentation de pression entraîne une faible diminution de la viscosité. A l'inverse, pour un liquide faiblement polymérisé, la pression permet une petite augmentation de la viscosité (Brearley et al., 1986 ; Scarfe et al., 1987). La pression influence donc peu la viscosité d'un liquide silicaté ; une augmentation de la pression ne faisant varier la viscosité que de quelques dixièmes d'unité log (Brearley et al., 1986).

### 1.1.4. La teneur en eau

La présence de volatils et notamment H<sub>2</sub>O, influence fortement la viscosité des liquides silicatés (Dingwell et al., 1996 ; Richet et al., 1996 ; Hess et Dingwell, 1996 ; Schulze et al., 1996). Il a été montré que comparativement à un liquide silicaté sec, des teneurs faibles d'H<sub>2</sub>O (< 1% poids) diminuent fortement la viscosité du liquide. En effet, l'eau est assimilée sous forme hydroxylée OH<sup>-</sup> et joue un rôle de dépolymérisateur du réseau. A contrario, pour de fortes teneurs en eau (> 1% poids), l'eau est assimilée sous forme de molécules d'H<sub>2</sub>O et va moins interagir avec le réseau. Richet et al. (1996) ont montré que l'apport de 1 % poids d'H<sub>2</sub>O dans un liquide silicaté de composition andésitique fait baisser la viscosité de 5 ordres de grandeur à 727°C alors que pour des teneurs entre 1 et 8% poids, elle ne baisse que de 3 ordres de grandeur. Il a également été montré que la viscosité d'un liquide haplogranitique diminue de plusieurs ordres de grandeurs en présence de 0.5% poids d'eau par rapport au liquide silicaté sec, et continue progressivement à diminuer alors que l'on augmente la teneur en eau (Dingwell et al., 1996). L'effet de l'eau est donc d'autant plus important que le liquide est siliceux.

## 1.2. Comportement rhéologique des suspensions magmatiques

La rhéologie est l'étude des écoulements et des déformations des corps sous l'effet des contraintes qui leur sont appliquées. On cherche alors à définir l'équation d'état rhéologique du corps étudié. Contrairement aux fluides réels ou aux solides élastiques il n'existe pas d'équations d'état pour les suspensions qui sont constituées d'un mélange en proportions variables de liquide, solide et/ou gaz. En magmatologie, la rhéologie consiste en la détermination expérimentale des relations de comportement entre contrainte et déformation, ou vitesse de déformation. On distingue 3

comportements rhéologiques pour les suspensions magmatiques (Dingwell et al., 1993 ; Fernandez et Gasquet, 1994 ; Vigneresse et al., 1996) : le comportement Newtonien, le comportement de Bingham et le comportement pseudoplastique regroupant les comportements rhéofluidifiant et rhéoépaississant. La relation graphique entre contrainte et vitesse de déformation est appelée le rhéogramme (Figure 5).

### 1.2.1. Le comportement Newtonien

La viscosité d'un fluide newtonien est indépendante de la contrainte mécanique qu'on lui applique. Sa viscosité est définie par la loi de Newton :

(Eq.4)

$$\eta_d = (\tau/\dot{\gamma}) = \text{constante}$$

Avec

$\eta_d$  : viscosité dynamique en Pa.s

$\tau$  : contrainte cisailante en Pa

$\dot{\gamma}$  : vitesse de déformation en  $s^{-1}$

Lorsque la viscosité est indépendante de la vitesse de déformation on parle de viscosité dynamique. Cette relation linéaire est représentée dans le rhéogramme par une droite dont la pente correspond à la viscosité du fluide ( $\eta$ ). La plupart des liquides silicatés sont des fluides newtoniens pour des vitesses de déformations connues dans les transferts magmatiques.

### 1.2.2. Le comportement Non-Newtonien

Un fluide dont le comportement est dit non-newtonien est un fluide complexe, dont la viscosité est dépendante des contraintes mécaniques pouvant lui être appliquées. Pour des fluides non-newtonien on parle de viscosité apparente. Il existe plusieurs types de fluide non-newtonien :

➔ Les fluides possédant une contrainte critique

Ces fluides combinent à la fois les propriétés plastiques et élastiques des fluides. Une valeur critique de contrainte  $\tau_c$  est définie au-dessous de laquelle le fluide présente un comportement élastique et au-dessus un comportement plastique. On distingue deux types de fluides à contrainte critique : les corps de Bingham et les corps de Casson.

Corps de Bingham :

Une fois la contrainte critique atteinte, le fluide va se déformer de façon linéaire avec la vitesse de déformation.

(Eq.5)

$$\tau = \tau_c + \eta_{app}\dot{\gamma}$$

$\tau$  et  $\tau_c$  : respectivement contrainte cisailante et contrainte critique en Pa

$\eta_{app}$  : viscosité apparente en Pa.s

$\dot{\gamma}$  : vitesse de déformation en  $s^{-1}$

Corps de Casson :

Une fois la valeur critique atteinte, le fluide ne se déforme pas de façon linéaire avec la vitesse de déformation.

(Eq.6)

$$\tau = \tau_c + \eta_{app}\dot{\gamma}^n$$

$\tau$  et  $\tau_c$  : respectivement contrainte cisailante et contrainte critique en Pa

$\eta_{app}$  : viscosité apparente en Pa.s

$\dot{\gamma}$  : vitesse de déformation en  $s^{-1}$

→ Les fluides ne possédant pas de contrainte critique

On distingue deux types de fluides, les fluides dit rhéofluidifiants et les fluides rhéoépaississants. Les fluides rhéofluidifiants ont la viscosité qui diminue lorsque la vitesse de déformation augmente et les fluides rhéoépaississants ont la viscosité qui augmente lorsque la vitesse de déformation diminue. Ces deux relations ne sont pas linéaires et sont définies par la viscosité apparente.

(Eq.7)

$$\tau = \eta_{app}\dot{\gamma}^n$$

$\tau$  : contrainte cisailante en Pa

$\eta_{app}$  : viscosité apparente en Pa.s

$\dot{\gamma}$  : vitesse de déformation en  $s^{-1}$

Si  $n > 1$  le fluide est rhéoépaississant et si  $n < 1$  le fluide est rhéofluidifiant.

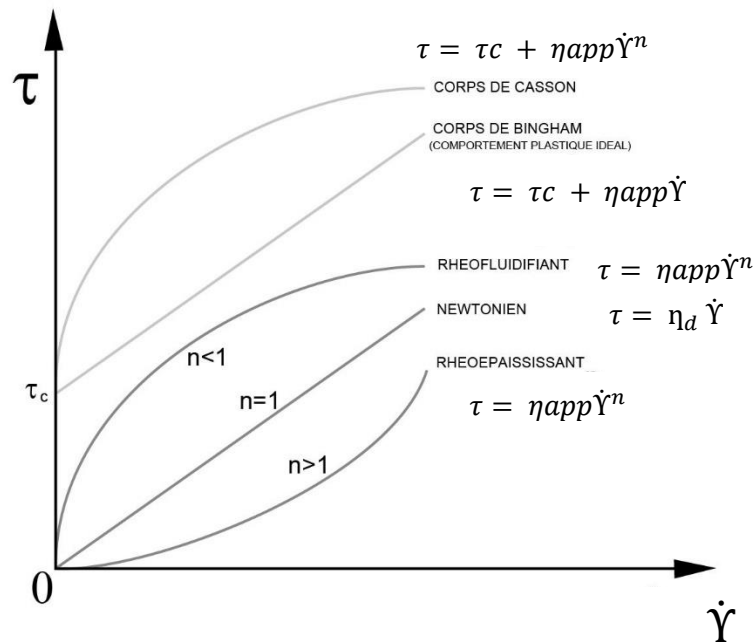


Figure 5 : Rhéogramme général (contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement) des différents comportements rhéologiques d'un fluide incompressible en régime laminaire et permanent.

### 1.3. Rhéologie des suspensions magmatiques en déformation

Un magma est un système constitué de trois composantes : le liquide silicaté (phase liquide), les cristaux (phase solide) et les bulles (phase vapeur). Lorsqu'un magma remonte en surface il se refroidit et cristallise pendant l'ascension. Ainsi, les propriétés chimiques du liquide, ainsi que la distribution de taille et de forme des cristaux évoluent. Les proportions et la composition des trois phases changent au cours du transfert, conduisant à l'évolution rhéologique du magma (Dingwell et al., 1993). La fraction cristalline et la teneur en eau dans le liquide sont des paramètres importants contrôlant la rhéologie d'un magma cristallisé (Petford, 2003). Afin d'étudier leurs influences plusieurs études expérimentales ont été réalisées, d'abord sur des suspensions biphasées puis sur des suspensions triphasées afin de mieux contraindre l'évolution rhéologique d'un magma réaliste.

#### 1.3.1. Rhéologie des suspensions solides (liquide-cristaux)

Pour de faible fraction cristalline ( $0 < \phi_s < 0.30$ ), le comportement des suspensions magmatiques peut être considéré comme Newtonien. La viscosité dynamique de ce liquide silicaté contenant peu de cristaux au départ, augmente progressivement avec la fraction cristalline et obéit au modèle d'Einstein-Roscoe (Roscoe, 1952). Cependant, lorsque la cristallinité augmente (Figure 6), le comportement rhéologique de la suspension tend à devenir Non-Newtonien (Fernandez et Gasquet,

1994). Ainsi, il existe un seuil rhéologique à partir duquel le comportement d'une suspension magmatique initialement Newtonien devient Non-Newtonien. Cette limite a été proposée à  $\phi_s \approx 0.30-0.40$  (Fernandez et Gasquet, 1994 ; Lejeune et Richet, 1995 ; Saar et al., 2001 ; Bagdassarov et Pinkerton, 2004 ; Arbaret et al., 2007). A ce stade, la viscosité apparente de la suspension magmatique augmente avec la fraction cristalline et la déformation devient progressivement non-linéaire. La suspension évolue d'un matériel contenant des particules isolées, on parle de suspension molle, en un matériel où les particules s'interconnectent pour former une charpente solide plus ou moins continue. On parle alors de suspension dure. Pour des fractions cristallines supérieures à 0.30, la suspension tend vers un comportement rhéofluidifiant. Cette évolution peut s'expliquer par la présence de la charpente cristalline qui doit être déstructurée pour permettre l'écoulement.

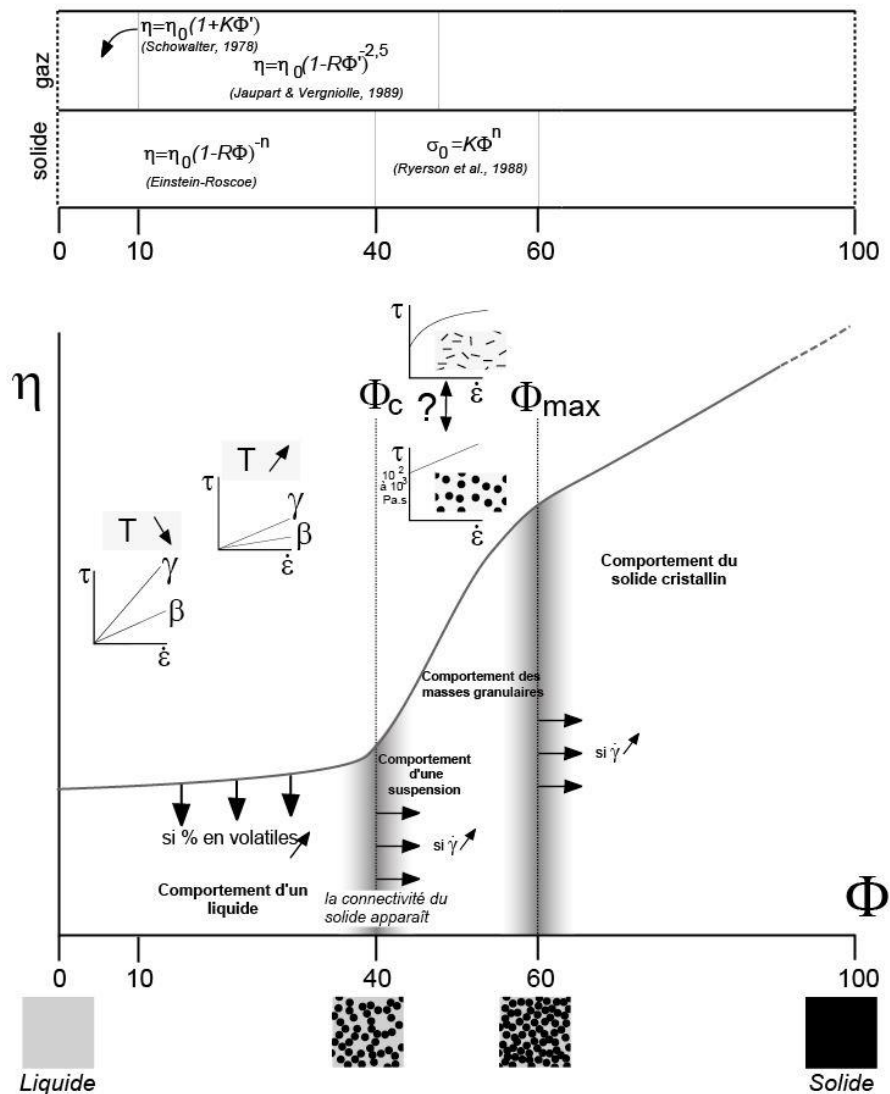


Figure 6 : Graphique de synthèse de l'évolution rhéologique des magmas au cours de la cristallisation en fonction de la viscosité (Arbaret, 1995, d'après Fernandez, 1984 ; Hallot, 1993 et Lejeune, 1994)

Pour une plus forte concentration solide ( $\phi_s > \sim 0.50$ ), le réseau cristallin apparaît entièrement connecté. La fraction précise pour laquelle la charpente cristalline est complètement connectée dépend essentiellement, d'une part de la distribution de taille des éléments solides (cristaux) qui la constitue, et d'autre part, de leurs rapports de forme. Par exemple, elle apparaît d'autant plus précocement que les cristaux ont des rapports de forme importants (Saar et al., 2001 ; Picard et al., 2011). La présence d'une charpente solide, faible mais continue, permet la propagation de la contrainte appliquée dans l'ensemble de la suspension. C'est la notion de chaînes de force bien connue dans les systèmes granulaires et dont le concept a été récemment transposé dans les mush (i.e. suspensions dures) magmatique par Bergantz et al., 2017. La localisation des contraintes en certains points de faiblesse de cette charpente engendre l'apparition d'une déformation localisée qui peut être plastique ou fragile (Paterson et al., 1998). Elle s'exprime soit par le développement de domaines de réorientation des cristaux (Sen et al., 2006 ; Rabillard, 2017) voire l'apparition de structures de type S/C' (avec S la foliation minérale pénétrative et C' les bandes synthétiques normales ; Smith, 2002 ; Picard et al., 2011) bien connues dans la déformation localisée des roches en domaine ductile. La contrainte et la déformation augmentent de façon hétérogène, jusqu'à atteindre un comportement Rhéofluidifiant (Shear Thinning) avec l'augmentation de la viscosité apparente liée à l'augmentation de la fraction cristalline (Picard et al., 2013).

Pour  $\phi_s \approx 0.65$ , le réseau est solide et devient très résistant à la contrainte. Lorsqu'elle apparaît, la rupture se traduit par de la fracturation. Cette fracturation peut s'exprimer sous la forme de fentes de tensions distribuées (Bouchez et al., 1992 ; Arbaret et al., 2007), potentiellement recoupées par des bandes de cisaillement cataclastiques, lorsque la déformation devient plus localisée et intense (Rabillard, 2017).

Aux stades les plus avancés de la cristallisation, les roches magmatiques vont subir une transition de comportement liquide à solide, associée à une forte augmentation de la viscosité (Rosenberg et Hardy, 2005). A cette transition, le magma évolue d'une suspension magmatique où la rhéologie est contrôlée par le liquide à une structure interconnectée capable de transmettre des contraintes déviatoriques (Petford et Koenders, 2001 ; Petford, 2003 ; Stickel et Powell, 2005). Arzi, 1978 a observé ce seuil pour une fraction cristalline de  $\phi_s = 0.8$  et le définit comme *le Rheological critical Melt Percentage* (RCMP). Dans des études expérimentales postérieures, une transition similaire a été estimée pour des fractions cristallines entre 0.4 et 0.9 (Van der Molen et Pateron, 1979 ; Lejeune et Richet, 1995). Selon le même principe, un seuil appelé le *Particle Locking Threshold* (PLT) a été défini pour des valeurs de  $\phi_s$  comprises entre 0.7 et 0.9 par Vigneresse et al., 1996. Le RCMP reste encore aujourd'hui très débattu. Il dépend de nombreux facteurs tels que la viscosité du liquide, la forme, la distribution de taille et l'orientation préférentielle de forme de la fraction solide (Dingwell et al., 1993 ; Saar et al., 2001 ;



Picard et al., 2013). Un seuil supplémentaire appelé *melt connectivity transition* (MCT) a été défini pour des fractions de cristaux de  $\phi_s > 0.93$  par Rosenberg et Hardy, 2005 sur la base d'une compilation de données expérimentales préexistantes en fusion partielle. Cette transition se caractérise par une viscosité plus grande que pour le seuil RCMP et peut être le résultat d'une rupture de l'interconnectivité du liquide silicaté sans changement de sa structure solide. Ainsi, la viscosité d'un magma au cours de la cristallisation augmente jusqu'à 14 ordres de grandeur sur l'ensemble de la gamme de cristallisation ( $0 < \phi_s < 1$ ), avec de nombreux seuils rhéologiques encore mal connus (Rosenberg et Hardy, 2005).

Des études récentes ont également mis en évidence que la rhéologie du magma pendant son ascension était dépendante de la fraction cristalline mais également de la vitesse de déformation (Caricchi et al., 2007 ; Okumura et al., 2016). Caricchi et al., 2007 ont mis en évidence sur un haplogranite riche en quartz ( $0.5 < \phi_s < 0.8$ ), que l'augmentation de la vitesse de déformation  $\dot{\gamma}$  favorise le passage de la suspension d'un comportement newtonien, à non-newtonien puis à un comportement plastique (Corps de Bingham). Pour  $\dot{\gamma} < 10^{-5} s^{-1}$  le comportement est Newtonien, et lorsque  $\dot{\gamma}$  augmente, le comportement devient Rhéofluidifiant jusqu'à atteindre une valeur critique représentant le seuil où commence le comportement plastique de Bingham. Ainsi, pour  $\dot{\gamma}$  compris entre  $10^{-5} s^{-1}$  et  $10^{-4} s^{-1}$ , le comportement est non-newtonien, soit rhéofluidifiant. Ce comportement résulte d'une redistribution géométrique des particules dans le liquide silicaté, favorisant l'écoulement du magma, liée à la diminution de la viscosité et à l'augmentation de la vitesse de déformation. Ceci crée des bandes enrichies en liquide et parallèles à la direction de l'écoulement. Pour  $\dot{\gamma} > 10^{-4} s^{-1}$  le comportement de la suspension devient alors plastique, et la suspension se déforme de façon linéaire avec la vitesse de déformation. Laumonier et al., 2011 et Okumura et al., 2016 ont également mis en évidence une localisation de la déformation au niveau des parois du conduit pour des magmas riches en cristaux, avec notamment la présence de zone de durcissement pouvant entraîner l'apparition de fractures. Cette localisation pendant l'ascension du magma va entraîner une diminution de la viscosité au niveau des parois du conduit permettant l'écoulement du magma en bouchon 'plug' pouvant aussi fortement influencer le dégazage.

### 1.3.2. Rhéologie des suspensions dispersées (liquide-bulles)

La vésiculation d'un magma affecte sa composition chimique et son comportement rhéologique. L'effet des bulles sur la rhéologie des magmas a fait l'objet de nombreuses études théoriques (Taylor, 1932 ; Mackenzie, 1950 ; Frankel et Acrivos, 1970), expérimentales (Bagdassarov et Dingwell, 1992 ; 1993 ; Stein et Spera, 1992 ; 2002 ; Lejeune et al., 1999 ; Rust et Manga, 2002a ; Llewellyn et al., 2002a), et numérique (Manga et al., 1998 ; Manga et Loewenberg, 2001), qui ont jusqu'à récemment donné des résultats contradictoires. En effet, les mesures expérimentales réalisées par Stein et Spera, (1992)

ont montré que la présence des bulles pouvait entraîner une augmentation de la viscosité de la suspension magmatique, alors que les expériences de [Bagdassarov et Dingwell, \(1992\)](#), ont mis en évidence une diminution de la viscosité avec l'augmentation de la fraction de bulles. Néanmoins, il est reconnu que l'influence des bulles sur la viscosité du magma est un paramètre important contrôlant l'écoulement dans le conduit et le dynamisme éruptif. Des études récentes ont mis fin à cette confusion. Les bulles peuvent à la fois augmenter et diminuer la viscosité de la suspension en fonction du régime dynamique ([Manga et al., 1998](#) ; [Spera et Stein, 2000](#) ; [Llewellyn et al., 2002a, b](#) ; [Rust et Manga, 2002a](#) ; [Stein et Spera, 2002](#)).

En effet, la présence de bulles dans une suspension magmatique peut avoir deux effets opposés sur la viscosité d'un liquide rhyolitique, selon qu'elles se comportent comme des éléments rigides ou déformables ([Mader et al., 2013](#)).

Deux régimes dynamiques ont été identifiés pour caractériser la rhéologie des suspensions vésiculées : dans le premier, la viscosité augmente avec la fraction volumique de bulles et dans le second, la viscosité diminue avec l'augmentation de la fraction volumique de bulles. Pour des écoulements 'stables', c'est-à-dire aux conditions de déformation constantes, le régime peut être déterminé par le nombre capillaire ( $Ca$ ), qui correspond au rapport entre la contrainte cisailante qui tend à déformer la bulle et la tension de surface qui tend à résister à la déformation.

(Eq.8)

$$Ca = \frac{\eta_m r_b \dot{\gamma}}{\sigma}$$

Avec

$\eta_m$  : viscosité du fluide en suspension

$\dot{\gamma}$  : vitesse de cisaillement

$r_b$  : Rayon de bulle non déformée

$\sigma$  : tension de surface

Si  $Ca \ll 1$ , les forces de tensions interfaciales dominant et les bulles auront une forme sphérique ([Taylor, 1934](#)). La déformation de l'écoulement est importante et les surfaces de glissement sont faibles, ce qui entraîne une augmentation de la viscosité relative. Mais si  $Ca \gg 1$ , les forces visqueuses dominant et les bulles seront allongées ([Hinch et Acrivos, 1980](#)). La déformation de l'écoulement est faible mais les surfaces de glissements sont importantes, ce qui produit une diminution de la viscosité relative. Pour résumer, si  $Ca \ll 1$ , la viscosité augmente avec l'augmentation de la fraction volumique

de bulle (régime 1), et si  $C_a \gg 1$  la viscosité diminue avec l'augmentation de la fraction volumique de bulle (régime 2).

Si la vitesse de déformation change, l'écoulement devient « instable ». [Llewellyn et al., 2002a ; b](#) ont montré que le degré de stabilité de l'écoulement pouvait être décrit en utilisant le nombre capillaire dynamique  $C_d$  :

(Eq.9)

$$C_d = \lambda \frac{\ddot{\gamma}}{\dot{\gamma}}$$

Avec

$\ddot{\gamma}$ : la vitesse de changement de  $\dot{\gamma}$

$\lambda$  : le temps de relaxation des bulles

$C_d$  compare le temps de réponse des bulles au changement de déformation par rapport au temps que met son environnement pour changer de déformation. Si  $C_d \ll 1$ , les bulles sont capables de répondre de façon continue au changement de déformation de leur environnement. Ce qui veut dire que les bulles sont approximativement en équilibre avec la déformation et que l'écoulement est quasiment stable. Ainsi, le régime dynamique est contrôlé par le nombre capillaire  $C_a$ . Si  $C_d \gg 1$ , l'environnement se déforme trop vite par rapport à la réponse des bulles. Ce qui veut dire que les bulles n'ont pas le temps de se relaxer. Elles n'atteignent pas leur équilibre de déformation et l'écoulement est instable. Dans un écoulement instable, les bulles n'ont pas le temps de répondre de façon élastique au changement de déformation, par conséquent, elles se comportent comme s'il n'y avait pas de tension interfaciale bulle-liquide. Puisque la forme des bulles n'est pas affectée par les forces élastiques, la réponse locale au cisaillement est purement visqueuse, et les bulles se déforment alors de façon passive avec le liquide. Ceci, conduit à la diminution de la distorsion de l'écoulement autour des bulles entraînant ainsi la diminution de la viscosité de la suspension avec l'augmentation de la fraction de bulle ([Llewellyn et al., 2002a](#)). En plus des paramètres  $C_a$  et  $C_d$ , la proportion de bulle dans la suspension joue également un rôle dans le changement de rhéologie d'un magma. [Lejeune et al., 1999](#) ont montré que pour une fraction de bulle inférieure à 50 vol%, la viscosité de la suspension magmatique diminue.

### 1.3.3. Rhéologie des suspensions triphasées (liquide-cristaux-bulles)

Comprendre la rhéologie d'un magma, nécessite de comprendre comment les différents composants de ce magma évoluent rhéologiquement au cours de la mise en place du magma. Un magma naturel est potentiellement une suspension triphasée. Nous venons de voir dans les paragraphes précédents,

que le comportement de la phase cristalline et de la phase gazeuse avait toutes deux une influence complexe sur le changement rhéologique de la suspension. Peu d'études ont été réalisées sur l'influence que pouvait avoir la combinaison des deux sur la rhéologie d'un magma. En effet, de par la complexité des interactions entre les trois phases, il est difficile de comprendre l'influence que chacune d'elle peut avoir sur l'ensemble de la suspension. Il n'existe pas de modèle rhéologique pour des systèmes multiphasés fortement visqueux et riches en silice.

Récemment, [Pistone et al., 2012](#) ont réalisé des expériences de déformation en torsion à des températures comprises entre 400 et 750°C et une pression de 200 MPa. Ces expériences ont été réalisées sur des échantillons synthétiques de composition haplogranitique contenant des proportions variées de cristaux et de bulles, et pour des vitesses de déformation variant entre  $5 \times 10^{-6} s^{-1}$  et  $4 \times 10^{-3} s^{-1}$ . Cette étude a mis en évidence un changement de comportement rhéologique entre deux régimes non-Newtoniens avec l'augmentation de la cristallinité, pouvant ainsi impacter fortement le développement de la perméabilité. Pour des magmas pauvres en cristaux (24 vol%) et en bulles (12 vol%), le comportement dominant est rhéoépaississant, lié notamment à la coalescence et la mise en réseau de bulles pouvant conduire à l'échappement des gaz. Cependant, lorsque la cristallinité augmente ( $> 44$  vol%), le comportement rhéologique change pour devenir rhéofluidifiant ([Figure 7](#)). L'augmentation de la vitesse de déformation va conduire à la réduction de la taille des cristaux localement, entraînant une diminution de la viscosité ainsi qu'une localisation de la déformation.

Lorsque la fraction cristalline est intermédiaire (entre 44 et 55 vol%), la coalescence et la rupture des bulles peuvent avoir lieu au niveau des bandes de cisaillement. En effet, les bulles les plus larges vont s'étirer et peuvent se rompre en plusieurs petites bulles. Ces nouvelles bulles vont alors changer de forme dû au changement de condition de déformation : elles vont s'aplatir ce qui va empêcher leur coalescence et donc inhiber le dégazage. Ce changement de forme est lié à l'augmentation de la vitesse de déformation et cette transition se déroule pour des vitesses de déformation  $> 10^{-3} s^{-1}$ . Lorsque la fraction cristalline est d'environ 65 vol%, il y a une rupture effective de la structure cristalline liée à la succession de réduction de taille des cristaux et à la formation des bandes de cisaillement. La coalescence des bulles et le dégazage sont complètement absents. Les bulles présentent un comportement rigide à l'exception de celles qui se trouvent dans les zones de cisaillement. Tout ceci entraîne le développement d'un comportement rigide du magma favorisant l'apparition de rupture fragile. Ainsi, d'après cette étude, plus on augmente la cristallinité dans un magma et moins le développement de la perméabilité, notamment par coalescence des bulles, est possible. Toutefois, ces expériences ont été réalisées avec une faible fraction de bulles ( $< 12$  vol%), or dans les magmas naturels, la fraction volumique de bulles peut être beaucoup plus importante. Afin de mieux

contraindre l'effet de cette phase il est donc nécessaire de réaliser de nouvelles expériences en déformation pour des valeurs de fraction de bulles plus élevées.

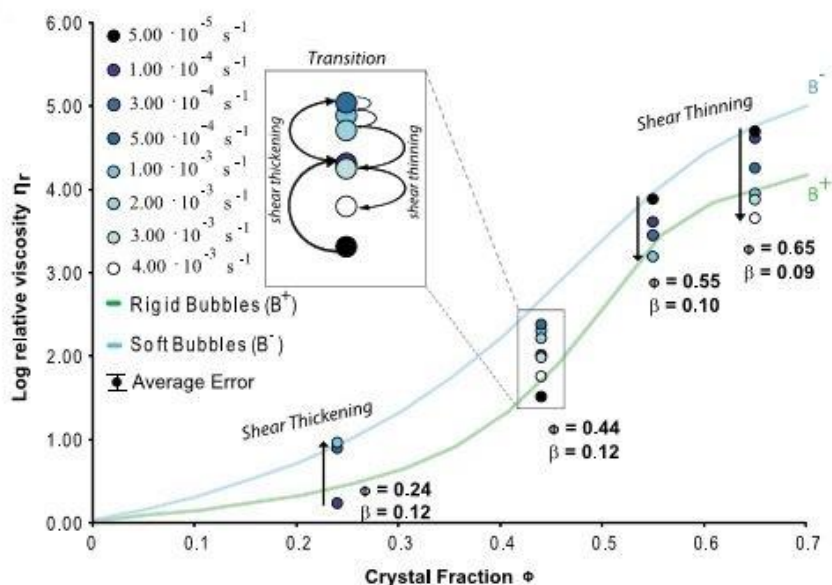


Figure 7 : Graphique montre le logarithme de la viscosité relative en fonction de la fraction cristalline (Pistone et al., 2012). Ce graphique met en évidence l'évolution rhéologique des suspensions triphasées, avec un comportement « shear thickening » pour les faibles fractions cristallines ( $\phi=0.24$ ), un comportement « shear thinning » pour les fortes fractions cristallines ( $\phi=0.55-0.65$ ) et les deux comportements pour les fractions intermédiaires ( $\phi=0.44$ ).

Comprendre l'évolution rhéologique d'une suspension magmatique au cours de son ascension est un enjeu important, car le comportement rhéologique lié à l'interaction des différentes phases va favoriser ou non la perméabilité de la suspension, et ainsi contrôler le dynamisme éruptif. Cependant, la rhéologie de suspensions triphasées reste encore mal connue car l'interaction entre les trois phases est très complexe et dépend de nombreux facteurs tels que la fraction volumique de chaque constituant, la vitesse de déformation ou encore la contrainte appliquée.

## 2. Perméabilité des magmas siliceux en déformation

La vésicularité d'un magma pendant son ascension dans le conduit volcanique est un paramètre important contrôlant le style et l'intensité de l'éruption volcanique, notamment en diminuant la densité du magma (par l'apparition des bulles de gaz) et en accélérant son ascension.

En effet, Eichelberger et al., 1986 ont mis en évidence une relation entre la connectivité des bulles lors de la décompression, et donc le développement de la perméabilité, avec le dynamisme éruptif. Ils ont montré que lorsque le magma présentait une forte interconnexion de ses bulles, créant alors un réseau, il pouvait perdre son gaz, conduisant à l'émergence en surface d'un magma pauvre en gaz et donc d'une éruption effusive. Ce modèle de perméabilité a fait l'objet de nombreuses études que nous

avons détaillées ci-dessus. Cependant, d'autres paramètres peuvent influencer le développement de la perméabilité magmatique, tels que la déformation cisailante que l'on peut notamment retrouver en bordure de conduit ou en base de dôme de lave. Cette déformation est un facteur clé contrôlant l'évolution des microstructures affectant à la fois les cristaux et les bulles dans le magma pendant sa mise en place.

### 2.1. Influence de la déformation cisailante sur la perméabilité des magmas : cas naturels

La présence d'indices témoignant d'une déformation cisailante, ayant permis le développement de la perméabilité, pendant la mise en place du magma dans le conduit a été mis en évidence sur des échantillons naturels. En effet, [Stasiuk et al., 1996](#) ont réalisé une étude de terrain sur des rhyolites provenant de Potholes Country situé au niveau de l'évent de Mule Creek (Nouveau Mexique, USA). Cet événement éruptif est caractérisé par un début d'éruption caractérisée par un dynamique explosif plinien puis par une phase effusive avec la formation d'un dôme. Cette alternance entre une phase explosive et une phase effusive est courante pour de nombreux volcans comme La montagne Pelée (Martinique) ou encore le Mount St. Helens (USA). [Stasiuk et al., 1996](#) ont mis en évidence un processus continu de perte de gaz lié à une perméabilité hétérogène au niveau des parois du conduit. Cette distribution hétérogène des vésicules peut être due à une déformation cisailante le long des parois du conduit, entraînant l'interconnexion des bulles afin de former des chaînes permettant localement la perte du gaz. De plus, des indices sur le terrain indiquent que cette perte de gaz s'est faite verticalement et horizontalement au niveau des parois du conduit. En effet, la présence de veines de tuffisite dans les zones contact a été interprétée comme l'indice des chemins par lesquels le gaz s'est échappé. Cette interprétation s'appuie également sur la position chronologique de ces veines par rapport à l'ensemble des autres dépôts, puisque ces veines traversent l'ensemble des roches à l'exception des rhyolites. Ainsi, ils proposent que la transition de la phase explosive à la phase effusive résulte de la perte de façon continue du gaz par déformation cisailante le long des parois du conduit, avec la mise en place de chaînes de bulles interconnectées par lesquelles le gaz va pouvoir s'échapper vers les veines puis vers la roche encaissante. De plus, [Tuffen et al., 2003](#), par l'étude texturale d'un conduit effusif érodé à Torfajörkull en Islande, proposent que la perméabilité d'un magma rhyolitique puisse également se développer par l'ouverture et la fermeture répétée de fractures, résultant d'une déformation cisailante, pendant l'ascension dans un conduit peu profond. Ce processus pourrait être à l'origine de structures rubanées constituées d'alternances de bandes ponceuses (vésiculées) et d'obsidienne (sans bulles). Cette relation entre déformation cisailante et perméabilité dans les produits naturels a également été mise en évidence par [Polacci et al., 1999](#), [Tuffen et al., 2003](#), [Rust et Cashman, 2004](#) ou bien encore [Castro et al., 2012](#).

Afin de mettre en évidence les mécanismes de déformation influençant le développement de la perméabilité pendant la mise en place du magma, de nombreuses études expérimentales ont été réalisées, avec l'objectif de simuler les processus naturels afin de mieux les comprendre. Afin d'étudier l'impact des cristaux et des bulles sur le développement de la perméabilité d'un magma en déformation, ces études ont d'abord été réalisées sur des suspensions biphasées (cristaux/liquide ; bulles/liquide).

## 2.2. Influence de la déformation cisailante sur le développement de la perméabilité dans un magma vésiculé : simulations expérimentales

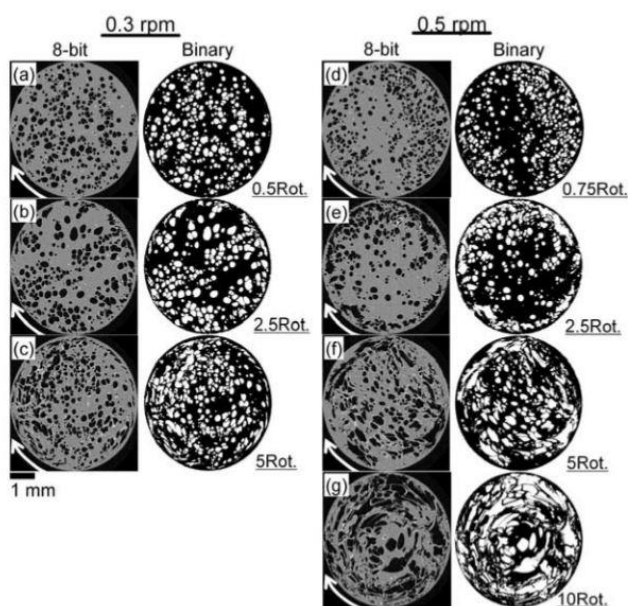
Les études de la perméabilité de magmas biphasés liquide-bulles se sont intéressées dans un premier temps à son développement en décompression, simulant ainsi l'ascension du magma dans le conduit. La plupart de ces études définissent un seuil de perméabilité pour une porosité d'environ 30 vol% (Saar and Manga, 1999 ; Blower, 2001). Cependant, la déformation peut influencer fortement ce seuil de percolation et rendre perméable un magma présentant une vésicularité plus faible.

En effet, Okumura et al., 2006 ; 2008 ; 2009 ; 2010 ont effectué un travail expérimental, en déformation cisailante, via un piston-cylindre à chauffage externe comportant un piston supérieur statique et un piston inférieur en rotation. Ces expériences ont été réalisées sur des obsidiennes naturelles de Wadatouge (Japon) contenant 0.5 pds% d'eau. Okumura et al., 2006 ont observé une augmentation du nombre de grandes bulles et une diminution du nombre de petites bulles avec l'augmentation de la vitesse de rotation. Ils ont ainsi mis en évidence que la déformation favorise la coalescence des bulles, même pour des vésicularités aussi faibles qu'environ 20 vol%. Ces expériences ont été réalisées pour des taux de déformations  $\dot{\gamma} < 2$  et des vitesses de déformations  $\dot{\gamma} < 0.05 \text{ s}^{-1}$ .

Okumura et al., 2008 ont réalisé les mêmes expériences (mêmes échantillons de départ et même appareil de déformation) mais en augmentant le taux de déformation ( $0 < \dot{\gamma} < 30$ ) et en conservant une vitesse de déformation  $\dot{\gamma} \approx 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . L'augmentation de la déformation entraîne une augmentation du degré de coalescence des bulles (Figure 8). Cette augmentation de la coalescence va donc conduire à une augmentation de la perméabilité qui se manifeste parallèlement à la direction de déformation. Cette perméabilité commence à augmenter lorsque le magma atteint une vésicularité d'environ 30 vol% pour un  $\dot{\gamma} > 8$  (Okumura et al., 2009). Les conditions de ces expériences sont une vésicularité  $< 43$  vol%,  $\dot{\gamma} < 30$ ,  $\dot{\gamma} < 0.027 \text{ s}^{-1}$ , et une pression de confinement de l'ordre de quelques MPa (valeur non précisé par l'auteur), correspondant à la mise en place d'un magma à une profondeur de plusieurs centaines de mètres. Ce mécanisme de dégazage par coalescence de bulles induit par l'augmentation de la déformation peut donc avoir lieu en profondeur dans le conduit volcanique, et en bordures du conduit là où la déformation est la plus forte permettant l'initiation de la perméabilité. Si le diamètre



du conduit le permet, on peut envisager un dégazage complet du magma. En effet, si le rapport du rayon du conduit ( $R$ ) à la distance entre la profondeur à laquelle la vésicularité atteint 30 vol% et la surface de la terre ( $L_c$ ),  $R/L_c$  est  $< 0.01$ , la zone initiale perméable située au niveau des parois du conduit peut s'étendre à tout le conduit volcanique et permettre un dégazage efficace (Okumura et al., 2009). Lorsque la contrainte est plus importante que la résistance du magma, une rupture fragile peut se produire. La mise en place de ces fractures se produit après la formation du réseau de bulles interconnectées (Okumura et al., 2008).



*Figure 8 : Image 2D MEB (8-bit et binaire) d'échantillons expérimentaux d'Okumura et al., 2008, montrant l'évolution de la coalescence des bulles en fonction de la vitesse de déformation pour a) 0.5, b) 2.5, c) 5 rotations à 0.3 rpm (rotation per minute) et d) 0.75, e) 2.5, f) 5, g) 10 rotations à 0.5 rpm. Ces images mettent en évidence une déformation plus large en périphérie qu'au cœur des échantillons. L'augmentation de la déformation favorise une plus grande coalescence de bulle.*

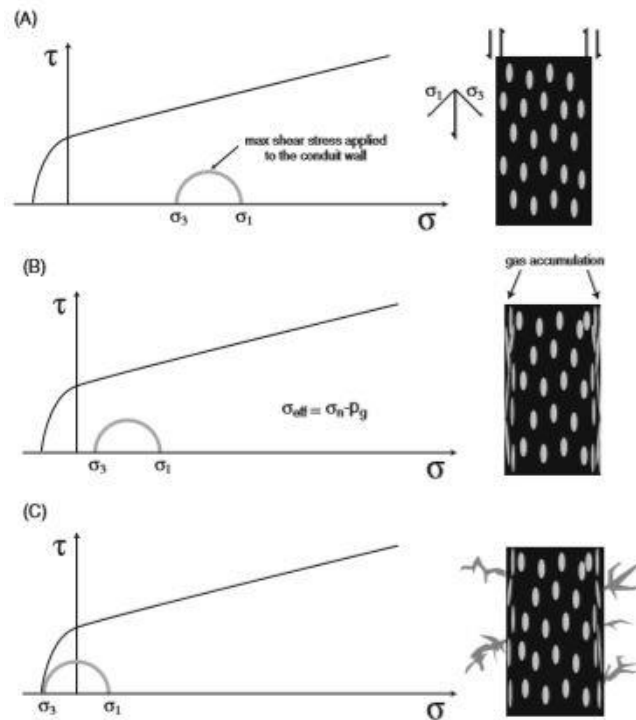
Okumura et al., 2010, ont mis en évidence que la perméabilité d'un magma rhyolitique sans cristaux et vésiculé (0 à 41 vol%) déformé en torsion à une température  $< 830^{\circ}\text{C}$ , avec une vitesse de déformation d'environ  $10^{-2}\text{s}^{-1}$  et dans une gamme de déformation  $\gamma$  entre 13.2 et 17.4 en piston-cylindre à chauffage externe (Okumura et al., 2006 ; 2008 ; 2009), se manifeste par l'ouverture de fractures. Ceci, résulte du changement rhéologique du magma vers un comportement non-newtonien, induit par l'augmentation de la vésicularité. Ce type de comportement va favoriser la localisation de la déformation par une diminution locale de la viscosité qui va favoriser l'augmentation localisée de la vitesse de déformation pouvant conduire à l'ouverture de fractures. La formation de ces zones de fractures entraîne une diminution du cisaillement dans le reste de l'échantillon, supprimant la déformation et la coalescence des bulles. Le gaz s'échappe par ces zones d'ouverture, ce qui entraîne le dégazage local de la colonne magmatique. Puis il y a cicatrisation de ces fractures par déformation



visqueuse lorsque la contrainte cisailante se relâche, puis ouverture d'une autre zone de fracturation un peu plus loin, là où le magma a conservé ses bulles. Ainsi, le dégazage se fait par la répétition de l'ouverture et de la cicatrisation de zones de fractures. De plus, ce type de perméabilité par rupture fragile du magma se produit relativement proche de la surface dans le conduit volcanique (< 130 m, pour des rhyolites à 800°C (Okumura et al., 2010)) et là où la contrainte cisailante est la plus forte (bords du conduit ou base de dôme).

Ces dernières expériences ont été réalisées pour des vitesses de déformation de l'ordre de  $10^{-2} s^{-1}$ , ce qui correspond à des vitesses relativement faibles pouvant être comparées à une remontée de magma lente produisant des éruptions plutôt effusives. Une étude pétrologique de l'éruption effusive de 1991-1995 du volcan Unzen au Japon a mis en évidence que la vitesse d'ascension du magma à partir d'une pression de 70-100 MPa était de l'ordre de  $10^{-2} s^{-1}$  (Noguchi et al., 2008). Par opposition, la vitesse d'ascension d'un magma lors d'une éruption explosive est largement supérieure à  $10^{-2} s^{-1}$ .

Caricchi et al., 2011 ont réalisé des expériences de déformation en torsion en presse Paterson sur des ponces aphyriques de composition phonolitique issues de l'éruption de 3760 BP d'Avellino (Vésuve, Italie), contenant initialement 1.5 pds% d'H<sub>2</sub>O. Ces expériences ont été réalisées sous un taux de déformation finie compris entre 2 et 10 et pour des vitesses de déformation comprises entre  $10^{-5}$  et  $10^{-4} s^{-1}$ . Ces expériences ont mis en évidence l'effet de la déformation sur la viscosité du magma contenant environ 2 vol% de bulles. La répartition hétérogène des fractions de bulles peut entraîner la localisation de la déformation, favorisant la coalescence des bulles (Figure 9). Ces bulles vont s'aplatir sous l'augmentation de la déformation, ce qui va générer une faible viscosité au niveau de laquelle la déformation va se localiser, ce qui confirme les résultats obtenus par Okumura et al., 2006 ; 2008 ; 2009 ; 2010. Ainsi, l'aplatissement des bulles et leur coalescence permettent la formation de structures planaires par lesquelles le gaz peut s'échapper, entraînant une augmentation de la viscosité du magma. Ces structures contrôlent donc la rhéologie du magma.



*Figure 9 : Illustration montrant l'évolution possible de la rhéologie du magma pendant l'ascension au niveau des parois du conduit et le dégazage du magma induit par la contrainte (Caricchi et al., 2011). A) Lorsque la contrainte appliquée pendant l'ascension du magma est insuffisante, il n'y a pas d'ouverture de fractures. B) Lorsque l'on augmente cette contrainte le long des parois du conduit, les bulles peuvent coalescer et permettre le développement d'un réseau perméable. C) Lorsque la contrainte est suffisamment forte cela peut générer l'ouverture de fractures le long des bords du conduit et permettre un dégazage.*

Kushnir et al., 2017 ont également effectué des expériences de déformation en torsion en presse Paterson à des vitesses de déformation comprises entre  $9.9 \times 10^{-5}$  et  $8.1 \times 10^{-4} s^{-1}$  avec des taux de déformation  $< 8$ . Ces expériences ont été réalisées sur des produits synthétiques haplogranitiques aphyriques contenant environ 17 vol% de bulles d'argon. Le seuil de percolation du gaz (argon) a été mesuré in-situ lors de la déformation grâce aux modules de mesure de pressions fluides (volumomètres) dont la presse Paterson est équipée. Cette perméabilité s'est manifestée sous la forme de fractures, pour des vitesses de déformation modérées à fortes ( $\dot{\gamma} > 2.2 \times 10^{-4} s^{-1}$ ). Pour des vitesses de déformation modérées comprises entre  $2.2 \times 10^{-4} s^{-1}$  et  $4.5 \times 10^{-4} s^{-1}$  et pour des  $\dot{\gamma} > 3$ , la perméabilité se développe lentement avec l'apparition de fractures qui s'étendent à travers tout l'échantillon, créant un réseau efficace de dégazage. Pour des vitesses de déformation plus rapides ( $\dot{\gamma} > 4.5 \times 10^{-4} s^{-1}$ ), la perméabilité se développe plus rapidement, peu de temps après le début de la déformation inélastique (Figure 10a), et se traduit par la formation de fractures de mode 1 en échelon (fentes de tension) (Figure 10b). La densité de ces fractures est forte mais elles sont relativement courtes. La perte du gaz via ce type de fracture est moins efficace car l'interconnexion de ces fines fractures est plus difficile.

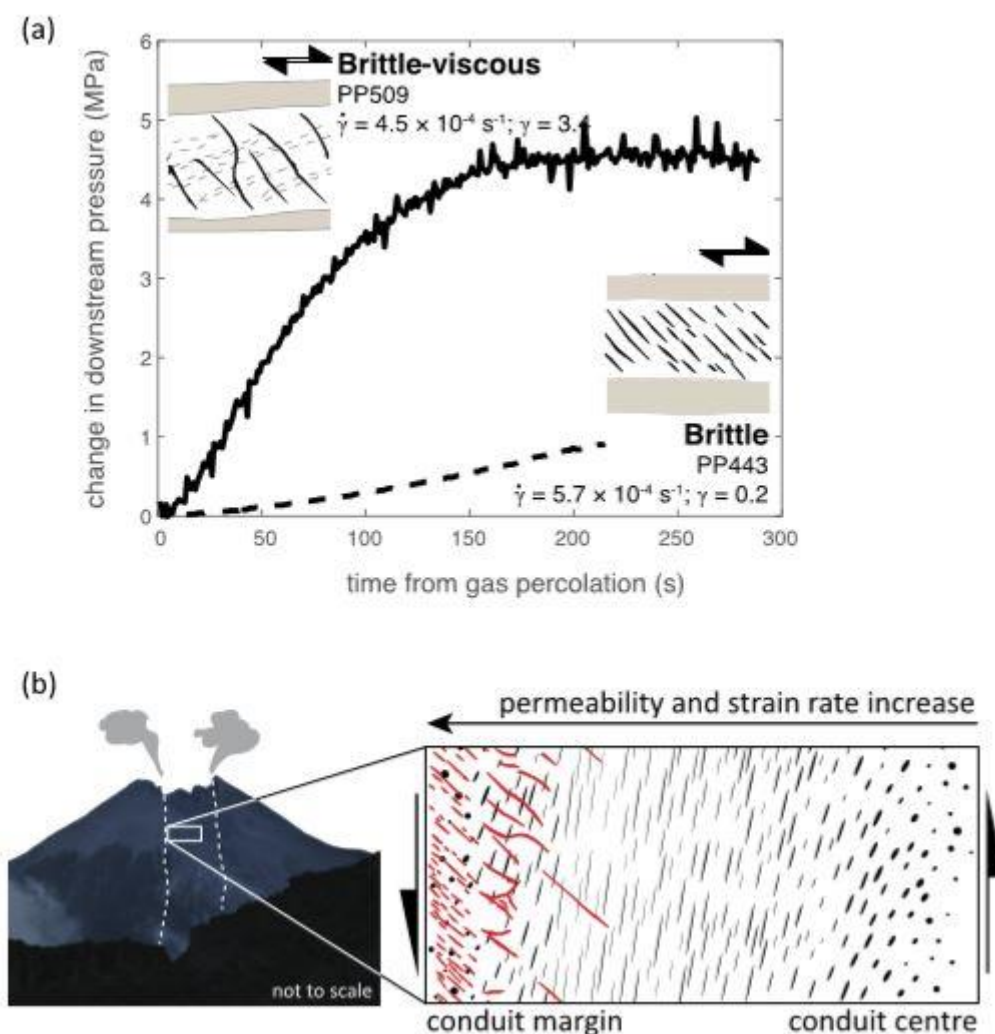


Figure 10 : Illustration issue des expériences en déformation de Kushnir et al., 2017. a) Graphique montrant le temps de percolation du gaz en fonction du changement de pression fluide enregistré en aval de l'échantillon. b) Schéma montrant le développement de la perméabilité par fracturation au niveau des parois du conduit.

Ces différentes études ont permis de mettre en évidence l'influence de la déformation sur le développement de la perméabilité notamment par la déformation et la coalescence des bulles formant ainsi un réseau de bulles interconnectées. Elles ont mis également en évidence l'influence que peut avoir les bulles déformées sur le comportement rhéologique du magma pouvant ainsi conduire à la mise en place d'une perméabilité par fractures.

Cependant, dans la nature la grande majorité des magmas n'est pas une suspension biphasée, mais une suspension triphasée contenant, en plus du liquide silicaté et des bulles, une fraction cristalline. Ainsi, afin de mieux comprendre la mise en place de la perméabilité dans les magmas au cours de l'ascension dans le conduit volcanique il est nécessaire de prendre en considération l'ensemble des phases et leurs interactions et ce, pour des conditions de pression et de température représentatives des conditions éruptives caractéristiques de conduits volcaniques.

### 2.3. Influence de la déformation cisailante sur le développement de la perméabilité dans un magma contenant des bulles et des cristaux

Le développement de la perméabilité pour des magmas présentant une cristallinité d'environ 52 vol% et une faible vésicularité, d'environ 11 vol%, a été démontré par [Laumonier et al., 2011](#). Les auteurs ont effectué des expériences en torsion en presse Paterson sur des échantillons d'haplotonalite (composition normative de quartz, albite et anorthite ; analogue synthétique des magmas naturels riches en silice) à 600°C, 200 MPa, pour des vitesses de déformation entre  $3 \times 10^{-5} s^{-1}$  et  $1 \times 10^{-3} s^{-1}$  et un taux de déformation d'environ 1,3  $\gamma$ . Ces expériences ont montré que la présence des cristaux permettait de localiser la contrainte de cisaillement. En effet, la déformation réorganise l'agencement de la fraction cristalline, permettant de créer des couloirs de type C' dans lesquels les bulles peuvent se localiser, coalescer et dégazer ([Figure 11](#)). Ainsi, le dégazage peut s'effectuer pour de faibles vésicularités (<11 vol%) via le réarrangement de la phase cristalline sous l'influence de la déformation.

Le développement de la perméabilité pour un magma triphasé sous l'influence de la déformation a également été étudié par [Shields et al., 2014](#). Les expériences de torsion (en presse Paterson) réalisées dans cette étude sur des échantillons d'haplogranite contenant 0 à 36 vol% de bulles et 0 à 42 vol% de cristaux ont mis en évidence un développement par ouverture de fractures. En effet, le réarrangement des cristaux pendant le cisaillement induit une localisation de la déformation pouvant conduire à la rupture fragile du liquide silicaté. Ainsi, l'ensemble de ces études mettent en évidence que la fraction cristalline joue un rôle prépondérant dans le développement de la perméabilité des magmas siliceux, en contrôlant les seuils de percolation des fluides et le type de structure de développement de la perméabilité (coalescence des bulles versus fractures).

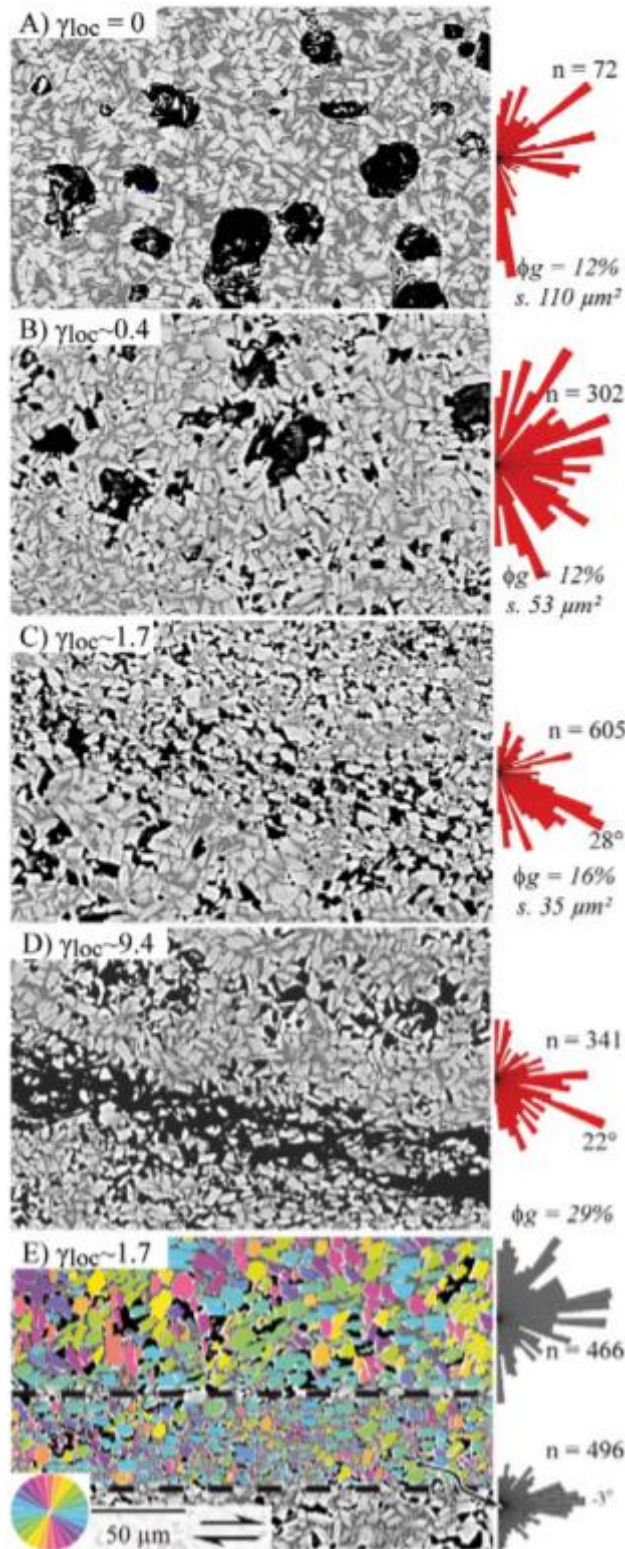


Figure 11 : Images MEB issues des expériences en déformation de [Laumonier et al., 2011](#) montrant la fabrication cristalline pour quatre taux de déformations locales. Les roses diagrammes mettent en évidence l'orientation préférentielle des bulles de gaz. Ces images montrent la mise en place de bandes de cisaillement avec l'augmentation de la déformation, entraînant une réduction de la taille et une orientation préférentielle des cristaux. Ce réarrangement de la structure cristalline permet la création de voies dans lesquelles les bulles se placent et coalescent, formant ainsi des chenaux de dégazage.

### **III. Objectif de cette étude : étude expérimentale du développement de la porosité connectée dans un magma triphasé en conditions magmatiques de déformation.**

L'étude de la perméabilité des magmas a donc fait l'objet de nombreux travaux, afin de contraindre les différents paramètres responsables de la transition effusive-explosive. Dans un premier temps en décompression, en essayant de comprendre séparément l'influence que peut avoir les fractions volumiques de bulles et de cristaux sur le développement de la perméabilité et sur l'évolution rhéologique des suspensions magmatiques.

Cependant, ces différentes études ne reflètent pas réellement le comportement naturel des magmas lors de leur mise en place. En effet, le magma est le plus souvent une suspension triphasée, constitué d'une phase liquide, gazeuse (bulles) et solide (cristaux). Afin de comprendre les paramètres entrant en jeu dans le développement de la perméabilité, il faut prendre en compte les interactions entre ces trois phases. De plus, lors de l'ascension dans le conduit volcanique, le magma est soumis à la décompression (vitesse d'ascension) mais également à une déformation cisailante, notamment en bord de conduit et/ou en base de dôme, avec une influence prépondérante sur le développement de la perméabilité. Ainsi, peu de travaux ont été réalisés sur des magmas triphasés en déformation. Les quelques études expérimentales menées ([Laumonier et al., 2011](#) ; [Shields et al., 2014](#)) ont été réalisées sur des magmas synthétiques (haplogranite et haplotonalite), avec des fractions volumiques de bulles relativement faibles (<20 vol%) et des fractions volumiques de cristaux < 50 vol%. Ces expériences ont été effectuées à des vitesses de déformation comprises entre  $10^{-4}$  et  $10^{-5} s^{-1}$  et pour des taux de déformation pouvant aller jusqu'à  $\dot{\gamma} = 10$ .

Ces études ont mis en évidence que la perméabilité était fortement dépendante de la déformation et qu'elle pouvait se développer de deux manières :

-Soit sous forme de coalescence de bulles liée à la localisation de la déformation par la structure cristalline, notamment pour des magmas peu vésiculés ([Laumonier et al., 2011](#)).

-Soit sous forme d'un réseau de fractures qui localise également la déformation ([Shields et al., 2014](#)).

L'étude présentée ici, propose de réaliser de nouvelles expériences de déformation en torsion sur un magma synthétique (haplogranite) contenant environ 30 vol% de bulles et des proportions de cristaux

## Chapitre 1 : Problématique

(plagioclase) de 0, 10, 30 et 50 vol%. Ces expériences seront réalisées à une vitesse de déformation de  $10^{-4} s^{-1}$  et pour des déformations finies de 0, 0.6 et 1.8.

L'objectif de cette étude est donc de pouvoir mettre en évidence les différents paramètres influençant le développement de la porosité connectée, en faisant varier de manière systématique les proportions de cristaux du magma. L'objectif est d'établir un modèle de développement de la porosité connectée sur des magmas réalistes et dans des conditions réalistes, pouvant favoriser ou non la perméabilité du magma et ainsi conduire à la transition effusive-explosive d'une éruption.



# **Chapitre 2 : Matériau de départ et stratégie expérimentale**

L'objectif de cette étude est de mettre en évidence le développement d'une porosité connectée au cours d'une déformation en torsion d'un magma siliceux, en fonction de sa teneur en bulles de gaz et en cristaux. Le choix de sa composition chimique et le contrôle des teneurs en bulles et en cristaux sont donc des étapes primordiales pour garantir une analogie réaliste avec le comportement des magmas siliceux naturels. La composition utilisée doit donc être proche des compositions naturelles présentant de forte viscosité. La vésicularité à l'initiation de la déformation doit être en dessous du seuil de percolation des gaz (pour voir si la déformation augmente ce seuil ; donc typiquement des vésicularités de départ <30-60 vol%). Afin d'explorer une fenêtre de vésicularité la plus large possible, l'influence des cristaux sur la détermination de ce seuil sera testée avec des teneurs de 0 à environ 50 vol%.

## **I. Détermination du matériau de départ**

### **1. Choix de la composition du verre silicaté**

Afin de se rapprocher le plus possible des magmas rhyolitiques naturels, il est donc primordial d'utiliser un produit de départ riche en silice, typiquement >70 pds% SiO<sub>2</sub>. Il aurait été possible d'utiliser des verres naturels de type obsidienne, mais ils présentent quelques inconvénients :

- Ils auraient pu cristalliser des phases ferromagnésiennes ainsi que des oxydes pendant l'expérience, ne garantissant pas un bon contrôle de la teneur en cristaux.
- Certains paramètres physico-chimiques tels que la viscosité ou la température de transition vitreuse d'un tel magma naturel auraient dû être déterminés, afin de garantir le bon fonctionnement des expériences (la presse Paterson ne peut mesurer des viscosités inférieures à 10<sup>9</sup> Pa.s, cependant leur déformation est possible).

Au contraire des verres naturels, des verres synthétiques à la composition simplifiée et aux paramètres physico-chimiques mieux contraints sont souvent utilisés dans les expériences comme analogues de verres silicatés naturels. Comme analogues des rhyolites naturelles, l'Haplogranite (HPG) du système quartz-albite-orthose (Holtz et al., 1992) ou l'Haplotonalite (HTN) du système quartz-albite-anorthite (Picard et al., 2013) sont souvent utilisés. HTN est un bon proxy des liquides rhyolites qui cristallisent des plagioclases. En revanche, dans les conditions magmatiques qui nous intéressent (< 3 kbars et < 900°C), HTN a tendance à cristalliser une suspension de plagioclase et de quartz (Champallier, 2005)



qui rend difficile le contrôle de la proportion de cristaux pendant l'expérience. Pour notre étude, notre choix s'est donc porté sur le système haplogranitique, et en particulier sur sa composition eutectique (HPG8 ; préparé par Schott AG, Allemagne ; [Tableau 1](#)). Les avantages de HPG8 sont doubles. Premièrement, sa composition eutectique permet des expériences à relativement faible température sans cristallisation. Deuxièmement, il existe beaucoup de données sur cette composition qui sont utiles pour nos expériences, telles que la viscosité ([Hess et Dingwell, 1996](#)), la température de transition vitreuse ([Dingwell, 1998](#)), ou la diffusion de l'eau ([Zhang et Behrens, 2000](#)).

Composition	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	Total
HPG8	78.6	12.5	0.0	4.6	4.2	100

*Tableau 1 : Composition chimique en % poids du verre haplogranitique (HPG8) d'après [A. Kushnir, 2016](#).*

## 2. Choix de la nature et de la teneur en éléments volatils

L'objectif étant de mettre en évidence le développement de la porosité connectée pendant la déformation, il faut donc introduire une phase gazeuse contrôlable en volume et taille de bulles.

L'obtention d'une phase gazeuse peut être directement réalisée à partir de produits naturels. [Okumura et al., 2006 ; 2008 ; 2009 ; 2010](#) ont ainsi obtenu des vésicularités jusqu'à 80 vol% à partir d'une obsidienne naturelle contenant 0.5 pds% d'eau. Ces vésicularités ont été obtenues par dégazage de cette eau résiduelle à haute température (975 °C). Les échantillons vésiculés ont ensuite été déformés à pression ambiante. Cependant, nous voulons reproduire la déformation du magma dans des conditions de conduit volcanique ou de base de dôme, c'est-à-dire sous pression de confinement, pour laquelle ces teneurs naturelles en eau résiduelle ne seraient pas suffisantes pour obtenir des vésicularités proches de 30 vol%. [Caricchi et al., 2011](#) ont réalisé des expériences de déformation en Presse Paterson sous pression (100 et 180 MPa) sur des échantillons naturels poreux (ponces phonolitiques). Une phase gazeuse de  $\approx 2$  vol% a été obtenue par dégazage de l'eau résiduelle (2.44 pds%) à 180 MPa et 1373 K. Ces études montrent qu'il est possible d'obtenir des bulles sous pression, toutefois, la teneur en bulle obtenue est très faible ( $< 2$  vol%) puisqu'elle est liée à la quantité d'eau résiduelle présente dans l'échantillon. [Okumura et al., 2016](#) ont déformé en presse Paterson des rhyolites naturelles contenant initialement environ 20 vol% de pores. La mise sous pression (80-100 MPa) pour la déformation n'a laissé que moins de 4 vol% de bulles. En effet, les échantillons naturels poreux (type ponce) ou échantillons synthétiques dont les bulles sont formées à 1 atm, perdent leur vésicularité quand on les chauffe et pressurise.

Ainsi, la difficulté majeure est donc d'obtenir un volume suffisant de bulles sous pression de confinement. Pour cela, d'autres méthodes ont été utilisées à partir de magmas synthétiques sous pression :

-[Laumonier et al., 2011](#) ont créé une suspension haplotonalitique synthétique composée de cristaux de plagioclase ( $\approx 52$  vol%) et de bulles d'eau ( $\approx 11$  vol%). Cette phase gazeuse a été obtenue par piégeage d'eau liquide en excès lors de la phase de cristallisation à 200 MPa et 600°C.

-[Pistone et al., 2012](#) et [Shields et al., 2014](#) ont obtenu une suspension haplogranitique contenant des cristaux ( $< 65$  vol%) et des bulles d'eau et/ou de CO<sub>2</sub> ( $\approx 12$  vol%). Cette phase gazeuse a été obtenue par introduction de l'eau et du CO<sub>2</sub> dans les capsules sous forme d'oxydes, d'hydroxydes et de carbonates. Pendant la synthèse à 129 MPa et 1373 K, l'eau se dissout dans le liquide silicaté mais le CO<sub>2</sub> reste sous forme gazeuse en raison de sa faible solubilité dans le liquide.

-[Kushnir et al., 2017](#) ont directement introduit de l'argon sous pression entre l'espace inter-granulaire d'une poudre de HPG8 via le volumomètre de la presse Paterson. Dans ce cas, la porosité maximale obtenue est d'environ 15 vol% à 500 bars.

Les études présentées ci-dessus mettent en évidence les différentes méthodes permettant d'obtenir une phase gazeuse sous pression dans un magma synthétique. Cependant, la fraction volumique obtenue reste relativement faible ( $< 15$  vol%), ce qui correspond à la limite inférieure des vésicularités souhaitées pour notre étude. Par conséquent, nous avons décidé de créer des bulles d'eau par décompression d'un liquide HPG8 pré-hydraté, directement dans la presse Paterson et juste avant l'étape de déformation. Plusieurs tests développés ci-dessous (§.II.) ont été nécessaires pour valider le protocole, et en particulier la magnitude de la décompression nécessaire pour déclencher la nucléation des bulles.

### 3. Choix de la nature des cristaux

Afin de contrôler la teneur et la taille de la phase cristalline, il a été décidé d'introduire les cristaux mécaniquement et non de les faire nucléer pendant l'expérience. En effet, les expériences menées par [Picard et al., 2013](#) montrent que si la fraction volumique de plagioclases cristallisés en autoclave à partir d'un liquide haplotonalitique peut être bien contrôlée par la connaissance des équilibres de phase, la taille des cristaux est très petite ( $< 10 \mu\text{m}$ ). Plusieurs études ont utilisé des cristaux d'alumine, tamisés pour un contrôle de la taille, dont l'avantage est d'être chimiquement très peu réactifs avec un liquide haplogranitique ([Martel et al., 2001](#) ; [Forien et al., 2011](#)). En revanche, ces cristaux sont des poly-agrégats de forme non allongée, dont les orientations après déformation sont difficilement analysables. Notre choix s'est donc porté sur des plagioclases naturels, aux formes allongées et représentant la phase minérale principale des magmas rhyolitiques.

Notre premier choix s'est porté sur des cristaux de feldspaths prélevés dans un tuf trachytique au sud du Puy de dôme, présentant une composition oligoclase au cœur (20-32 mol% d'anorthite ; An<sub>20-32</sub>)

et enrichie en Na-K en périphérie (K-oligoclase, An15-25 et Or19-25) (Deniel et al., 2020). Cependant, lors des tests préliminaires réalisés en autoclave dans les conditions expérimentales de vésiculation des bulles (décompression de 4 à 1 kbars et 950-750°C), les cristaux se sont dissous. En effet, ce sont des cristaux fortement sodiques, et la température du liquidus de l'Albite ( $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ ) est relativement basse comparée à celle de l'Anorthite ( $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ ). De plus, la forte quantité d'eau (> 5 pds%) présente dans le verre va fortement abaisser les températures du liquidus, pouvant ainsi amener les feldspaths riches en Na et K à franchir leur température de liquidus. Ainsi, afin d'empêcher la dissolution de nos cristaux, il faut que ces derniers contiennent un élément réfractaire pouvant augmenter leur température de fusion (Holtz et al., 1992).

Nous avons donc décidé de remplacer les feldspaths sodiques du puy de Dôme par des feldspaths de type labradorite (An50-70), plus riches en calcium. Ces plagioclases sont issus d'un bloc (acheté dans le commerce), que nous avons réduit en morceaux au moyen d'une machine de fragmentation des matériaux par décharges à haute tension (selfrag ; BRGM, orléans) qui permet de broyer une roche au niveau de ses joints de grains. Les morceaux obtenus ont une forme relativement allongée et peuvent être tamisés pour obtenir la fraction désirée, ici entre 50 et 90  $\mu\text{m}$  (Figure 12). Les tests effectués à partir de HPG8 contenant ces cristaux et dans la gamme envisagée de pressions, températures, et durée des expériences, ont montré qu'ils ont assez bien résisté (§II.3.3.).

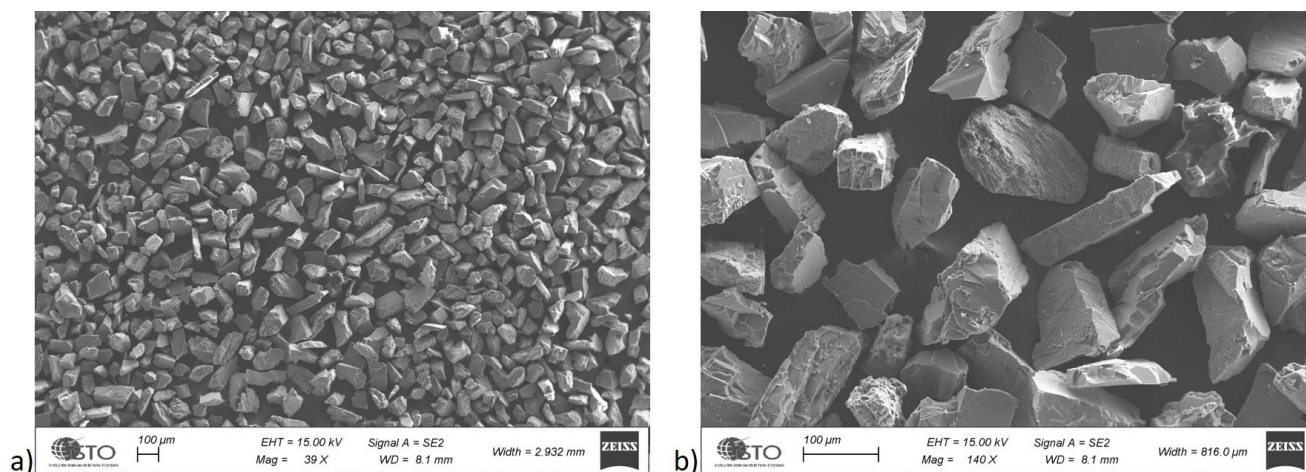


Figure 12: Images MEB en électrons secondaires des cristaux de labradorite à différents grossissements a) Mag : 39 x et b) Mag : 140 x.

#### 4. Détermination théorique des différentes fractions de bulles et de cristaux

Rappelons ici que le pourcentage de bulles sera acquis lors d'une étape de décompression de HPG8 dans la presse Paterson juste avant l'étape de déformation. Il nous faut donc estimer à combien nous

devons hydrater HPG8 avant l'étape de bullage. La détermination théorique de la fraction de bulle est étroitement liée à la solubilité des volatils dans le magma, et peut être définie par l'équation de [Jaupart et Allègre, 1991](#) :

(Eq.10)

$$\alpha(Pe) = 1/1 + \left( \frac{\rho_g(Pe)}{\{x(Pi) - x(Pe)\}\rho_l} \right)$$

Avec :

$\alpha(Pe)$  : fraction de gaz à pression éruptive (ou finale)

$\rho_g(Pe)$  : Densité du gaz à pression éruptive

$x(Pi)$  : Solubilité du gaz à pression initiale

$x(Pe)$  : Solubilité du gaz à pression éruptive

$\rho_l$  : Densité du liquide silicaté

Rappelons que cette équation considère des liquides à saturation en eau, et donc que les pressions correspondent aux pressions de solubilité des liquides hydratés. Afin de prendre en compte la densité d'un liquide hydraté, nous avons extrapolé les données de [Richet et al., 2000](#) réalisées sur des liquides trachytiques à nos liquides haplogranitiques, montrant que la différence de densité entre un verre riche en silice hydraté et anhydre est relativement négligeable, de l'ordre de 0.1 g/cm<sup>3</sup>. Car en effet, ce qui influence le plus la fraction gazeuse est la différence de densité de l'eau à pressions initiale et éruptive. Dans l'équation de [Jaupart et Allègre, 1991](#), les données de densité de l'eau en température et à pressions initiale et éruptive sont issues de [Burnham et al., 1969](#). Les solubilités du gaz à pression initiale et éruptive sont définies par le modèle de solubilité Volatilcalc de [Newman et Lowenstern, 2002](#). Ainsi, nous avons défini par ce modèle les teneurs en eau initiales  $x(Pi)$  nécessaires pour obtenir une fraction gazeuse donnée ( $\alpha$ , entre 10 et 40 vol%).

Il faut cependant prendre en compte le fait que la fraction gazeuse ici calculée ne tient pas compte de la présence de cristaux dans la suspension (c'est une fraction gazeuse dans un liquide pur). Pour pouvoir comparer nos produits d'expériences avec des teneurs en cristaux différentes, il faut en effet que la fraction gazeuse globale soit constante. Si nous voulons une fraction gazeuse globale de 30 vol% dans un liquide contenant des cristaux, il faut *in fine* recalculer la fraction gazeuse sur le liquide pur pour pouvoir utiliser l'équation ci-dessus.

Pour la fraction volumique gazeuse globale ( $\phi_g$ ) souhaitée,  $\alpha(Pe)$  est recalculé en fonction de la fraction volumique de liquide silicaté ( $\phi_m$ ) et la fraction volumique de cristaux ( $\phi_{ci}$ ):

(Eq.11)

$$\phi_g = ((\alpha(Pe)/100) * \phi_m) / ((\alpha(Pe) / 100) - 1)$$

Où  $\phi_m = 100 - \phi_{ci}$

De la même manière, la fraction volumique de cristaux ajoutée à la poudre de verre HPG8 avant l'hydratation doit être calculée en fonction de la fraction volumique globale de cristaux ( $\phi_c$ ) souhaitée pour la suspension contenant les bulles. Cette fraction à ajouter à la poudre HPG8 est alors convertie en pourcentage massique en considérant une densité de 2.65 pour la labradorite.

Dans un deuxième temps, il faut recalculer chacune des phases sur l'ensemble de la suspension magmatique (bulk) :

(Eq.12)

$$\phi_{bulk} = \phi_g + \phi_m + \phi_{ci}$$

$$\phi_g / \phi_{bulk} = (\phi_g \times 100) / \phi_{bulk}$$

$$\phi_c / \phi_{bulk} = (\phi_{ci} \times 100) / \phi_{bulk}$$

$$\phi_m / \phi_{bulk} = (\phi_m \times 100) / \phi_{bulk}$$

$$\phi_m / \phi_{bulk} = (\phi_m \times 100) / \phi_{bulk}$$

## II. Protocole expérimental

Afin de définir un protocole expérimental fiable et reproductible, des tests ont été nécessaires. Dans un premier temps en autoclave à chauffage interne puis en Presse Paterson pour validation.

### 1. Tests en Autoclave

#### 1.1. Hydratation de HPG8

La quantité d'eau introduite dans le verre silicaté lors de la présynthèse doit être définie de façon à obtenir le pourcentage de bulles voulu par l'équation de [Jaupart et Allègre, 1991](#), comme expliqué précédemment.

Afin de tester la quantité maximale de bulles envisageable, les premières hydrations ont été sursaturées avec  $\approx 10$  pds% d'eau, ce qui donne une pression de solubilité d'environ 4 kbars à 950 °C

(Newman & Lowenstern, 2002). Elles ont dans un premier temps été réalisées sans cristaux, à 950 °C, puis à 750°C et 4 kbars pendant 48 à 72 h (Hyd01, Hyd03, Hyd10 et Hyd11 dans le Tableau 2). La quantité d'eau présente dans le verre après l'hydratation est analysée par analyseur élémentaire FLASH (ISTO ; méthode analytique dans le chapitre 3). Pour les échantillons hydratés à 950 °C (Hyd01, Hyd03 et Hyd11), les teneurs moyennes en eau mesurées sont  $8.26 \pm 0.01$ ,  $7.12 \pm 0.10$  et  $9.54 \pm 0.03$  pds% H<sub>2</sub>O pour 9.6 pds% calculés. Cependant, pour l'Hyd03 les mesures ont été réalisées à la fois sur un bloc ( $8.08 \pm 0.04$  pds%) et sur de la poudre ( $6.41 \pm 0.04$  pds %) mettant en évidence que les analyses sur poudres ne sont potentiellement pas fiables. Pour l'Hyd01 et l'Hyd11, les mesures n'ont été réalisées que sur des blocs. Pour les deux échantillons hydratés à 750 °C (Hyd06 et Hyd07), les teneurs moyennes en eau mesurées sur des blocs sont  $10.53 \pm 0.05$  et  $10.94 \pm 0.16$  pds% H<sub>2</sub>O pour 10.4 pds% calculés par volatilcalc. En conclusion, les valeurs des mesures effectuées sur les échantillons hydratés à 750 °C sont relativement proches de celles du modèle de solubilité, alors que celles des échantillons hydratés à 950 °C montrent une plus grande variabilité. Cependant, nous pensons que ces différences pourraient être imputables à des erreurs de mesures au niveau de l'analyseur et/ou lors de l'introduction de l'eau dans la capsule, plutôt qu'à une véritable perte en eau de l'échantillon au cours de l'hydratation, puisque des hydratations dans des conditions proches ont déjà montré un bon accord entre les teneurs en H<sub>2</sub>O calculées et mesurées (par spectroscopie infrarouge, sur HPG8 hydraté à 3 kbars et 1200 °C ; Gondé et al., 2011).

Afin d'obtenir des pourcentages de bulles plus faibles, une seconde série d'hydratation a été réalisée avec 5.0 pds% (Hyd13, Tableau 2), à une pression de solubilité de 1.7 kbars et 950°C pendant 96 heures. L'analyse par analyseur élémentaire indique une teneur en eau en mesurées de  $7.26 \pm 0.008$  pds%, ce qui est supérieur à la teneur en eau introduite, confirmant nos doutes sur la fiabilité des analyses FLASH.

### 1.2. Résistance des cristaux

Comme indiqué dans le paragraphe 1.3, le choix de la nature des cristaux a fait l'objet de nombreux tests. Les premiers tests d'hydratation (Hyd05, Hyd06 et Hyd07 ; Tableau 2) et de dégazage (Cp2, Cp3 et Cp4 ; Tableau 3) avec les cristaux de Feldspaths du Puy de Dôme, ont permis de mettre en évidence que ces derniers ne résistaient ni aux conditions d'hydratation (4 kbars et 950°/750°C ; Figure 13), ni aux conditions de dégazage (1 kbars et 750°C ; Figure 14), en se dissolvant dans le liquide silicaté hydraté (§1.3). Nous avons donc par la suite utilisé des cristaux de feldspaths plus riches en calcium de type labradorite (§1.3). Le premier test de résistance de ces cristaux lors de la phase d'hydratation (Hyd08) à 4 kbars, 750°C, pendant 24h a permis de mettre en évidence une certaine résistance aux conditions expérimentale d'hydratation (21 vol% de cristaux initiaux contre 16 vol% après expérience ;

Tableau 2). Un deuxième test a ensuite été réalisé lors d'une hydratation à 4 kbars, 850°C pendant 10h, suivi immédiatement d'un dégazage (Cp12) à 500 bars pendant 1h, montrant une disparition des cristaux. Un troisième test uniquement de dégazage a alors été réalisé (Cp8px) à 500 bars, 850°C pendant 1h, à partir de l'hydratation Hyd06 à laquelle nous avons mélangé mécaniquement 21% de cristaux de labradorite. Ce test met ainsi en évidence une résistance des cristaux avec une teneur final de cristaux de 17 vol% (Tableau 3). L'ensemble de ces différents tests met donc en évidence que les cristaux de labradorites se dissolvent totalement à 850°C pendant 10h, partiellement à 850°C pendant 1h, mais résistent à 750°C pendant 24h. Ne pouvant pas résister plus de 1h à 850°C, ces cristaux ne peuvent donc pas être ajoutés directement à l'étape d'hydratation du liquide silicaté.

échantillons	Ti (°C)	$\tau$ (heure)	% H2O initiale		% cristaux initial	% cristaux final
			Sw (pds %) à Pi (volatilcalc)	H2Om (pds %) mesuré (FLASH)		
Hyd01	950	48	9,6	8,26+/-0.01 (n=9)	0	0
Hyd03	950	72	9,6	7.12 +/- 0.10(n=7)	0	0
Hyd05	950	72	9,6	—	25	0
Hyd06	750	67	10,4	10,53 +/-0.05(n=9)	21	0
Hyd07	750	10	10,4	10,94+/-0.16(n=9)	21	0
Hyd08	750	24	10,4	—	21	16
Hyd10	950	67	9,6	—	0	0
Hyd11	950	64	9,6	9.54 +/- 0.03 (n=9)	0	0
Hyd13*	950	96	5.03	7.26 +/- 0.008 (n=3)	0	0

Tableau 2 : Présynthèses tests d'HPG8 à des pressions initiales (Pi) de 4 kbars et 1.7 kbars(\*)

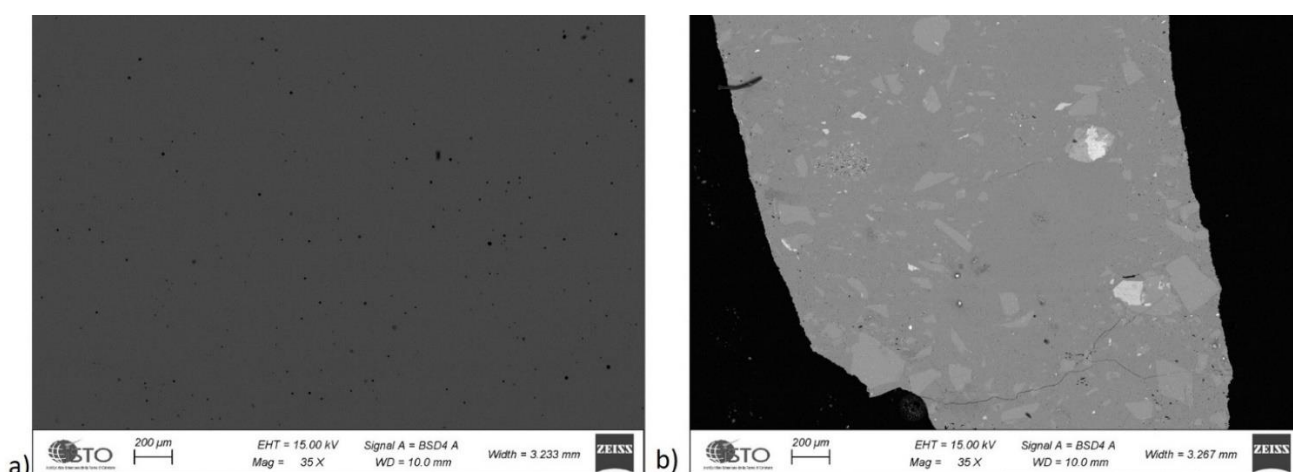


Figure 13 Tests de résistance des cristaux de feldspath : a) Dissolution totale des cristaux de Feldspaths du Puy de Dôme à 4 kbars et 950°C pour Hyd05 et b) résistance des cristaux de labradorite à 750°C pour Hyd08



### 1.3. Phase de Bullage

La phase de bullage est une étape primordiale du protocole expérimental. Il faut réussir à trouver les conditions propices au déclenchement de la nucléation des bulles. En effet dans les liquides rhyolitiques, les surpressions nécessaires au déclenchement de la nucléation ( $\Delta P_{\text{Nucl}} = P \text{ d'hydratation} - P \text{ finale}$ ) peuvent être telles ( $> 2 \text{ kbars}$ ) que la nucléation ne se produit pas lors de la décompression (Mourtada-Bonnefoi et Laporte, 1999). Plusieurs tests ont été réalisés (Tableau 3.A) et les résultats sont présentés dans le Tableau 3.B.

#### 1.3.1. Bullage à pression constante

Les verres préhydratés sont placés dans des conditions de pressions inférieures à celles correspondant à l'hydratation, avec l'hypothèse que le  $\Delta P_{\text{Nucl}}$  imposé soit suffisant pour déclencher la nucléation. Différentes formes de produits de départ ont été testés : bloc hydraté, poudre hydratée, ou poudre hydratée mélangée aux cristaux. Les deux premiers permettent de tester la configuration bloc versus poudre qui favorisera au mieux la nucléation, et la poudre+cristaux permet de tester la résistance des cristaux au cours du bullage à des pressions  $< 1000 \text{ bars}$  (teneurs en H<sub>2</sub>O  $< 4 \text{ pds\%}$ ).

$$P_{\text{final}}=1000 \text{ bars}, \Delta P_{\text{Nucl}}=3000 \text{ bars}, 750^{\circ}\text{C}$$

Quatre échantillons en poudre (Cp1, Cp2, Cp3 et Cp4) contenant respectivement 0, 21 et 34 vol% de cristaux et 6.4 pds% d'H<sub>2</sub>O ont été placés à 1000 bars et 750°C pendant 1h pour les trois premiers et 20h pour le quatrième (Figure 14). Les pourcentages de bulles mesurés sur le liquide silicaté sont inférieurs à ceux calculés en particulier pour les échantillons Cp2 et Cp3, qui contiennent respectivement 2 et 8% de bulle contre un pourcentage de 17% calculé avec l'équation de Jaupart et Allègre, 1991. Les échantillons Cp1 et Cp4 ont un pourcentage de bulles de 11-12% ce qui reste néanmoins inférieur au pourcentage calculé. Cet écart pourrait être expliqué, soit par une perte significative d'eau pendant l'expérience par diffusion de l'eau hors des grains avant l'évènement de nucléation, soit par une surpression trop faible pour déclencher la nucléation. Afin de vérifier cette dernière hypothèse nous avons donc fait des tests à plus basse pression finale et plus forte température.

$$P_{\text{final}}=500 \text{ bars}, \Delta P_{\text{Nucl}}=3500 \text{ bars}, 850^{\circ}\text{C}$$

Deux échantillons hydratés à 10.5 pds% d'H<sub>2</sub>O, l'un en bloc (Cp8b) et l'autre en poudre (Cp8px), contenant respectivement 0 et 21 vol% de cristaux, ont été placés à 500 bars et 850°C pendant 1h (Figure 15). Pour les deux échantillons, le pourcentage de bulles mesuré est de 6-7 %. Il est largement inférieur à celui calculé qui est de 64%. Cet écart est encore plus important que celui observé pour les



échantillons précédant. Ainsi, il ne peut pas résulter uniquement de la perte d'eau liée à la taille des grains de poudre puisque on obtient le même pourcentage de bulles pour l'échantillon en bloc.

Ces résultats montrent donc que lorsque l'on place le matériel de départ (HPG8 hydraté avec ou sans cristaux) directement à une pression finale constante, représentant un  $\Delta P_{\text{Nucl}}$  jusqu'à 3500 bars, l'évènement de nucléation ne se produit pas. Le déclenchement de la nucléation nécessite donc une énergie d'activation plus importante.

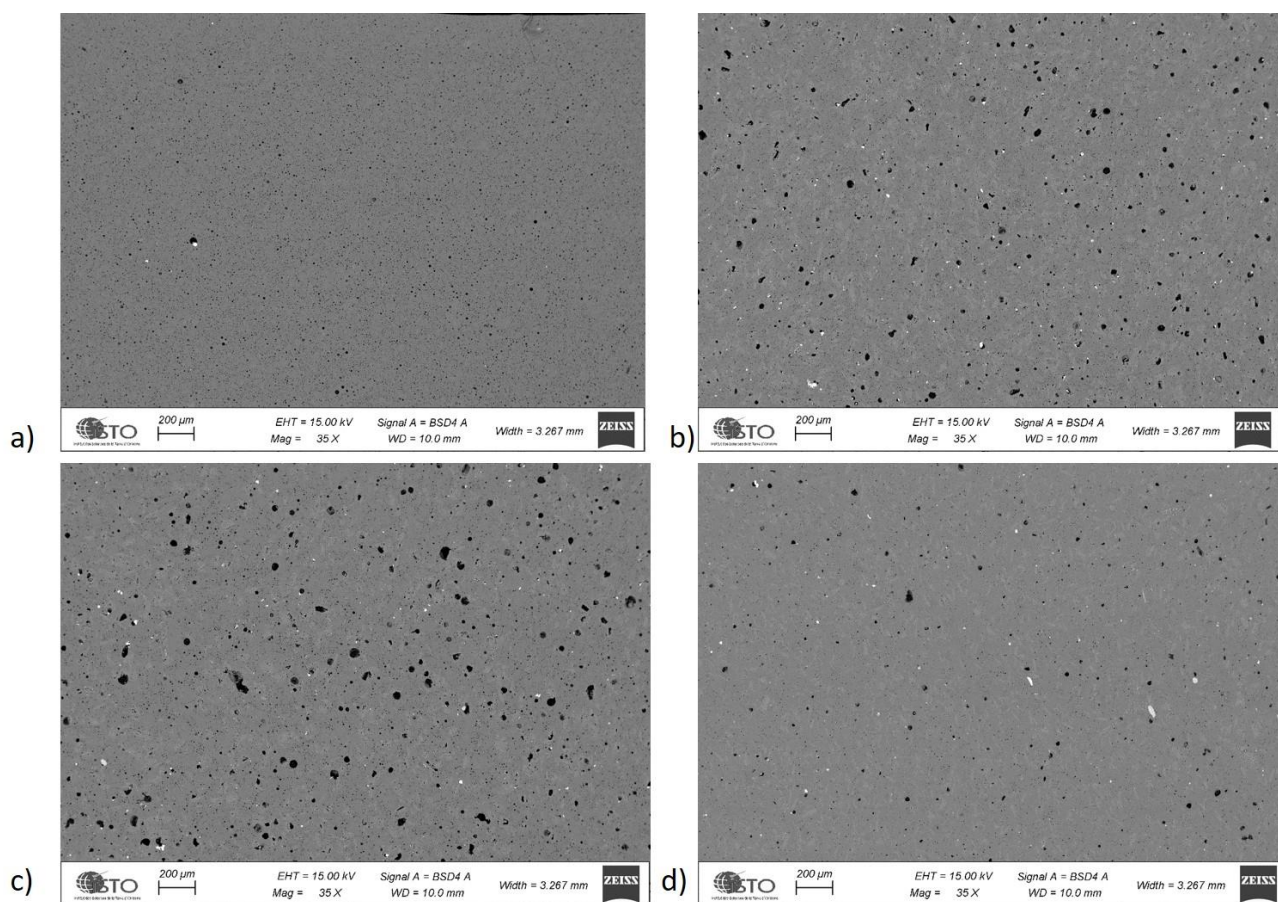


Figure 14 : Tests en Autoclave à 1000 bars et 750°C avec a) Cp1 (sans cristaux), b) Cp2 (21% de cristaux), c) Cp3 et d) Cp4 (34 % de cristaux)

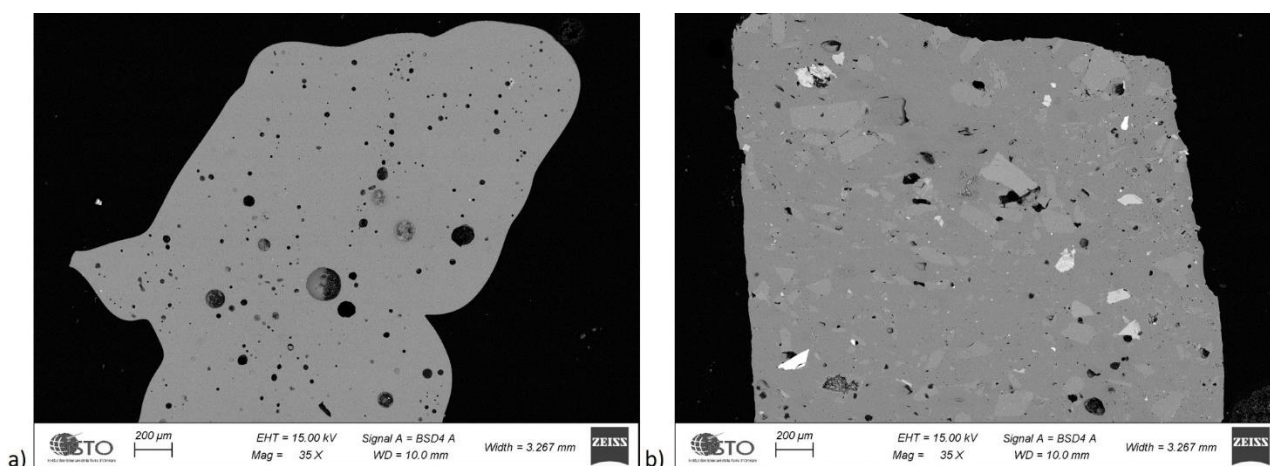


Figure 15 : Tests en Autoclave à 500 bars et 850°C avec a) Cp8b en bloc (sans cristaux) et b) Cp8px en poudre (21% de cristaux)

### 1.3.2. Bullage par décompression ( $\Delta P$ )

Pour tenter de déclencher la nucléation des bulles, nous avons réalisé des tests de bullage par décompression dynamique depuis la pression d'hydratation jusqu'à des pressions finales  $\leq 1000$  bars, selon deux types d'expériences : une série combinant l'hydratation et le bullage par décompression dans la même expérience et une série de bullage par décompression d'un liquide pré-hydraté.

#### $\alpha$ . Hydratation et bullage en 1 expérience :

Afin d'éviter la perte d'eau pendant l'expérience, des tests d'hydratation suivis immédiatement d'une décompression d'environ 12-17 minutes ont été réalisés.

$$P_{final}=1000 \text{ bars}, \Delta P_{Nucl}=3000 \text{ bars}, 750^\circ\text{C}$$

L'échantillon Cp10 (Figure 16a), constitué d'HPG8 anhydre en poudre et de 7.4 pds% d'H<sub>2</sub>O (soit une pression de solubilité de 2600 bars) est placé à 4000 bars et 950°C pendant 72 h pour hydratation, puis décomprimé à 1000 bars et 750°C, et maintenu dans ces conditions pendant 1h. Le pourcentage de bulles obtenu est de 20%, ce qui est légèrement supérieur au pourcentage calculé de 17%. Ainsi, il semble qu'une décompression dynamique suivant l'hydratation soit favorable à la nucléation.

Dans un deuxième temps, cet échantillon a été remis dans les mêmes conditions de dégazage, soit 1000 bars et 750°C, afin de voir si un produit trempé contenant des bulles les conservait par remise en pression et température. Ce test, correspondant à l'échantillon Cp7, a été réalisé dans la perspective d'une hydratation et d'un dégazage en autoclave, suivi d'une trempe et d'une remise en pression et température en presse Paterson pour déformation. Cependant, ce test a mis en évidence que lorsque l'échantillon est remis dans les conditions de dégazage, il perd une partie de ses bulles : on passe de 20% après le dégazage, à 8% après la remise sous pression et en température pendant 1 heure. De

plus, pour passer de l'autoclave à la presse Paterson, l'échantillon devrait être foré, ce qui est assez compliqué car l'échantillon vitreux avec des bulles est très fragile.

$$P_{final}=500 \text{ bars}, \Delta P_{Nucl}=3500 \text{ bars}, 850^{\circ}\text{C}$$

L'échantillon Cp12 (Figure 16b) composé d'HPG8 anhydre en poudre et de 21% de cristaux est placé à 4000 bars et 850°C pour une hydratation à 10.4 pds% H<sub>2</sub>O pendant 10h, puis décomprimé à 500 bars et 850°C, suivi d'un palier de 1h. Le pourcentage de bulles mesuré est beaucoup plus important, environ 40% contre 61% calculé. Ce test met donc en évidence que lorsque l'on augmente le  $\Delta P_{Nucl}$  on obtient plus de bulles. Cependant, le pourcentage mesuré reste inférieur à celui calculé ce qui veut dire que même lorsque l'hydratation est directement suivie du dégazage il peut y avoir soit une perte d'eau soit une nucléation incomplète. Ce test met également en évidence que les cristaux n'ont pas résisté aux conditions expérimentales, confirmant leur dissolution dans les liquides très riches en H<sub>2</sub>O (> 7 pds%).

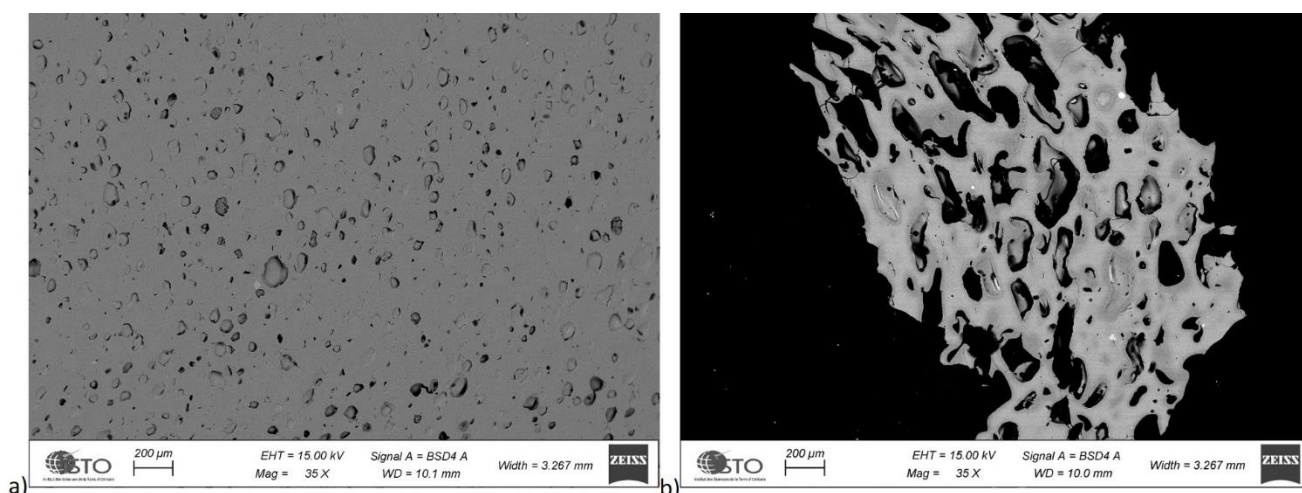


Figure 16 : Tests en Autoclave d'hydratation et de bullage en 1 expérience avec  $\Delta P_{Nucl}$  de a) 3000 bars à 750°C pour Cp10 et de b) 3500 bars à 850°C pour Cp12

Ces deux tests montrent qu'un fort  $\Delta P_{Nucl}$  permet d'obtenir un pourcentage de bulle significatif. Néanmoins, l'hydratation et le dégazage réalisés dans une seule expérience ne permet pas systématiquement la nucléation. De plus, de façon pratique pour la suite de nos expériences, la combinaison de ces deux étapes en une seule expérience est impossible car les cristaux ne résistent pas aux conditions d'hydratation et lorsque l'échantillon est remis dans les conditions de dégazage une partie des bulles disparaissent. Ainsi ces deux étapes doivent être réalisées séparément.

#### *β. Hydratation et bullage en 2 expériences :*

Des pré-hydratations de HPG8 (sans cristaux) ont donc été effectuées dans l'autoclave, permettant d'utiliser des blocs pré-hydratés ou des poudres pré-hydratées pour les expériences de bullage.

Prenant en compte les résultats des tests précédents, à savoir la nécessité d'un fort  $\Delta P_{Nucl}$  et une cohabitation des cristaux avec des liquides pauvres en H<sub>2</sub>O, nous avons réalisé les tests suivants.

*$P_{final}=1000$  bars,  $\Delta P_{Nucl}=3000$  bars et  $750^{\circ}C$*

Deux échantillons de Cp5, un bloc et une poudre (Figure 17a et b) préhydratés à 10.4 pds% H<sub>2</sub>O à 4000 bars et 750°C, sans cristaux, ont été placés dans l'autoclave à 2800 bars (simulant la pression maximale de 3000 bars autorisée dans la presse Paterson) et 750°C pendant 30 min, puis décomprimés à 1000 bars en 4 min, soit un  $\Delta P_{Nucl}$  de 1800 bars, suivi d'un palier de 1h. Les pourcentages de bulles mesurés pour l'échantillon en bloc et en poudre restent inférieurs à celui calculé puisque l'on obtient environ 8% de bulles contre 37% calculé. Les résultats obtenus sont toujours très inférieurs à ceux calculés. Ainsi, un autre test est réalisé en augmentant le  $\Delta P_{Nucl}$ .

*$P_{final}=500$  bars,  $\Delta P_{Nucl}=3500$  bars et  $850^{\circ}C$*

Les échantillons de Cp6 (Figure 17c et d) (même produit de départ que Cp5) ont été placés à 3000 bars et 850°C pendant 30 min, puis décomprimés à 500 bars en 30 min, soit  $\Delta P_{Nucl}$  de 3000 bars, suivi d'un palier de 1h. Le pourcentage mesuré est de 13% pour le bloc et de 28% pour la poudre. Ces valeurs sont plus importantes que celles du test précédent mais restent inférieures à celle calculée de 62%. Cela met donc en évidence qu'un  $\Delta P_{Nucl}$  d'au moins 3000 bars est nécessaire mais que cela ne permet pas d'obtenir le volume de bulles attendu.



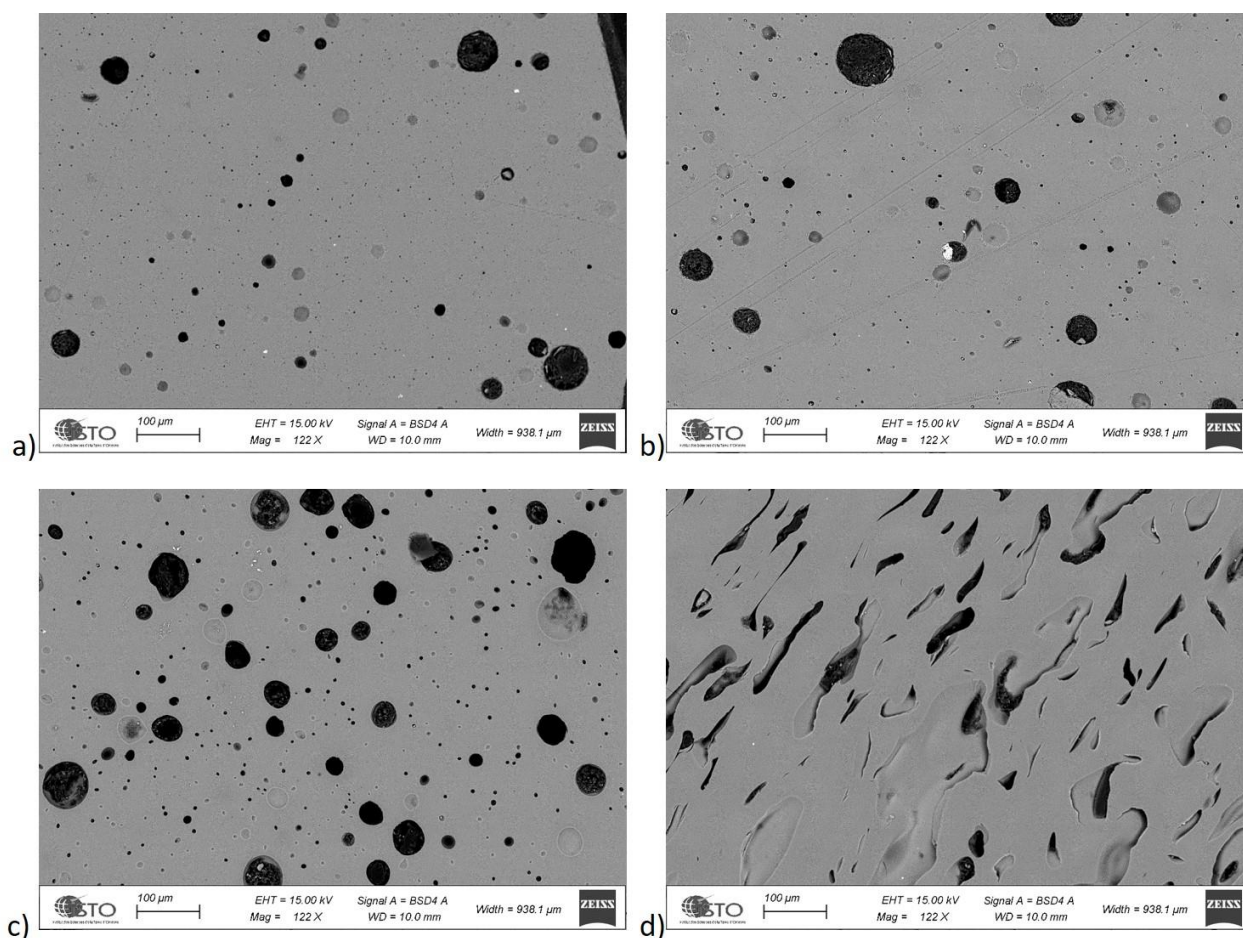


Figure 17 : Tests en Autoclave d'hydratation et de bullage en 2 expériences avec  $\Delta P_{Nucl}$  de 3000 bars à 750°C pour a) Cp5b et de b) Cp5p et de 3500 bars à 850°C pour c) Cp6b et d) Cp6p

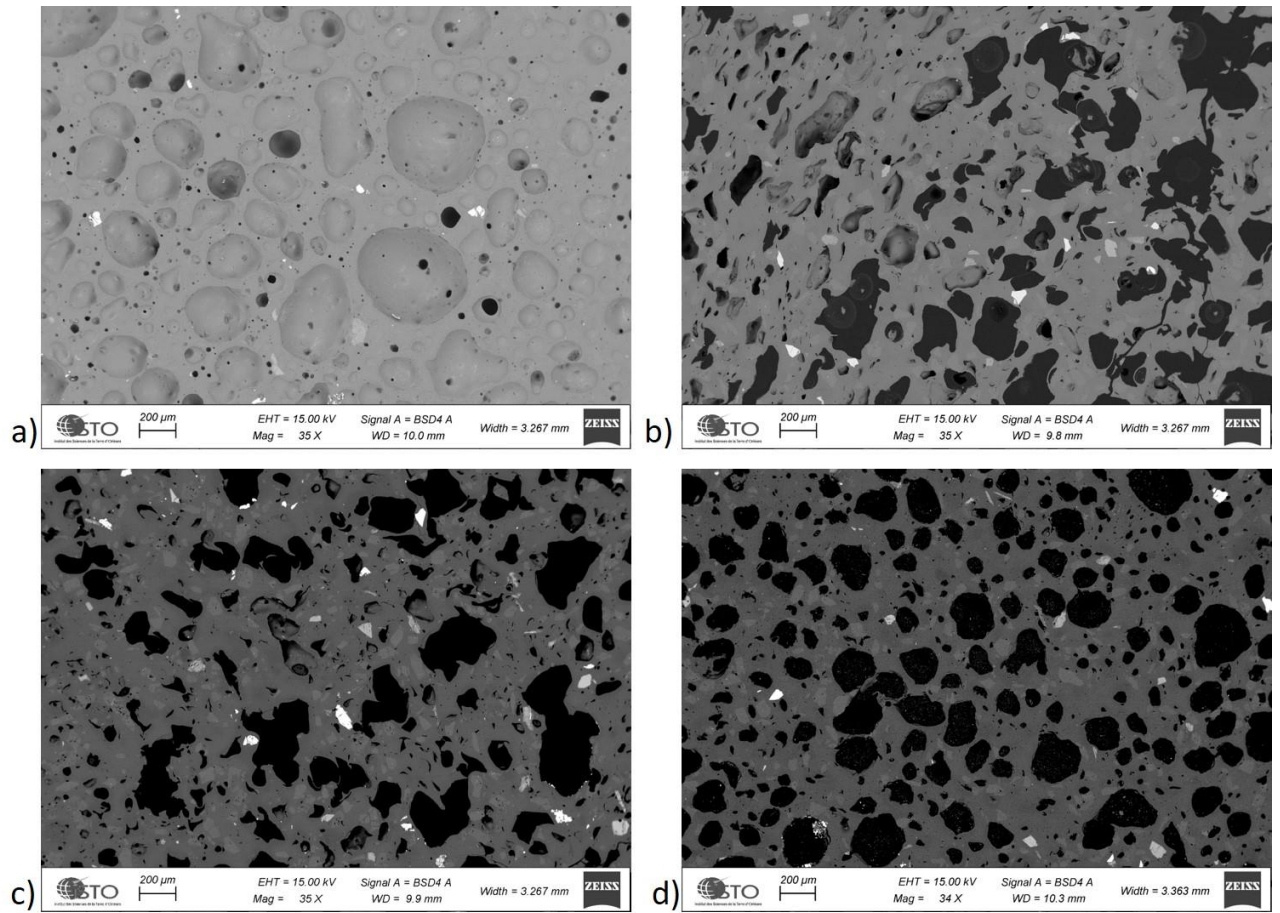
## 2. Test en Presse Paterson

Les tests de dégazage effectués en autoclave n'étant pas complètement satisfaisants, il a été décidé de tester directement le bullage en Presse Paterson (Figure 18). Les conditions du montage de l'échantillon (notamment en capsule 'ouverte') et les vitesses de décompression y sont légèrement différentes. Les conditions expérimentales et les résultats de ces tests sont présentés dans les Tableaux 3.A et 3.B

Un échantillon de poudre de HPG8 préhydraté à 10.4 pds% H<sub>2</sub>O et contenant 21% de cristaux ajoutés mécaniquement à la poudre, a été placé dans la presse Paterson (méthodologie décrite ci-dessous) à 3000 bars et 850°C pendant environ 15 min, puis décomprimé en 15-20 minutes jusqu'à 500 bars, suivi d'un palier de 45 min pour permettre le bullage. Dans la continuité de ce protocole, et pour des raisons abordées plus tard de viscosité de l'échantillon (§ IV.), la température a été diminuée à 750°C (refroidissement nécessitant 10 minutes), puis un palier de 15 min a été observé pour équilibrer l'échantillon à cette température.

Ce premier test (Pp1) est un échec car l'échantillon a perdu son eau et s'est extrudé pendant l'expérience, inhibant l'évènement de nucléation. Afin de palier à ce problème d'extrusion de l'échantillon, trois tests (Pp2, Pp3 et Pp4) ont été réalisés selon le même protocole mais avec une bague de cuivre autour de l'échantillon afin de renforcer l'étanchéité de la colonne (cette bague a été modifiée entre les trois expériences). Les résultats montrent que de nombreuses bulles ont nucléé, selon des pourcentages de 50% (Pp2), 40 % (Pp3) et 43 % (Pp4). Malgré les modifications de la bague en cuivre, une extrusion de matériel se produit toujours. Un dernier test a donc été réalisé (Pp5), en utilisant une capsule de cuivre fermée autour de l'échantillon. Ce dernier test a ainsi permis d'obtenir un pourcentage de bulles d'environ 30 % sans extrusion de matériel. En conclusion, les tests de bullage réalisés en presse Paterson sont satisfaisants en termes de nucléation des bulles, avec des pourcentages obtenus en accord avec les vésicularités calculées. Le test Pp5 constitue ainsi le premier échantillon de la série à 21% de cristaux non déformé.

Afin de voir si ces bulles évoluent 'en statique' (sans déformation) sur une durée de plusieurs heures (comparable aux durées maximales des expériences en déformation), les trois tests (Pp3, Pp4 et Pp5) ont été réalisés avec un palier final, correspondant au temps de la déformation, de 4h au lieu de 15 min (Pp1 et Pp2). Malgré une extrusion partielle de matériel (expériences réalisées avec une bague en cuivre), le pourcentage final de bulles est d'environ 30-40%, soit 10 à 20% inférieur à celui des expériences avec un palier final de 15 min (50% de bulles dans Pp2). Ceci peut s'expliquer par une coalescence des bulles puis un dégazage avec le temps (Martel et Iacono-Marziano, 2015).



**Figure 18 :** Tests réalisés en Presse Paterson avec 21% de cristaux, décomprimé de 3000 à 500 bars à 850°C avec un palier de 45 min puis refroidit à 750° pendant 15 min pour l'échantillon a) Pp2 et pendant 4h pour les échantillons b) Pp3 ; c) Pp4 et d) Pp5.

**A)**

numéro de manip	Echantillon de départ		pré-décompression			Décompression à Ti		Post-décompression à Pe		Pré-déformation à Pe		
	Pré-synthèse	H2O initial (FLASH) pds%	Pt (bars)	Ti (°C)	ti (min)	% cristaux initial	Pe (bars)	τ décompression (min)	Te (°C)	te (min)	Tdef (°C)	τ pré-déformation (min)
Cp1	Hyd03	6,41	1000	750	60	0	0					
Cp2	Hyd03	6,41	1000	750	60	0	0					
Cp3	Hyd03	6,41	1000	750	60	34	0					
Cp4	Hyd03	6,41	1000	750	1260	34	0					
Cp10 (Hyd04)*	HPG8 + H2O	7,4	4000	950	4320	0	1000	12	750	60	60	
Cp5b	Hyd06	10,53	2800	750	30	30	0	1000	4	750	60	
Cp5p	Hyd06	10,53	2800	750	30	30	0	1000	4	750	60	
Cp6b	Hyd06	10,53	3000	850	30	0	500	30	850	60	60	
Cp6p	Hyd06	10,53	3000	850	30	0	500	30	850	60	60	
Cp8b	Hyd06	10,53	500	850	60	60	0					
Cp8px	Hyd06	10,53	500	850	60	60	21					
Cp7			1000	750	60	60	0					
Cp12 (Hyd09v2)*	HPG8 +H2O	10,04**	4000	850	600	21	500	17	850	60	60	
Cp12 (Hyd09v3)*	HPG8 +H2O	10,04**	4000	850	600	21	500	17	850	60	60	
Pp1	Hyd11	9,61**	3000	850	15	15	21	500	14	850	45	750
Pp2	Hyd11	9,61**	3000	850	15	15	21	500	15	850	45	750
Pp3	Hyd11	9,61**	3000	850	15	15	21	500	18	850	45	750
Pp4	Hyd11	9,61**	3000	850	15	15	21	500	14	850	45	750
Cp9	ORL71	4,03	3000	850	15	15	0	500	17:50:05	850	45	750

**B)**

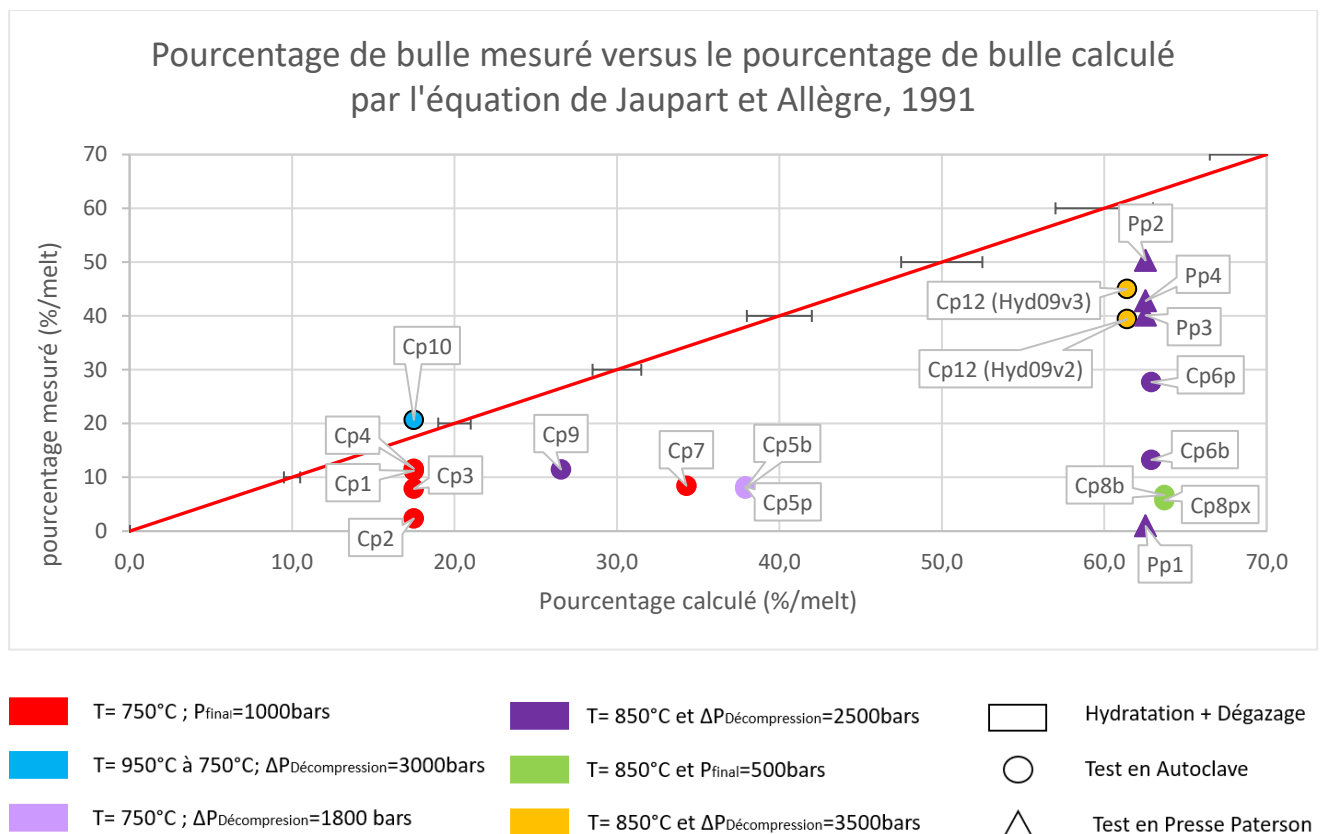
numéro de manip	Résultats											
	Résultats calculés en % (avec SW% volatils calc)						Résultats mesurés en %					
	φg melt % (aupart at allégre)	φc bulk %	φc bulk %	φm bulk %	φg bulk %	H2O final pds% (voltilcalc)	φg melt %	φc bulk %	φc bulk %	φm bulk %	φg bulk %	H2O final pds% (microsonde)
Cp1	17,5	0	0,0	82,5	17,5	4,2	11,2	0	0	88,8	11,2	4,7
Cp2	17,5	21	17,4	68,2	14,5	4,2	2,36	15,71	15,4	82,6	2	3,6
Cp3	17,5	34	25,4	61,6	13,1	4,2	7,87	16,88	15,76	77,61	6,63	4,2
Cp4	17,5	34	25,4	61,6	13,1	4,2	11,6	17,18	15,5	74,7	9,8	4,9
Cp10 (Hyd04)*	17,5	0	0,0	82,5	17,5	4,2	20,68	0	0	79,32	20,68	
Cp5b	37,9	0	0,0	62,1	37,9	4,2	7,91	0	0	92,09	7,91	3,3
Cp5p	37,9	0	0,0	62,1	37,9	4,2	8,32	0	0	91,68	8,32	5,5
Cp6b	62,9	0	0,0	37,0	62,9	2,6	13,26	0	0	86,74	13,26	2,4
Cp6p	62,9	0	0,0	37,0	62,9	2,6	27,7	0	0	72,3	27,7	6
Cp8b	63,7	0	0,0	36,2	63,7	2,6	6,7	0	0	93,3	6,7	1,7
Cp8px	63,7	21	17,4	29,9	52,6	2,6	5,72	18,13	17,27	78	4,73	3,6
Cp7	34,3	0	0,0	65,7	34,3	4,2	8,44	0	0	91,56	8,44	
Cp12 (Hyd09v2)*	61,4	21	17,4	31,9	50,7	2,6	39,4	0	0	60,6	39,4	
Cp12 (Hyd09v3)*	61,4	21	17,4	31,9	50,7	2,6	44,99	0,54	0,3	54,84	44,86	
Pp1	62,6	21	17,4	30,9	51,7	2,8	0,96	15,02	14,9	84,28	0,84	
Pp2	62,6	21	17,4	30,9	51,7	2,8	50,31	5,5	3,59	47,91	48,51	
Pp3	62,6	21	17,4	30,9	51,7	2,8	40,13	10,79	8,01	55,07	36,92	
Pp4	62,6	21	17,4	30,9	51,7	2,8	42,8	7,1	6,59	53,14	40,27	
Cp9	26,6	0	0,0	73,4	26,6	2,8	11,45	0	0	88,55	11,45	

**Tableau 3 :** Synthèses A) des conditions expérimentales et B) des résultats des tests de dégazage réalisés à partir de la poudre ou d'un bloc d'HPG8, soit préalablement hydraté, soit hydraté et dégazé au cours de la même expérience \*. Le symbole \*\* correspond au pourcentage (pds%) d'eau final calculé par le modèle de solubilité de Newman et Lowenstern, 2002.



### 3. Synthèse des résultats des tests

Les résultats obtenus au cours de ces différents tests mettent en évidence que l'évènement de nucléation est difficile à déclencher dans l'HPG8. Les pourcentages de bulles obtenus sont pour la plupart inférieurs aux pourcentages de bulles calculés par l'équation de [Jaupart et Allègre, 1991](#) pour les conditions de pression et température des expériences ([Figure 19](#)). Parmi les tests réalisés en autoclave classique, la majorité des pourcentages de bulles obtenus ne dépassent pas 20-30% alors que 50% sont théoriquement attendus. Au contraire, les échantillons nucléés en presse Paterson (à 500 bars) montrent des % de bulles de l'ordre de 30 à 50%, plus en accord avec les teneurs attendus. Les raisons pour lesquelles nos échantillons n'ont pas atteint les volumes de bulles escomptés dans les autoclaves restent encore obscures, surtout que des études précédentes ont été menées avec succès dans des autoclaves ([Martel and Iacono-Marziano, 2015](#)).



**Figure 19** : Evolution des pourcentages de bulle mesurés par rapport aux pourcentages de bulles calculés avec l'équation de [Jaupart et Allègre, 1991](#) pour l'ensemble des tests expérimentaux.

### 3.1. Déterminer les conditions expérimentales nécessaire à la nucléation des bulles

Afin de comprendre ce qui a pu empêcher cette nucléation, nous avons mesuré la quantité d'eau finale dans le verre à la microsonde et nous l'avons comparée à celle théoriquement attendue par le modèle de solubilité (volatilcalc) établi par Newman et Lowenstern, 2002. De façon générale on constate une grande variabilité de la quantité d'eau finale mesurée dans le verre (Figure 20). Afin de comprendre les paramètres pouvant influencer la capacité de l'eau à sortir du liquide silicaté et à nucléer, nous avons comparé les résultats obtenus entre eux.

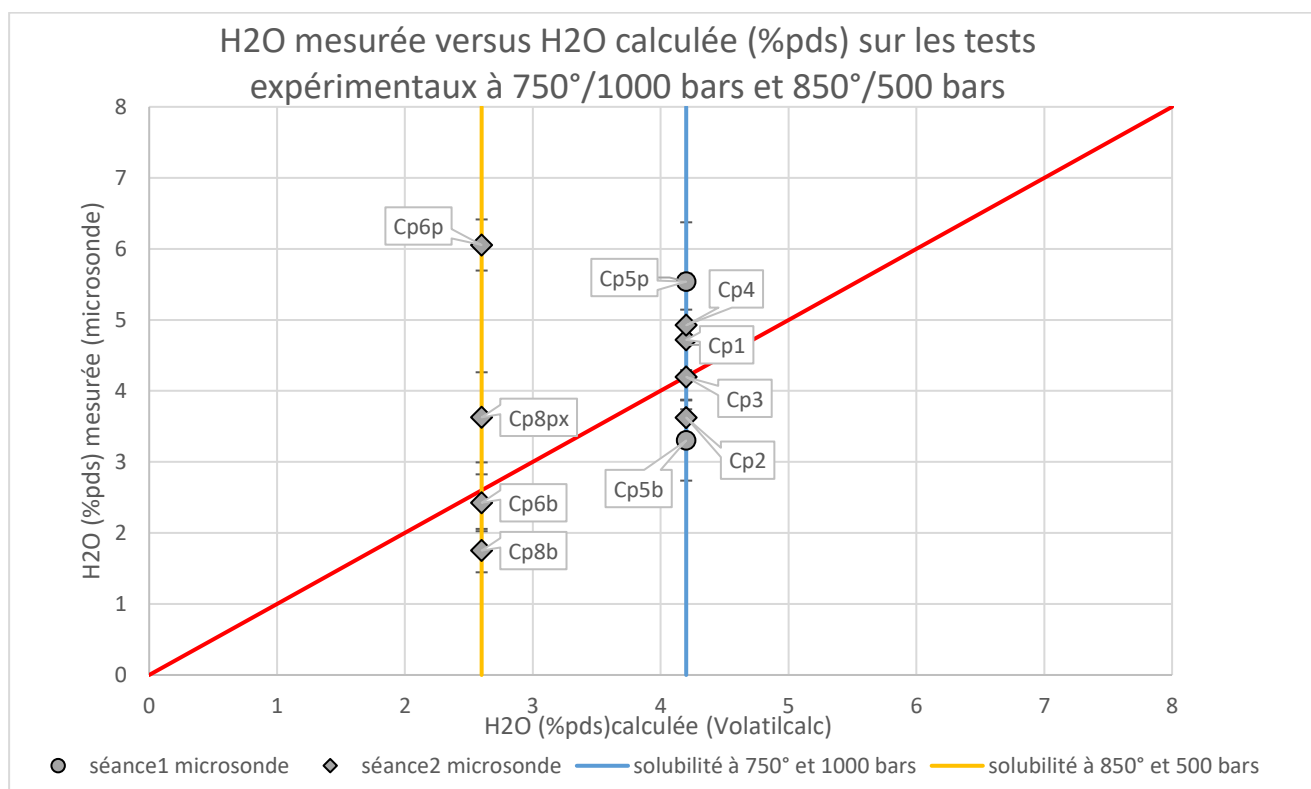


Figure 20 : Evolution des teneurs en eau finales mesurées par rapport aux teneurs en eau finales calculées par le modèle de solubilité volatilcalc (Newman et Lowenstern, 2002) pour les tests expérimentaux réalisés à 750°/1000 bars et 850°/500 bars.

Numéro manip	H2O finale mesurée (%pds)	% bulles mesuré (%/melt)	% bulles calculé (%/melt) avec H2O finale mesurée
Cp1 *	4,719149344	11,2	11,95
Cp2 *	3,625153342	2,36	28,27
Cp3 *	4,196353104	7,87	17,56
Cp4 *	4,924269202	11,6	10,03
Cp5b *	3.301259342	8,32	23,6
Cp5p *	5.538472058	7,91	55,45
Cp6b	2,424655536	13,26	76,73
Cp6p	6,054422334	27,7	19,9
Cp8b	1,75141392	6,7	84,27
Cp8px	3,627847332	5,72	45,74

*Tableau 4 : Tableau montrant les pourcentages de bulles mesurés et les pourcentages de bulles calculés avec les teneurs en eau finales mesurées à la microsonde pour les tests réalisés à 750°/1000 bars\* et 850°/500 bars.*

### 3.1.1. Influence de la teneur en cristaux et du temps de dégazage sur la nucléation

Les tests Cp1, Cp2 et Cp3 ont été réalisés avec la même hydratation (Hyd03) et dans les mêmes conditions expérimentales (P=1000 bars, 750°C pendant 1h (Tableau 3.A)). Seule la quantité de cristaux varie de 0, 21 et 34% respectivement pour Cp1, Cp2 et Cp3. Les teneurs en eau finales mesurées pour les trois échantillons sont relativement proches de la valeur calculée par le modèle de solubilité (Figure 20). Cependant, on observe un écart de 26% et 9% entre les pourcentages de bulles mesurés et ceux calculés avec les teneurs en eau résiduelles mesurées pour les échantillons Cp2 et Cp3 (Tableau 4). Cette différence indique que toute l'eau qui est sorti du liquide silicaté n'est pas uniquement sorti sous forme de bulle. Contrairement à Cp1 dont le pourcentage de bulle mesuré est égale à celui calculé. Le seul paramètre variant entre ces 3 échantillons est la teneur en cristaux.

Afin de mettre en évidence l'influence des cristaux sur la nucléation, nous avons comparé Cp3 (dont les résultats sont présentés ci-dessus) et Cp4, réalisés dans les mêmes conditions et contenant 34% de cristaux (Figure 14c et d)). Le temps de dégazage diffère : il est de 1h pour Cp3 et de 21h pour Cp4. La quantité d'eau finale mesurée pour ces 2 tests reste très proche de la quantité d'eau finale calculée (Figure 20), comme précédemment. Le pourcentage de bulle mesuré pour Cp4 est relativement proche (12%) de celui calculé (10%) pour la teneur en eau résiduelle mesurée (Tableau 4). Pour Cp3, cette différence est inférieure à 10% ce qui peut être considéré comme peu significatif. Ainsi, la présence de cristaux a relativement peu d'influence sur la nucléation. Le seul paramètre variant entre ces deux échantillons est le temps de dégazage. Le pourcentage de bulle mesuré pour Cp4 (temps de dégazage de 21h) est plus important que celui de Cp3 (temps de dégazage de 1h). Cependant, en prenant en compte une erreur de calcul de  $\pm 5\%$ , cette écart ( $\pm 4\%$ ) peut être considéré comme peu significatif.

Cette analyse met donc en évidence qu'un palier de 1h peut être suffisant pour obtenir un dégazage (formation des bulles) à l'équilibre.

### 3.1.2. Influence de la forme du produit de départ sur la nucléation

Nous avons ensuite analysé les échantillons Cp5b et Cp5p (Figure 17a et b) réalisés à partir d'un verre hydraté à 10.5%, sans cristaux et décomprimé de 2800 à 1000 bars à 750°C puis dégazé pendant 1h (Tableau 3.A). Ces 2 échantillons diffèrent par la forme du produit de départ : bloc versus poudre. Les résultats montrent que pour l'échantillon en bloc la quantité d'eau finale mesurée est proche de celle calculée, alors que pour l'échantillon en poudre la quantité finale mesurée est supérieure à celle calculée, ce qui signifie qu'il reste de l'eau dans le verre (Figure 20). Les pourcentages de bulles mesurés pour les 2 échantillons sont très inférieurs aux pourcentages de bulles calculés (Tableau 4). En effet, on mesure 8% de bulle pour Cp5b et Cp5p contre respectivement 24% et 55% calculé. Cet écart peut être lié à la quantité d'eau finale mesurée. En effet, Cp5b contient beaucoup moins d'eau résiduelle que Cp5p, témoignant d'une perte plus importante d'eau du verre. Malgré des teneurs résiduelles différentes, on obtient à peu près le même pourcentage de bulles mesuré. Ainsi, pour l'échantillon en bloc (Cp5b) toute l'eau n'est pas uniquement sortie du verre sous forme de bulle. Cette eau a pu sortir par diffusion vers l'extérieur de l'échantillon. L'analyse de ces 2 échantillons met en évidence l'importance de la forme du produit de départ. En effet, la poudre semble retenir une partie de l'eau contrairement aux blocs. Cependant, dans les 2 cas la nucléation est difficile, pouvant indiquer des conditions de dégazage insuffisante pour une nucléation complète.

### 3.1.3. Influence des conditions P-T sur la nucléation

Nous avons donc ensuite effectué une analyse sur 2 échantillons en bloc réalisés à partir de la même hydratation (hyd06), sans cristaux et avec un temps de dégazage de 1h. Les seules différences entre ces deux échantillons sont les conditions pression-température (Tableau 3.A) avec une décompression de 1800 bars à 750°C pour Cp5b et de 2500 bars à 850°C pour Cp6b (Figure 17c et d). Les quantités d'eau résiduelle mesurées sont relativement proches de celles calculées (Figure 20), traduisant la perte de toute l'eau attendu du liquide silicaté selon le modèle de solubilité. Cependant, on observe un écart significatif entre les pourcentages de bulles mesurés et ceux calculés de 16% pour Cp5b et de 64% pour Cp6b pour la quantité d'eau résiduelle mesurée (Tableau 4). Ce large écart montre que toute l'eau qui est sortie du liquide silicaté n'est pas sortie uniquement sous forme de bulles. Néanmoins, le pourcentage de bulle obtenu par Cp6b (13%) est légèrement supérieur à celui de Cp5b (8%), pouvant ainsi témoigner de conditions P-T plus favorable à la nucléation.

Pour des raisons pratiques, l'utilisation d'échantillons sous forme de bloc est compliquée, notamment pour faire varier la proportion de cristaux. Nous avons donc réalisé les mêmes analyses que ci-dessus

mais avec des échantillons en poudre (Cp5p et Cp6p) (Tableau 3.A). On observe comme précédemment, des teneurs en eau résiduelle mesurée supérieures à celles calculées (Figure 20), témoignant d'une perte partielle de l'eau par rapport au modèle de solubilité. Néanmoins, le pourcentage de bulles mesuré pour Cp6p est très proche de celui calculé ( $\pm 8\%$ ) pour la teneur en eau résiduelle mesurée (Tableau 4). Ceci met en évidence que toute l'eau qui est sorti du liquide est sorti sous forme de bulles contrairement à Cp5p. Ainsi, une décompression d'au moins 2500 bars à 850°C est nécessaire pour permettre une nucléation dans des échantillons en poudre.

L'ensemble des résultats des tests ci-dessus, nous ont permis de définir le type d'échantillon et les conditions expérimentales en autoclaves nécessaires afin d'obtenir une nucléation de bulle proche de ce qui est attendu. Toutefois, un écart entre les valeurs attendues et mesurées persiste.

### 3.2. Nucléation des bulles en Presse Paterson

En Presse Paterson, les échantillons sont plus volumineux qu'en autoclave « classique » et ont nucléé 30-50% de bulles. Aucune mesure de la teneur en eau résiduelle n'a été réalisée sur ces échantillons, ce qui ne nous permet pas de savoir si toute l'eau est uniquement sortie sous forme de bulle. Les pourcentages de bulles mesurés restent en dessous de ceux calculés à partir des teneurs en eau finale défini par le modèle de solubilité volatilcalc. Ceci peut être expliqué soit par une exsolution de l'eau qui n'a pas atteint l'équilibre (excès d'eau résiduelle dans le liquide silicaté), soit par une perte partielle des bulles, par exemple après coalescence et formation d'un réseau perméable, notamment autour d'un seuil théorique de percolation de 30% (Saar and Manga, 1999 ; Blower, 2001). Il est ainsi probable que nos échantillons marquent ce seuil de percolation autour de 30-50% et que l'excédent de gaz est migré vers l'extérieur de l'échantillon.

Néanmoins, les pourcentages de bulles mesurés sont plus en accord avec ceux attendus par le calcul. Cette nucléation peut également avoir été influencée par l'absence de cristaux et/ou la présence de cristaux résistant mal aux conditions pression-température. En effet, les tests réalisés en autoclave ont été réalisés sur des échantillons contenant soit pas de cristaux, soit des cristaux de feldspaths sodiques (Puy de Dôme) dont les tests de résistance ont mis en évidence leur dissolution au cours des expériences (§ I.3 et II.1.2). A l'inverse, les tests en Presse Paterson ont été réalisés sur des échantillons contenant des cristaux de labradorite beaucoup plus résistants aux conditions expérimentales et dont les analyses ont révélé la présence de quelques cristaux ferromagnésiens jouant peut-être le rôle de sites préférentiel de nucléation.

### 3.3. Résistance des cristaux

Les différents tests (Figure 21) ont permis de définir que les cristaux de plagioclase devaient être suffisamment riches en anorthite et en contact avec un liquide peu riche en eau pour survivre plusieurs heures dans un bain d'HPG8 hydraté à 850°C. En effet, les tests réalisés pendant les hydratations à 4 kbars, 950°C ou 750°C et >6 wt% H<sub>2</sub>O pendant plusieurs heures (48 à 72h) montrent une disparition des cristaux (Tableau 2). Lorsque les cristaux sont introduits avant la phase de décompression (Cp8px ; Figure 13), ils baignent dans un liquide riche en eau (>6 wt%) mais seulement pendant quelques heures (1 à 2h) correspondant au temps de la mise en pression et température, puis la décompression va entraîner une diminution de la teneur en eau dans le liquide permettant aux cristaux de résister.

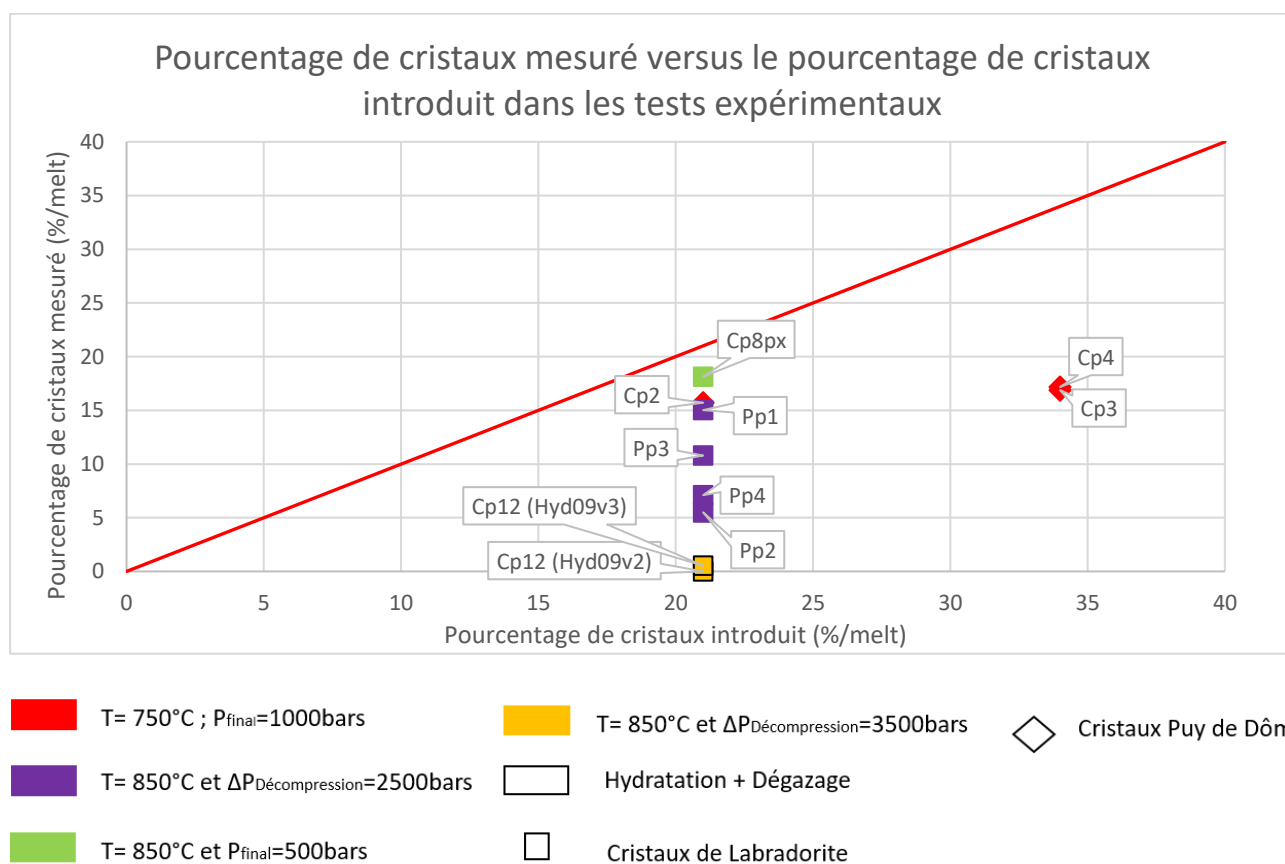


Figure 21 : Evolution des pourcentages de cristaux mesurés par rapport aux pourcentages de cristaux introduits pour l'ensemble des tests expérimentaux.

## III. Synthèses des échantillons pour les expériences de déformation

Ces tests ont permis de définir le protocole expérimental à suivre pour les différentes expériences de déformation d'un liquide contenant des cristaux et des bulles réalisées au cours de cette étude : a) pré-hydratation de HPG8 en autoclave 'classique', b) préparation du produit de départ par mélange de

poudre de verre hydraté et cristaux, c) montage de la colonne-échantillon, c) bullage et déformation de l'échantillon en presse Paterson.

## 1. Hydratation d'HPG8 en Autoclave

### 1.1. Remplissage des capsules

Le verre HPG8 anhydre est dans un premier temps broyé à l'aide d'un mortier en agate, afin d'obtenir une poudre assez fine (de l'ordre de 20  $\mu\text{m}$ ). Environ 10 g de poudre sont introduits dans des capsules en Or de diamètre 20 mm et de hauteur d'environ 30 mm. La quantité d'eau introduite dans la capsule dépend du pourcentage de bulles voulu, mais est typiquement de l'ordre de 0.5-1 g. La capsule est soudée aux deux extrémités à l'aide d'une machine à souder PUK (Figure 22).



Figure 22 : Capsule d'Or utilisée pour la pré-hydratation d'HPG8

### 1.2. Synthèse en pression et température

La capsule est ensuite placée entre deux thermocouples sur un obturateur (Figure 23), permettant son introduction dans un Four en Kanthal, lui-même introduit dans un autoclave (à chauffage interne) pressurisé à l'argon (environ 2.8 kbars à froid). La montée en température du four permettra d'atteindre la pression voulue de 4 kbars par l'expansion thermique de l'argon. La durée d'hydratation est de 64 à 96 heures. Une fois la synthèse réalisée, l'alimentation du four est coupée tout en maintenant une pression constante (trempe isobare) jusqu'à environ 300°C afin d'éviter la formation de bulles lors du refroidissement. Une fois cette température de transition vitreuse atteinte, l'autoclave peut être décomprimé manuellement et l'échantillon ressorti.



*Figure 23 : Montage de la capsule sur un obturateur permettant son introduction dans le Four Khantal avant insertion dans l'autoclave*

## 2. Préparation du produit de départ

Une fois la synthèse réalisée, le verre hydraté obtenu est de nouveau broyé jusqu'à une granulométrie d'environ 20  $\mu\text{m}$ , puis mélangé mécaniquement aux cristaux de labradorite tamisés à la fraction 50-90  $\mu\text{m}$  (Figure 12) selon différents pourcentages : 0, 30, 50 et 70%. Ce mélange constitue le produit de départ des expériences en presse Paterson.

### 2.1. Préparation des capsules

Les différents tests en Presse Paterson nous ont conduit à contenir le produit de départ dans une capsule en cuivre fermée (diamètre interne de 14 mm, diamètre externe de 15 mm et hauteur d'environ 5 mm), afin d'éviter toute perte en eau et l'extrusion de l'échantillon (Figure 24). Les soudures de cette capsule sont réalisées à l'aide d'une machine à souder de type PUK.

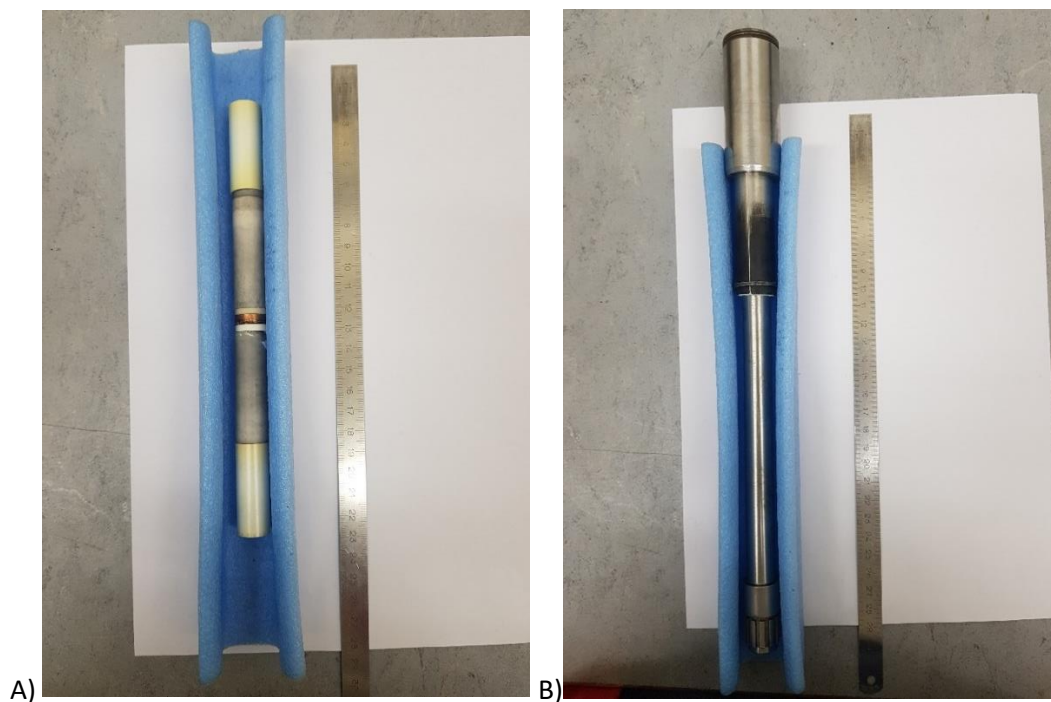


*Figure 24 : Fond de la capsule en cuivre et son couvercle qui seront soudés après introduction de l'échantillon.*



## 2.2. Assemblage de la colonne-échantillon

Afin que l'étanchéité entre les différentes pièces de la colonne et l'échantillon soit optimale, la capsule de Cu est encadrée par deux rondelles d'alumine (les 'spacers') dont les bordures sont ajustées afin qu'elles s'emboîtent parfaitement avec cette dernière. Le montage d'une colonne-échantillon est réalisé suivant le protocole détaillé dans le [chapitre 3](#). La taille des différentes pièces de la colonne peut varier car elle doit s'ajuster à la taille de l'échantillon et à la hauteur maximale du four ([Figure 25.A](#)). La colonne est recouverte d'une jaquette en fer ([Figure 25.B](#)).



*Figure 25 : Colonne Paterson de l'échantillon Pp5, a) assemblage des pièces et b) recouvrement par la jaquette en fer*

## 3. Bullage et déformation de l'échantillon en Presse Paterson

Nos tests expérimentaux nous ont conduit à la stratégie expérimentale suivante :

Phase 1 : Mise sous pression à 300 MPa et température de 850°C de la poudre HPG8 hydratée contenant de 0 à 50% de cristaux.

Phase 2 : Initiation du bullage de l'échantillon par décompression isotherme à 50 MPa en environ 15 à 20 min.

Phase 3 : palier de 45 minutes pour permettre le bullage.

Phase 4 : Baisse de la température de 850°C à 750°C pour les séries contenant des cristaux et à 650°C pour la série à 0% de cristaux car des tests ont mis en évidence qu'à 750°C, l'échantillon était trop peu visqueux et entraînait un aplatissement des bulles sans initier de déformation.

Phase 5 : déformation en torsion de l'échantillon.

En pratique, la colonne échantillon est placée dans le four de l'autoclave Paterson. Dans un premier temps, le four en Molybdène doit être « flushé » pour éviter son oxydation, c'est-à-dire que l'on introduit environ 10 MPa d'argon dans le système puis on les relâche afin d'évacuer le plus d'oxygène possible dans tout le système avant la mise sous pression.

Pour nos expériences, la pression doit atteindre 240 MPa afin que lors de la montée en température la pression finale soit de 300 MPa. La température est ensuite montée progressivement via une rampe de 10°C/min jusqu'à atteindre 850°C. Une fois ces conditions de 300 MPa et 850°C obtenues, environ 15 minutes sont nécessaires afin de permettre une bonne stabilisation du point chaud. Puis la décompression isotherme est réalisée manuellement, l'échantillon passe donc de 300 à 50 MPa en 12 à 18 minutes. A 50 MPa et 850°C, un palier est réalisé pendant 45 min afin de permettre la nucléation et la croissance des bulles. Puis la température est diminuée en 10 minutes jusqu'à 750°C ou 650°C pour permettre une déformation dans une gamme de viscosité de 10<sup>7</sup> Pa.s. L'échantillon est alors laissé environ 15 min à 750°C/650°C et 50 MPa afin de permettre de nouveau la stabilisation du point chaud. L'expérience de déformation en torsion peut ensuite démarrer. L'idée est de comparer différentes déformations finies ( $\gamma$ ) des échantillons pour une vitesse de déformation ( $\dot{\gamma}$ ) de l'ordre de 2x10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>. Typiquement pour des  $\gamma$  de 1 et 2, le temps de déformation est de l'ordre de 1 et 2 heures. Les réponses de l'échantillon aux conditions appliquées (contrainte de déformation, déplacement angulaire, pression de confinement ou encore température) sont enregistrées directement sur un ordinateur.

Une fois le taux de déformation atteint, les contraintes sur l'échantillon sont relaxées et une trempe isobare est réalisée à une vitesse d'environ 40°C/min en coupant le four tout en maintenant la pression de confinement de 50 MPa de 750° à 200°C. Cette trempe permet de conserver les allongements des bulles déformées. Le temps de relaxation des bulles est calculé d'après [Mader et al., 2013](#) :

(Eq.13)

$$\lambda = (a \times \eta_{melt}) / \sigma$$

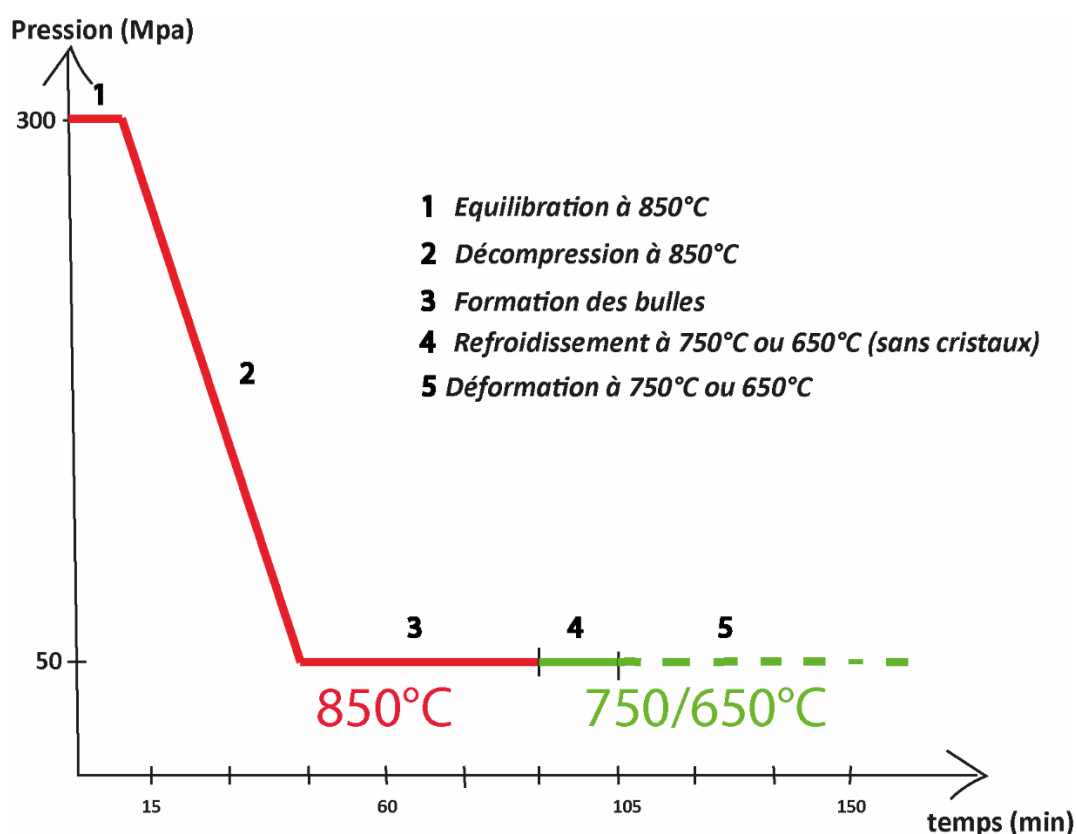
Avec,

a : le rayon équivalent des bulles

$\eta_{\text{melt}}$  : la viscosité du liquide silicaté hydraté

$\sigma$  : la tension de surface de l'interface gaz-liquide

En considérant un rayon équivalent de 10 et 100  $\mu\text{m}$  (taille de bulle observée lors des analyses), une viscosité de  $10^{6.3}$  Pa.s (liquide silicaté hydraté à 2.9 pds% d'H<sub>2</sub>O à 50 MPa et 750°C ; [Hess and Dingwell, 1996](#)) et une tension de surface de 0.2 N/m à 50MPa ([Bagdassarov et al., 2000](#)), on obtient un temps de relaxation de 2 et 17 min à 750°C et de 7 et 66 min pour 700°C. Or, lors de nos expériences, pendant la trempe isobare, la température passe de 750° à 200°C en 15 min, et donc de 750° à 700°C en 42 secondes. Pendant ce laps de temps, les plus petites bulles (< 10 $\mu\text{m}$ ) peuvent se relaxer complètement et retrouver une forme sphérique, alors que les plus grosses bulle (> 100  $\mu\text{m}$ ) conserve leurs allongements. Un exemple des conditions pression, température et temps au cours des expériences est montré sur la [Figure 26](#).



*Figure 26 : Graphique de l'évolution des conditions de pression et température au cours du temps*

Une fois les conditions de pression et de température revenues aux conditions atmosphériques, la colonne peut être sortie de l'autoclave. L'amplitude de la déformation de l'échantillon est constatée par le déplacement des marqueurs (trait de stylo-marqueur sur la jaquette) entre la partie non-déformée (au niveau des pistons d'alumine) et déformée (au niveau de l'échantillon) de la colonne

(Figure 27). La jaquette en fer et la capsule en cuivre sont retirées afin de dégager l'échantillon qui sera analysé.



Figure 27 : Colonne-échantillon Pp7 après déformation en torsion à la Presse Paterson

#### IV. Estimation de la viscosité apparente du produit de départ

Afin de relier les textures des échantillons déformés à des comportements rhéologiques, il est important de caractériser la viscosité de notre matériau de départ (avant déformation). La température de 750°C ne permettant pas des mesures de rhéologie de notre matériau en presse Paterson (trop peu visqueux pour obtenir des mesures de contraintes), nous avons donc estimé la viscosité par le calcul. Le produit de départ est une suspension triphasée contenant du liquide silicaté, des bulles et des cristaux. Ces trois phases ont chacune une influence sur l'évolution de la viscosité. Ainsi, le calcul doit prendre en compte l'influence de chacune de ces phases, pour cela nous utilisons l'équation établit par [Truby et al., 2017](#). Ils considèrent le milieu liquide + bulle comme un milieu continue et pour de faible nombre capillaire ils définissent l'équation suivante :

(Eq.14)

$$\eta r = (1 - \phi b)^{-1} \left(1 - \frac{\phi p}{\phi m}\right)^{-2}$$

Et

(Eq.15)

$$\eta r = \frac{\eta}{\mu}$$

Avec :

$\eta r$  : viscosité relative (Pa.s)

$\eta$  : viscosité apparente (Pa.s)

$\mu$  : viscosité du liquide silicaté (Pa.s)

$\phi b$  : fraction de bulle

$\phi p$  : fraction des cristaux ici considérée comme des particules

$\phi m$  : fraction du liquide

La viscosité du liquide silicaté ( $\mu$ ) en Pa.s est calculée à partir de l'équation de [Hess and Dingwell, 1996](#), spécifiquement établie pour une composition HPG8 :

(Eq.16)

$$\log \mu = (-3.545 + 0.833 \ln(\omega)) + (9601 - 2368 \ln(\omega)) / (T - (195.7 + 32.25 \ln(\omega)))$$

Avec T, la température finale en Kelvin et  $\omega$  la teneur en H2O finale en pds%.

Les résultats obtenus sont présentés dans le [Tableau 5](#) et la [Figure 28](#)

% cristaux	H2O final pds% ( <a href="#">Newman et Lowenstern, 2002</a> )	Log $\mu$ (Pa.s) ( <a href="#">Hess and Dingwell, 1996</a> )	% bulles	Log $\eta_{\text{bulk}}$ (Pa.s) ( <a href="#">Truby et al., 2017</a> )
0*	3.2	7.4	30	7.4
10	2.8	6.3	30	6.6
30	2.8	6.3	20	7
50	2.8	6.3	20	7.9

*Tableau 5 : Viscosités apparentes calculé avec l'équation de [Truby et al., 2017](#) pour des suspensions contenant des bulles (20-30%) et des cristaux à 50 MPa et 750°C/650°C\*.*

On obtient une viscosité comprise entre  $10^{6.6}$  et  $10^{7.9}$  Pa.s. On observe également une augmentation d'environ 1.5 ordre de grandeur des viscosités avec la teneur en cristaux ([Figure 28](#)).

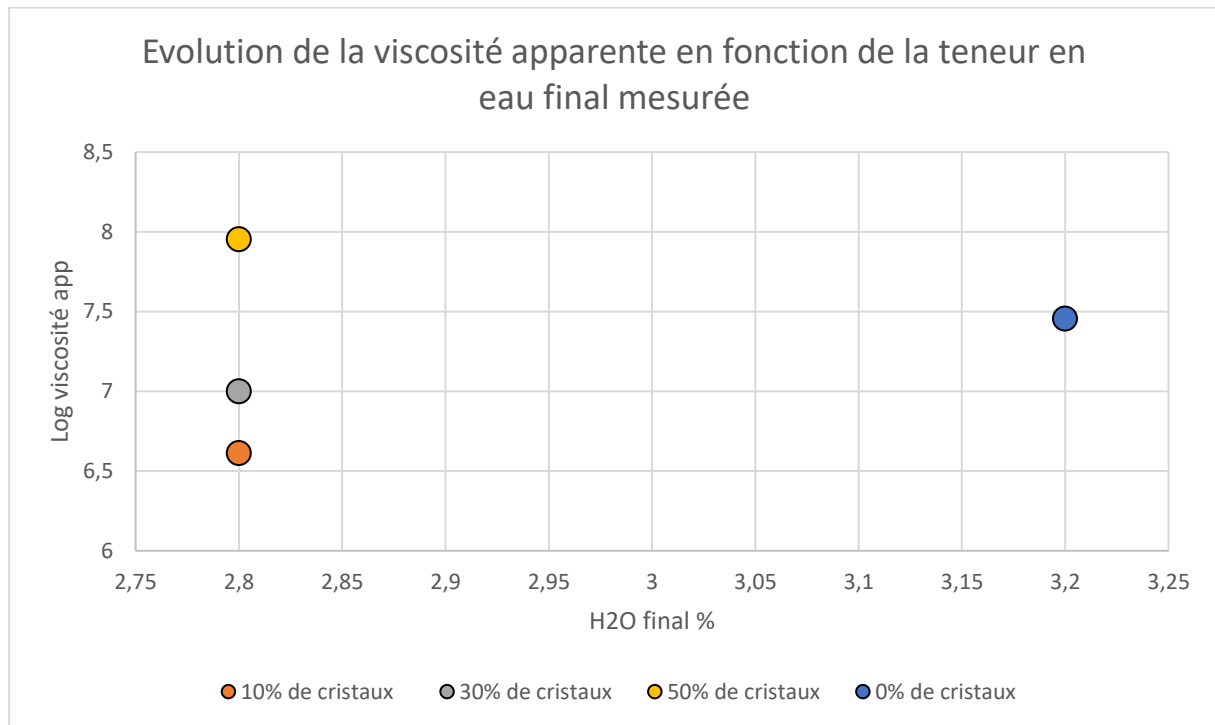


Figure 28 : Viscosité apparente de suspensions triphasées contenant 20-30% de bulle, établie d'après Truby et al., 2017 à partir des solubilités d'H2O définies par Newman et Lowenstern, 2002.



# **Chapitre 3 : Méthodes expérimentales,** **techniques analytiques et expériences réalisées**

## **I. Méthodes expérimentales**

Les expériences de déformation réalisées dans cette étude nécessitent de partir d'un liquide silicaté contenant des bulles et des cristaux. Le choix de ce produit de départ a fait l'objet d'un certain nombre de tests de vésiculation des bulles et de comportement des cristaux dans le liquide HPG8. Ces tests ont été réalisés en autoclave à chauffage interne à différentes conditions de pression, température et temps. Les expériences de déformation ont été réalisées en Presse Paterson. L'ensemble des résultats de ces tests sont présentés dans le [chapitre précédent](#).

### **1. Autoclave à chauffage interne**

L'autoclave à chauffage interne a été utilisé pour tester les conditions de vésiculation des bulles et le comportement des cristaux dans le liquide HPG8 à haute température et pression. L'autoclave à chauffage interne (Gros bleu, Gros vert ; ISTO) ([Figure 29a](#)) est une enceinte haute pression en acier constituée de deux cylindres emboîtés entre lesquels se trouve un circuit d'eau de refroidissement ([Figure 29b](#)). Les fours utilisés sont constitués d'un double enroulement de résistance en Kanthal pour des températures jusqu'à environ 1000°C, et en Molybdène pour des températures supérieures à 1000°C. Il est ensuite placé à l'intérieur de l'autoclave. L'autoclave est fermé par deux obturateurs assurant l'étanchéité du système et fonctionne en position verticale. L'un de ces obturateurs permet l'arrivée du gaz de pression (argon ; pressions maximales de 0.4 GPa) et l'autre permet le passage des thermocouples et l'alimentation du four. Deux thermocouples chemisés de type K (Nickel/Chrome – Nickel/Aluminium) espacés de 3 cm encadrent le point chaud dans lequel seront placées les capsules contenant les échantillons. Le tout est contenu dans un tube en alumine bourré de fibres céramiques réfractaires (SiO<sub>2</sub>/ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), permettant une bonne isolation thermique, ainsi qu'une réduction de la convection thermique. Ce système, avec le four à double enroulement, permet d'obtenir une bonne localisation du point chaud avec un gradient de température minimal, typiquement <2 °C.



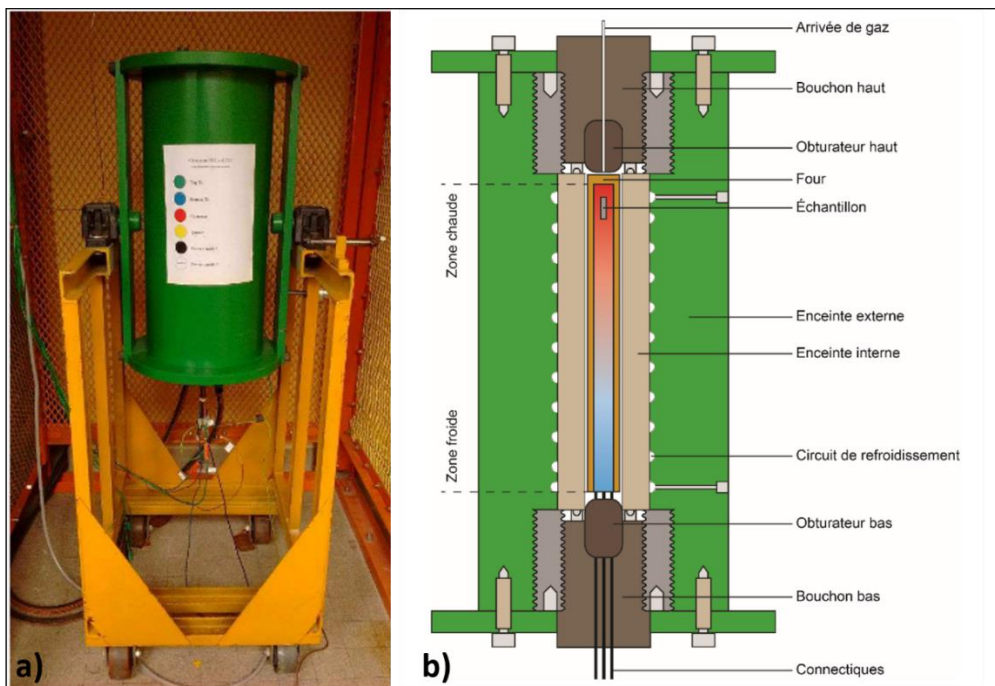


Figure 29 : a) Photographie de l'un des autoclaves à chauffage interne (appelé Gros vert) de l'ISTO Orléans, b) Schéma d'un autoclave à chauffage interne. (Ferraina, 2018)

## 2. La Presse Paterson

### 2.1. Généralité

Les échantillons de liquide HPG8 précédemment hydratés et contenant des bulles et des cristaux ont été déformés en torsion en utilisant la presse Paterson.

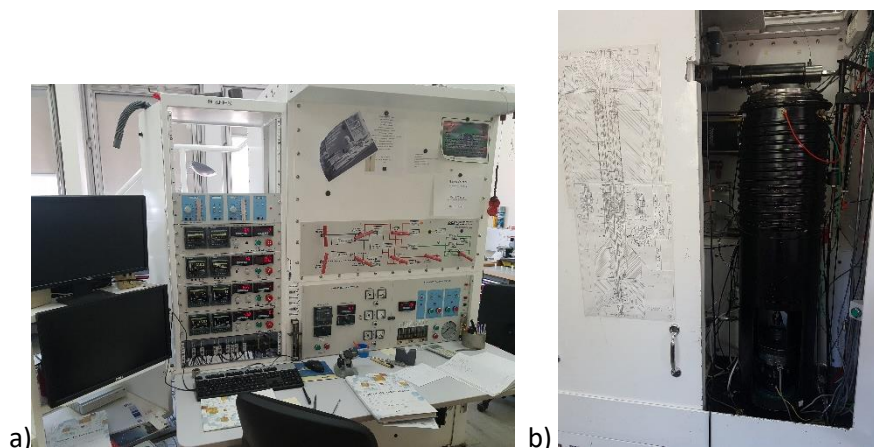


Figure 30 : a) photo du panneau de contrôle et de b) l'autoclave (à l'arrière du panneau de contrôle) de la presse Paterson située à l'ISTO

La presse Paterson (Figure 30) est un autoclave à chauffage interne doté de systèmes de déformation coaxiale et en torsion, et de cellules de mesures du déplacement et de la force appliquée. Cet autoclave

est cylindrique et monobloc, comprimé à l'argon, et peut atteindre des pressions de 500 MPa et des températures jusqu'à 1300°C (Champallier, 2005). La mise sous pression se fait par la mobilisation de deux compresseurs. Le premier, fonctionne à l'air comprimé et permet d'atteindre une pression de 100 MPa. Une fois cette pression atteinte il faut basculer sur un deuxième compresseur, qui lui fonctionne par pression d'huile et peut atteindre 500 MPa. Le four comprend trois enroulements molybdène dont la puissance peut être ajustée séparément. En dessous du four se trouve une cellule de mesure interne permettant de lire la force (N) appliquée sur l'échantillon en déformation coaxiale ou le moment (N.m) appliqué lors d'une déformation en torsion. La température est lue grâce à un thermocouple de type K qui traverse la colonne-échantillon et se situe à environ 3 millimètres de l'échantillon. Afin de mesurer la bonne température au niveau des thermocouples et de l'échantillon, une calibration du four pour la pression et la température voulues est nécessaire pour optimiser la zone du point chaud.

## 2.2. Montage de la colonne-échantillon

Dans la colonne-échantillon, les échantillons peuvent avoir un diamètre compris entre 8 et 15 mm, et une hauteur pouvant aller jusqu'à 20 mm. La colonne-échantillon (Figure 31) est un assemblage de cylindres de compositions diverses mesurant environ 15 mm de diamètre. Les cylindres constituant cet assemblage doivent présenter des faces parfaitement planes, parallèles entre elles et perpendiculaires par rapport à l'axe de la colonne. L'échantillon utilisé pour les expériences de déformation est donc cylindrique. Il est placé au centre de la colonne de déformation. De part et d'autre de l'échantillon sont placés des rondelles pleines d'alumine d'épaisseur 3 mm (spacers), puis des pistons d'alumine de 50 mm de long et enfin des pistons de zircone partiellement stabilisée (PSZ) qui vont jouer le rôle d'isolant thermique. Un piston est ensuite placé en haut de la colonne afin de faire le lien avec le moteur de déformation et un piston est placé en bas de la colonne et va s'insérer dans la cellule de mesure. Toute cette colonne est insérée dans une jaquette (tube métallique fin) de diamètre interne 14.9 mm et de diamètre externe 15.3 mm. La longueur des pistons doit être ajustée afin que l'échantillon soit placé dans la zone isotherme du four. Les pistons situés au-dessus de l'échantillon sont forés à leur centre permettant le passage des thermocouples. Les différents pistons de la colonne transmettent les contraintes à l'échantillon sans accommoder la déformation. Dans les conditions de déformation, les pistons sont beaucoup plus résistants que l'échantillon qui lui accommode la déformation. Lors d'une déformation co-axiale, aucune partie de la colonne n'est mobile, la déformation s'effectue par aplanissement de l'échantillon. Pour une déformation en torsion, la partie basse de la colonne est fixe mais la partie haute est mobile. La régularité des surfaces des pistons est un paramètre essentiel afin de permettre l'intégrité de la colonne. En effet, toute la colonne est soumise à la contrainte et les interfaces sont des surfaces sensibles au glissement. Ainsi, afin de

limiter cet effet, les faces des cylindres doivent être rectifiées, afin qu'elles soient parfaitement planes et orthogonales à la hauteur de la colonne. Dans le cas de cette étude, seule la déformation en torsion a été utilisée. Ainsi seules les méthodes concernant la déformation en torsion seront développées.

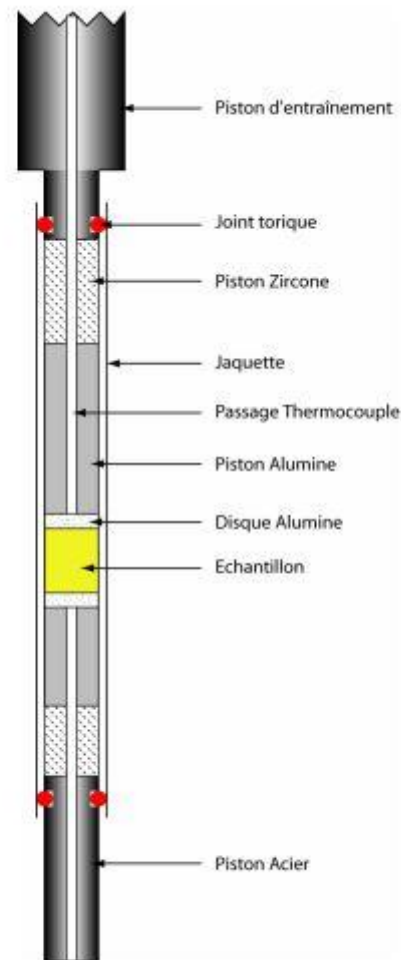


Figure 31 : Représentation schématique de la colonne d'échantillon (d'après Champallier, 2005)

### 2.3. Choix de la jaquette et spécificités

Pour des expériences en Presse Paterson il est communément utilisé deux types de jaquettes : les jaquettes en cuivre (Arbaret et al., 2007 ; Champallier et al., 2008) et les jaquettes en fer (Paterson et Olgaard, 2000 ; Pieri et al., 2001 ; Arbaret et al., 2007). Les jaquettes en cuivre sont utilisées pour des expériences de moyennes et basses températures. Le point de fusion du cuivre est à 1084°C à 1 atm et il intervient également peu dans les réponses mécaniques. Il est également chimiquement très peu réactif avec les liquides silicatés. Cependant, le cuivre est un très bon conducteur de chaleur, ce qui peut rendre difficile la calibration du four car la chaleur a tendance à s'échapper vers les extrémités de la jaquette. Cette bonne conductivité peut également entraîner des transferts thermiques pouvant engendrer des dégâts matériels au niveau de certaines pièces de la machine. Les jaquettes en fer sont

utilisées pour des températures supérieures au point de fusion du cuivre (le point de fusion du fer est de 1535°C à 1 atm). Le fer est beaucoup moins conducteur que le cuivre et facilitera la stabilisation du point chaud lors des expériences. Cependant, le fer est très réactif avec les éléments constitutifs des liquides silicatés, pouvant amener à une dissolution de la jaquette par le liquide silicaté. Pour éviter ce type de problème il est possible de placer une feuille de métal inerte (en or ou platine) entre l'échantillon et la jaquette afin de limiter les contacts. De plus, l'utilisation d'une jaquette en fer peut présenter un problème notamment pour des échantillons peu visqueux. En effet, lors de la déformation la jaquette peut influencer les réponses mécaniques à cette déformation. Ceci est dû à une résistance mécanique plus importante de la jaquette que de l'échantillon. Ainsi la déformation résultera à la fois des effets de la jaquette et des conditions appliquées. La réponse rhéologique, ainsi que les microstructures développées ne seront pas entièrement dues à l'échantillon. Il faut donc adapter le choix de la jaquette à l'échantillon et aux conditions expérimentales appliquées.

Nos expériences de déformation sont réalisées à 750°C, cependant une étape de vésiculation des bulles est nécessaire à 850°C. Ainsi, pour des raisons pratiques et afin d'éviter les transferts de chaleur vers le haut et le bas de la colonne, nous avons opté pour une jaquette en fer.

De plus, lors des tests préliminaires, nous nous sommes aperçus qu'une partie de l'eau de l'échantillon pré-hydraté pouvait s'échapper de la colonne-échantillon lors de la montée en température. Pour éviter ce désagrément, nous avons décidé d'isoler l'échantillon dans une capsule en cuivre soudée aux extrémités. Cette spécificité a cependant le désavantage de ne pas permettre l'utilisation des volumètres (et la mesure des pressions fluides) pour détecter les seuils de percolation des gaz dans l'échantillon (voir ci-dessous), comme utilisé dans l'étude de [Kushnir et al. \(2017\)](#).

### 3. Déformation en Presse Paterson

La presse Paterson peut déformer les échantillons en cisaillement pur (coaxial, en compression ou en extension), mais dans cette configuration, la déformation finie de l'échantillon est relativement limitée, de par la taille de l'échantillon et les contraintes géométriques de la colonne. En revanche, en cisaillement simple (torsion), l'échantillon peut atteindre de plus grandes déformations finies. C'est donc en torsion que nous avons déformé nos échantillons, et seule cette configuration sera décrite ci-dessous.

#### 3.1. Déformation en Torsion

La déformation en torsion ([Figure 32](#)) est réalisée par un module de torsion guidé par un servo-moteur situé au-dessus de l'autoclave. Le mouvement de l'échantillon est mesuré par un convertisseur de déplacement rotatif situé au-dessus du module de torsion. La déformation est transmise par le haut

de la demi-colonne, alors que le bas reste fixe, ce qui entraîne une accommodation de la déformation par l'échantillon. La transmission de la contrainte se fait par un système d'engrenage situé au niveau de la tête de torsion de la colonne-échantillon. Ce système d'engrenage traverse l'obturateur. Afin d'assurer son étanchéité il est nécessaire d'utiliser des joints dynamiques. Le déplacement théorique pouvant être subi par l'échantillon est infini avec ce mode de déformation. La résolution de déplacement est de 0.001 radian. Le moment enregistré par la cellule de mesure interne est compris entre 1 et 1000 N.m, avec une résolution de 0.1 N.m.

Le taux de déformation en torsion peut être compris entre  $10^{-3}$  et  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$ . La gamme de viscosité théorique de travail peut être calculée entre  $10^{9.2}$  et  $10^{23.2} \text{ Pa.s}$ . Pour de hautes viscosités, si le moment appliqué est trop important, l'échantillon peut ne pas se déformer dû à un glissement au niveau de l'interface entre deux pistons de la colonne-échantillon. Pour des valeurs de viscosité plus faibles, il n'y a pas d'obstacles techniques majeurs si ce n'est lorsque le travail se fait à de fort taux de déformation. Il est possible également d'observer un signal de quelques N.m pouvant correspondre, dans la plupart des cas, à la force nécessaire à la déformation de la jaquette. La viscosité globale alors mesurée est surestimée par rapport à la viscosité réelle de l'échantillon. Cependant il est possible de corriger les données en soustrayant l'effet de la jaquette.

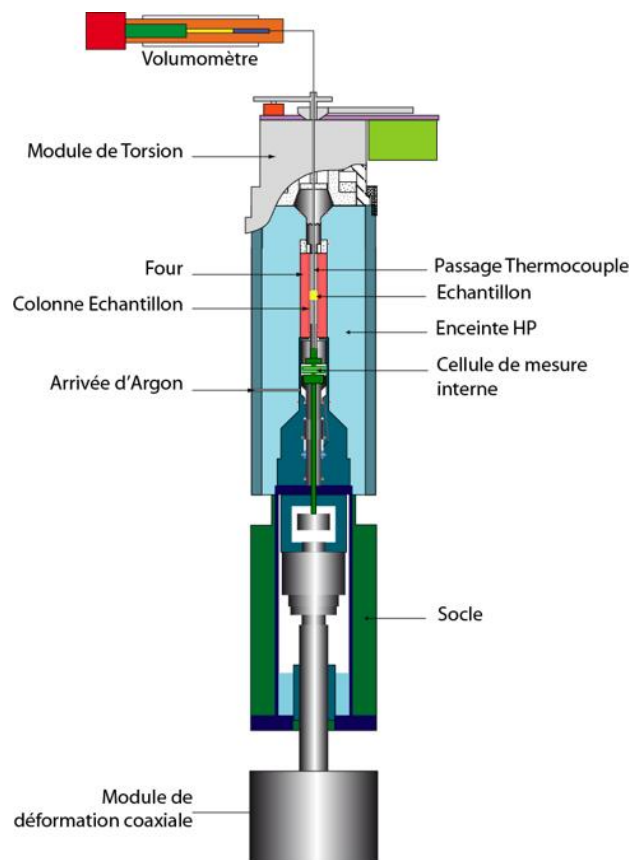
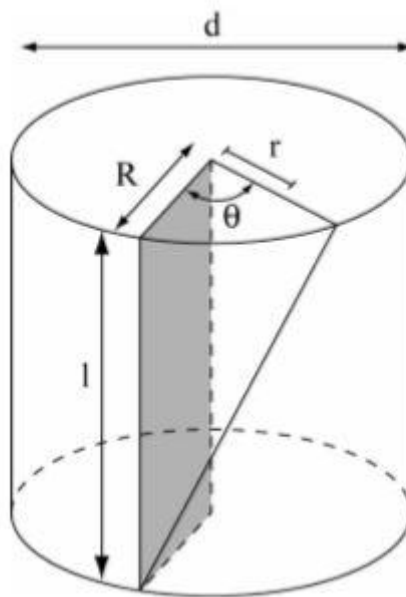


Figure 32 : Schéma d'ensemble de la Presse Paterson avec le module de torsion et le volumomètre (d'après Champallier, 2005)

### 3.2. Relations Mathématiques de la déformation en torsion

Ce paragraphe regroupe les notions mathématiques nécessaires à l'analyse des données. Le développement de ces relations mathématiques sont données par [Paterson at Olgaard, 2000](#).

L'échantillon est un cylindre de diamètre  $d$  et de longueur  $l$ . Le rayon de ce cylindre est noté  $R$ , la vitesse angulaire de déformation  $\dot{\theta}$ , la déformation angulaire cumulée  $\theta$  et le moment appliqué sont directement mesurés par la cellule interne ([Figure 33](#)).



*Figure 33 : Schéma d'un échantillon cylindrique ayant subi une déformation en torsion d'un angle  $\vartheta$  (d'après Champallier, 2005)*

#### 3.2.1. Vitesses et taux de déformation

Lors des expériences, la Presse Paterson donne en temps réel les valeurs de déplacements angulaires ( $\theta$ ) pour les échantillons cylindriques. Il est alors possible de calculer le taux de déformation maximal ( $\dot{\gamma}$ ) enregistré au cours de la déformation :

(Eq.17)

$$\dot{\gamma} = \frac{R\dot{\theta}}{l}$$

Avec  $R$  le rayon du cylindre,  $l$  la hauteur et  $\theta$  l'angle formé lors de la torsion.

Le déplacement angulaire ( $\theta$ ) peut être dérivé par rapport au temps et permet de recalculer la vitesse angulaire  $\dot{\theta}$  appliquée à l'échantillon. En modifiant légèrement l'équation précédente il est possible de recalculer la vitesse de déformation  $\dot{\gamma}$  :

(Eq.18)

$$\dot{\gamma} = \frac{R\dot{\theta}}{l}$$

En déformation en torsion, la vitesse de déformation et le taux de déformation ne sont pas constants sur l'ensemble du diamètre de l'échantillon : plus on s'éloigne du centre de l'échantillon, plus la déformation est importante. Si la déformation est considérée comme homogène sur l'ensemble de l'échantillon, c'est à dire que la déformation augmente de façon linéaire entre le centre et la périphérie de l'échantillon, il est possible de remplacer R par r (distance séparant un point situé sur une face du cylindre et le centre de cette face) dans les équations 16 et 17.

## II. Techniques analytiques

Les techniques analytiques présentées dans cette étude ont été utilisées à la fois pour les produits expérimentaux et pour les produits naturels de Santorin.

### 1. Détermination des teneurs en eau des produits expérimentaux

#### 1.1. Analyseur élémentaire

Afin de déterminer la quantité d'eau présente dans les verres issus des expériences tests et des présynthèses d'HPG8, les échantillons sont passés à l'analyseur élémentaire (Thermo Flash 2000, ISTO). Cet appareil permet de déterminer la composition en C, H, N, S et O des échantillons. L'analyse se fait par combustion et/ou pyrolyse des échantillons puis quantification des gaz produits. Pour notre étude, c'est la composition en H qui est mesurée, l'analyseur nous donne donc le % de H présent dans l'échantillon, avec une barre d'erreur de  $\pm 0.09$  à 0.15 selon le standard utilisé. Cependant pour pouvoir avoir le % d'H<sub>2</sub>O réelle du verre, une correction par rapport à O est nécessaire:

(Eq.19)

$$\% \text{H}_2\text{O} = (\text{Masse Molaire de l'eau} / (2 \times \text{Masse Molaire de H})) \times \% \text{H}$$

$$\% \text{H}_2\text{O} = (18.02 / 2.02) \times \% \text{H}$$

#### 1.2. Microsonde électronique

##### 1.2.1. *Principe*

L'analyse par microsonde électronique est une analyse non destructrice permettant de déterminer la composition chimique d'une phase. L'outil utilisé dans notre étude est une Cameca SX50 dotée de 5 spectromètres. Le principe de l'analyse est basé sur le bombardement de la surface de l'échantillon par un flux d'électrons. Les éléments chimiques des phases vont réagir en émettant une radiation dont

l'angle est propre à chaque élément. Selon la position des détecteurs, seuls certains éléments vont être enregistrés sous forme d'intensité de radiation. La position des détecteurs est prédéfinie en fonction de l'analyse souhaitée. Ces intensités de radiations sont ensuite comparées à des intensités calibrées sur des échantillons de composition chimique connue. Pour notre étude, nous avons choisi d'analyser 5 oxydes (Na, Al, Si, K et Ca) sur le verre de nos échantillons. Pour cette analyse, le faisceau d'électrons incidents est défocalisé en  $10 \times 10 \mu\text{m}$ .

### *1.2.2. Correction du Sodium (Na)*

Les verres analysés sont des verres hydratés. Lors de l'analyse, le Na devient instable et tend à migrer sous le faisceau d'électrons. Il est donc important de quantifier et de corriger cette migration afin de pouvoir estimer la quantité d'eau dissoute dans le verre. En effet, pour un verre sans eau et Na, le total sonde obtenu est de 100%. Dans les verres hydratés, ce total est inférieur à 100% dû à la migration du Na mais également à l'impossibilité d'analyser l'eau (H et O sont trop légers pour être analysés). Cette correction a été réalisée à partir de 3 standards HPG8 hydratés à 3.3%, 4.4% et 5.7% H<sub>2</sub>O (analyses par spectroscopie infrarouge, FTIR ; [Martel et al., 2000](#)). Ces échantillons sont analysés par microsonde en même temps que nos échantillons afin d'obtenir un total sonde dont l'écart à 100% correspond à la quantité d'eau dissoute connue. En considérant que pour les trois standards les concentrations des différents oxydes analysés ne varient pas, il est possible de déterminer une courbe de calibration de la concentration en Na en fonction de la teneur en eau ([Figure 34](#)). Deux corrections ont été réalisées car deux séances microsonde ont été effectuées. La pente de ces droites détermine le facteur de correction du sodium.

### *1.1.1. Estimation de la teneur en eau*

Une fois la correction du sodium effectuée, une courbe de calibration de la teneur en eau en fonction du total sonde obtenu est établie. Tout comme précédemment, deux courbes de calibration de la teneur en eau vont être calculées correspondant aux deux journées d'analyses. Ces calibrations ont été effectuées à partir des trois standards HPG8 corrigés en Na ([Figure 35](#)). Les pentes de ces droites permettent ainsi de déterminer la teneur en eau en fonction du total sonde mesuré.



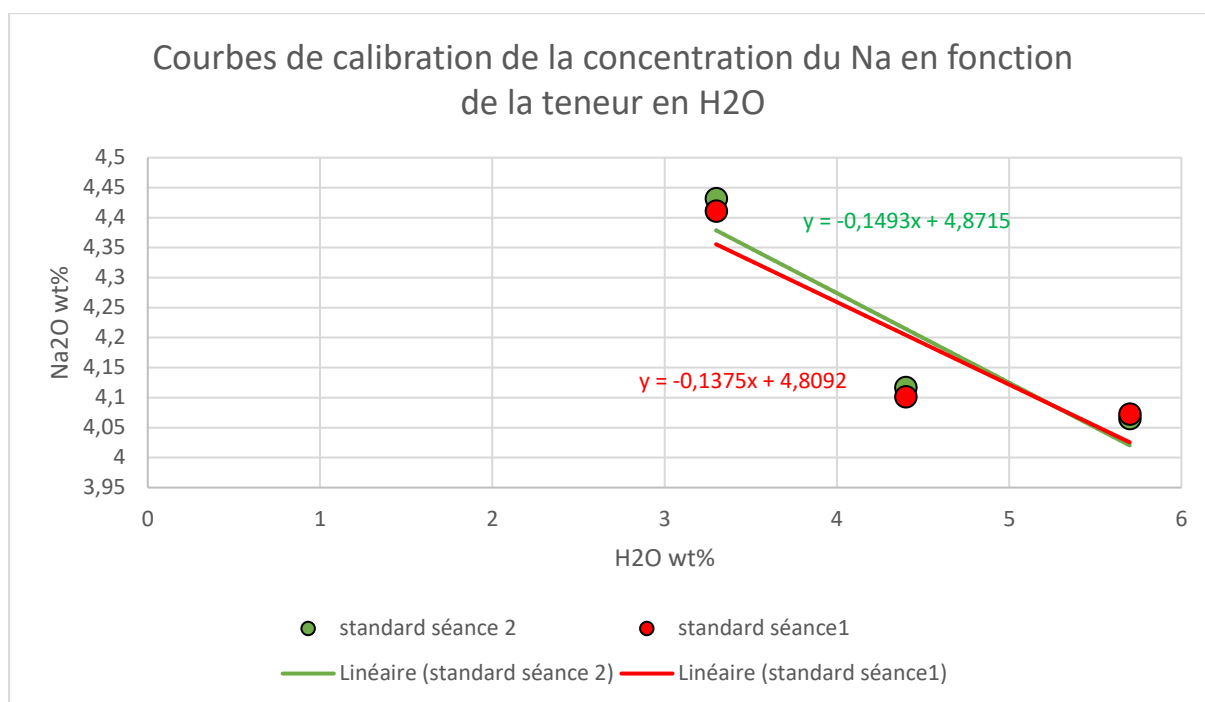


Figure 34 : Courbes de calibration de la concentration en Sodium en fonction de la teneur en eau pour les deux séances microsonde réalisées. Ces courbes sont calculées à partir de trois standards HPG8 hydratés à 3.3, 4.4 et 5.7 pds% d'H2O.

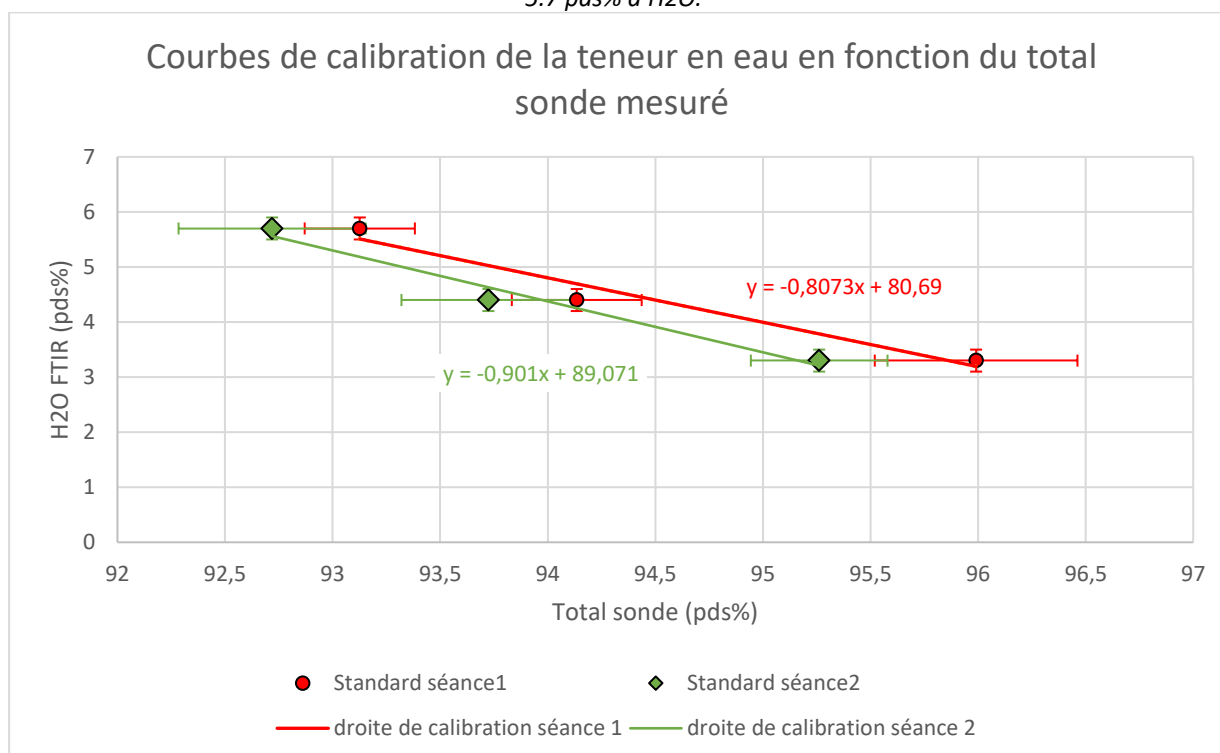


Figure 35 : Courbes de calibration de la teneur en eau obtenue par FTIR en fonction du total sonde mesuré lors des analyses microsonde. Ces courbes sont calculées à partir de trois standards HPG8 hydratés à 3.3, 4.4 et 5.7 pds% d'H2O. Les barres d'erreurs correspondent à l'erreur statistique sur le nombre d'analyses par standards (environ 10 points d'analyse).

## 2. Anisotropie de la susceptibilité magnétique (ASM) des produits naturels

Afin de pouvoir étudier en lames minces les microstructures de nos échantillons naturels, il est nécessaire d'identifier le plan de foliation et la linéation de nos échantillons. En effet, la visualisation des microstructures et de la déformation ne peut se faire que dans le plan [XZ] contenant la linéation. Ce plan peut être localisé grâce à l'anisotropie de la susceptibilité magnétique (ASM).

### 2.1. Généralité

L'ASM est une technique utilisée pour étudier la fabrique minérale des roches basée sur les propriétés magnétiques des minéraux. Lorsqu'un minéral est soumis à un champ magnétique H, il induit une aimantation M où :

(Eq.20)

$$M=K*H$$

Avec M l'aimantation induite en A/m, H l'intensité du champ appliqué en A/m et K la susceptibilité magnétique volumétrique du solide sans dimension. La susceptibilité est la faculté d'un minéral à s'aimanter sous l'action d'une excitation magnétique. Les propriétés magnétiques des minéraux résultent dans la présence d'atomes ou groupements d'atomes porteurs de moments magnétiques permanents (grandeur vectorielle permettant de mesurer l'intensité d'une source magnétique). Il s'agit principalement de Fer, élément le plus abondant dans la roche, et accessoirement Mn, Cr, Co et Ni.

On distingue 4 comportements magnétiques : diamagnétique, paramagnétique, antiferromagnétique et ferromagnétique qui englobent les comportements ferromagnétique et ferrimagnétique.

Le comportement diamagnétique caractérise la matière formée d'atomes ou de groupements d'atomes non magnétiques. Leur aimantation induite par un champ magnétique s'oppose à ce champ. La susceptibilité diamagnétique est négative et très faible. Pour le comportement paramagnétique, les moments magnétiques des atomes porteurs d'aimantation n'interagissent pas entre eux et donc s'orientent librement en l'absence de champ. Sous l'action d'un champ, les moments magnétiques deviennent parallèles au champ. La susceptibilité est donc positive et indépendante du champ. Les minéraux paramagnétiques sont ceux qui renferment du fer dans les réseaux silicatés (biotite, chlorite, muscovite ferrifère, amphibole, pyroxène, grenat, tourmaline, cordiérite...). Le comportement antiferromagnétique est voisin du paramagnétique mais en dessous de la température de Néel ( $T_N$ ), l'antiferromagnétisme devient faiblement ferromagnétique et la susceptibilité décroît avec la

température. Les minéraux antiferromagnétiques sont l'ilménite, l'hématite et la goethite. Le comportement ferromagnétique peut donc être divisé en deux sous-catégories, le comportement ferromagnétique au sens strict et le comportement ferrimagnétique. Le comportement ferromagnétique est caractérisé par une très forte susceptibilité magnétique à température ambiante et en champ faible, les moments magnétiques s'alignent bien dans le sens du champ appliqué. Le minéral ferromagnétique principal est la magnétite. Le comportement ferrimagnétique apparaît lorsque deux sous-réseaux du minéral n'ont pas la même aimantation.

Lorsque l'on passe du minéral à la roche, ses propriétés magnétiques résultent de la somme des propriétés magnétiques des constituants :  $K_{tot} = K_{dia} + K_{para} + K_{antiferro} + K_{ferro}$ .

La susceptibilité est mesurée à température ambiante et sous champ faible. Comme les intensités des contributions  $K_{dia}$  et  $K_{antiferro}$  sont très faibles, ce sont les silicates ferrifères et la magnétite qui contribuent à la susceptibilité magnétique de la roche, et à son anisotropie. On parle d'anisotropie de susceptibilité, lorsque la susceptibilité dépend de la direction d'application du champ appliqué, ainsi  $K$  est définie comme un vecteur et c'est un tenseur d'ordre deux,  $K_{ij}$ , qui relie  $H$  (le champ inducteur) et  $M$  (l'alimentation induite). La représentation géométrique d'un tel tenseur est un ellipsoïde appelé « ellipsoïde d'ASM ». C'est un objet mathématique semblable à l'ellipsoïde des contraintes ou de la déformation, dont les axes principaux  $K_1 \geq K_2 \geq K_3$  sont les trois vecteurs propres perpendiculaires entre eux. L'orientation de  $K_1$  représente l'orientation de la linéation magnétique,  $K_3$  représente la normale au plan de foliation magnétique. Les modules de  $K_1$ ,  $K_2$  et  $K_3$  donnent respectivement la susceptibilité maximale, intermédiaire et minimale de l'échantillon.

(Eq.21)

La susceptibilité magnétique globale (*bulk susceptibility*) :  $K = 1/3 (K_1 + K_2 + K_3)$

La relation entre la variabilité directionnelle de la susceptibilité magnétique des roches et les minéraux comme indicateur d'une fabrique pétrologique est connue depuis [Ising, 1942](#). [Khan, 1962](#) a été le premier à développer un modèle qui établit un lien de causalité entre les propriétés magnétiques (ASM) et les mécanismes de forces responsables de l'acquisition d'une fabrique minérale dans des laves et des dykes. Ainsi, dans l'hypothèse d'un simple écoulement, dans un plan  $x, y$  et  $z$ , où  $x > y > z$ , la direction principale d'écoulement est marquée par la linéation qui est généralement visible par l'orientation préférentielle des minéraux, soit la linéation minérale. Cette linéation est portée par la foliation qui ici est représentée par le plan d'écoulement. Pour les minéraux ferromagnétiques tels que la magnétite, l'anisotropie de susceptibilité magnétique mesurée reflète l'anisotropie de forme. Ainsi, l'aimantation la plus forte est parallèle à l'axe long de la magnétite, ce qui veut dire  $K_1 = x > K_2 = y > K_3 = z$ .

Donc L'ASM nous donne K1, K2 et K3 et en même temps il permet de replacer la carotte et donc l'échantillon dans un plan x,y et z ou le plan x,y représente le plan de foliation et x la linéation.

## 2.2. Préparation des échantillons pour l'ASM

Pour pouvoir réaliser cette analyse, il faut dans un premier temps repérer à l'œil le plan de foliation, afin de pouvoir réaliser une carotte perpendiculaire à ce plan (si la foliation n'est pas visible, il faut faire au plus simple). Une fois le plan repéré, il faut tracer une flèche afin de pouvoir par la suite réorienter la carotte par rapport à l'échantillon (Figure 36a). La carotte réalisée est un cylindre de 25 mm de diamètre et 22 mm de hauteur (Figure 36b).

Le rapport hauteur/largeur des cylindres correspond à la meilleure approximation de l'échantillon sphérique idéal (proche de 0.88). Il ne faut pas oublier d'indiquer le haut et bas de la carotte et l'orientation.

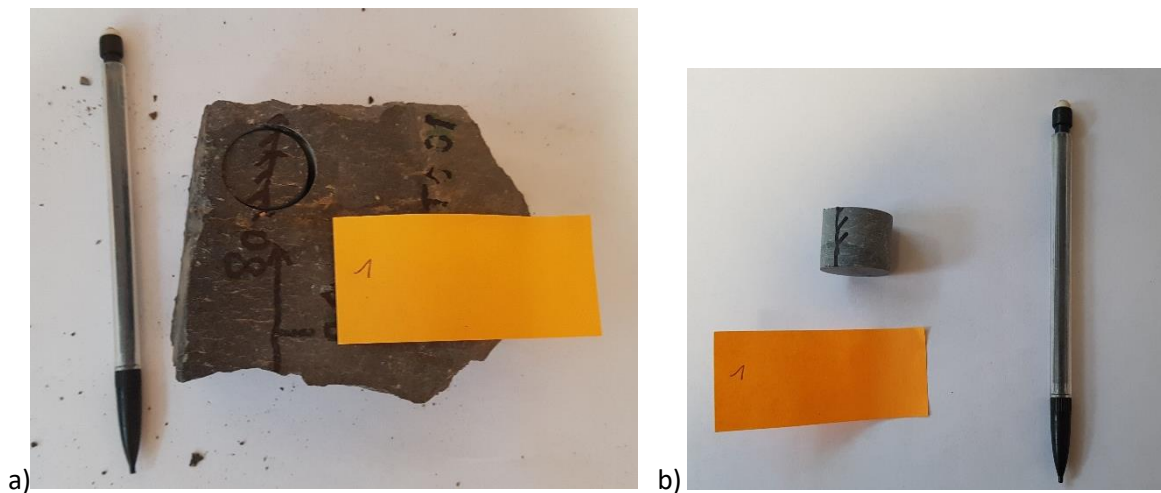


Figure 36 : a) Photo de l'échantillon naturel orienté avec la carotte ASM et b) Photo de la carotte ASM

## 3. Imagerie par Microscope électronique à balayage (MEB)

### 3.1. Généralité

L'analyse structurale des échantillons, aussi bien expérimentaux que naturels, a été réalisée par MEB (JEOL JSM-6400, ISTO) selon deux modes d'imagerie :

-Par émission d'électrons secondaires (imagerie SEI), formant des images où les contrastes sont dictés par le relief de l'échantillon. Ainsi l'image obtenue est une image morphologique.

-Par émission d'électrons rétrodiffusés (imagerie BSE), formant des images où les contrastes sont dictés par les numéros atomiques moyens des phases. Ainsi l'image obtenue est une image de composition chimique.

Dans le cadre de cette étude, les images MEB obtenues ont été réalisées par imagerie BSE afin de mettre en évidence les structures des bulles et des cristaux. Ce mode d'imagerie permet d'obtenir des images avec une résolution assez forte pouvant par la suite être traitée sous des logiciels informatiques tels qu'Adobe Illustrator et Gimp, notamment pour des opérations de seuillages, et sous SPO2003 pour le traitement analytique des bulles et des cristaux.

### 3.2. Préparation des échantillons pour le MEB

#### 3.2.1. Préparation des échantillons naturels

L'identification de ces plans x,y et z par l'analyse de l'anisotropie de la susceptibilité magnétique va permettre de réaliser des lames minces orientées. Pour cela, des parallélépipèdes rectangles (« sucres ») sont découpés dans les échantillons parallèles au plan [XZ] (Figure 37a). Les sucres sont ensuite collés sur des lames puis désépaissis (Figure 37b). Le côté le plus long de la lame représente l'axe X.

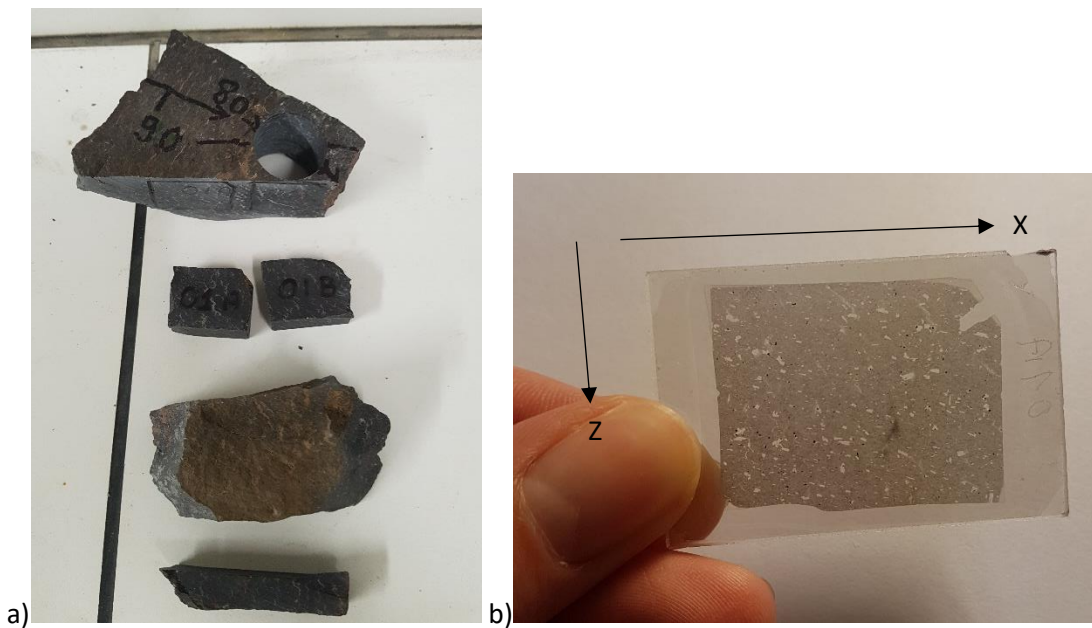


Figure 37 : a) Photo des « sucres » découpés dans le plan [XZ] de l'échantillon naturel et b) Lame mince dans le plan [XZ]

#### 3.2.2. Préparation des échantillons expérimentaux

Une fois la déformation terminée, l'échantillon n'est pas directement extrait de la jaquette en fer. Afin de ne pas dégrader l'échantillon, seules les parties de jaquette entourant les pièces d'alumine et de PSZ au-dessus et en-dessous de l'échantillon sont enlevées. Deux coupes, parallèles au sens de cisaillement sont réalisées en bordure des échantillons (Figure 38a), là où la déformation est la plus importante. Ces coupes sont ensuite placées en résine (Araldite) afin de constituer un plot qui sera poli jusqu'à faire affleurer l'échantillon, puis métallisé pour pouvoir être observé au MEB (Figure 38b).

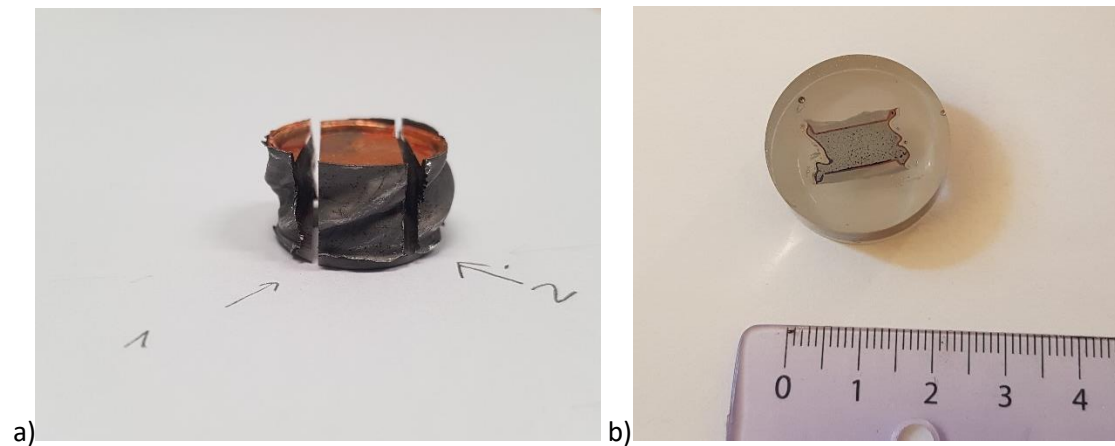


Figure 38 : a) Photo des coupes réalisées parallèlement au sens de cisaillement des échantillons expérimentaux et b) Plot MEB avec l'échantillon mis en résine.

## 4. Logiciel de traitement d'images 2D

### 4.1. Seuillages des images MEB sous GIMP

Les images 2D acquises au MEB sont par la suite analysées à l'aide de logiciels informatiques. Dans un premier temps, les images MEB obtenues en nuance de gris doivent subir un seuillage afin d'obtenir une image en noir et blanc, où les objets en noir sont les objets que l'on veut mettre en évidence (Figure 39A). Cette étape est réalisée sous GIMP, qui est un logiciel gratuit de retouche d'image diffusé sous la licence GPLv3. Cette première étape de seuillage présente une barre d'erreur de  $\pm 1-2\%$ .

Pour les produits expérimentaux, les images sont seuillées deux fois : une fois afin de mettre en évidence les bulles (Figure 39B) et une seconde fois pour mettre en évidence les cristaux (Figure 39C). Ces images peuvent également subir des modifications de luminosité et de contraste en étalant l'histogramme de fréquence des niveaux de gris afin de se rapprocher le plus possible d'une image binaire en noir et blanc.



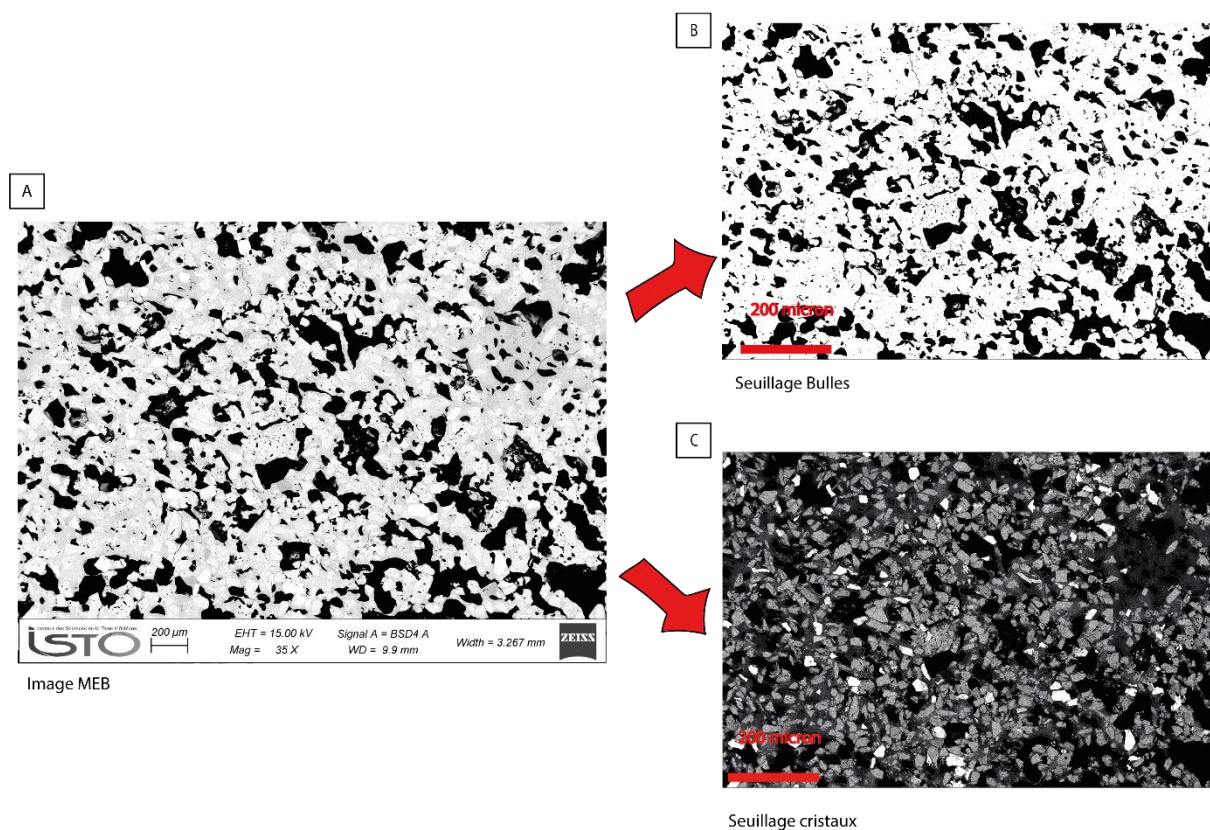


Figure 39 : Illustration du seuillage sous GIMP d'une image MEB, afin d'obtenir une image binaire en noir et blanc. A) image MEB brute, B) seuillage des bulles et C) seuillage des cristaux

Pour les produits naturels, un seul seuillage est réalisé pour mettre en évidence les bulles. En effet, le seuillage des cristaux est très difficile.

#### 4.2. Logiciel de traitement d'images SPO2003

Les images seuillées des produits expérimentaux et des produits naturels sont ensuite traitées sous le logiciel SPO2003 qui est un logiciel d'analyse d'image et d'analyse morphométrique créée par Patrick Launeau (Launeau and Robin, 1996 ; Launeau and Cruden, 1998 ; Launeau, 2004).

##### 4.2.1. Analyse de surface des fractions de bulles et de cristaux

Dans un premier temps, une analyse de surface des bulles et des cristaux peut être réalisée afin d'obtenir le pourcentage de surface qu'ils représentent dans l'échantillon. Pour les produits naturels, seules les surfaces des bulles sont analysées. Pour cela, les images subissent un prétraitement sous SPO2003 (densité locale, élimination des pixels isolés, inversion des couleurs, élimination des objets coupé ...) afin de lisser l'image (Figure 40).

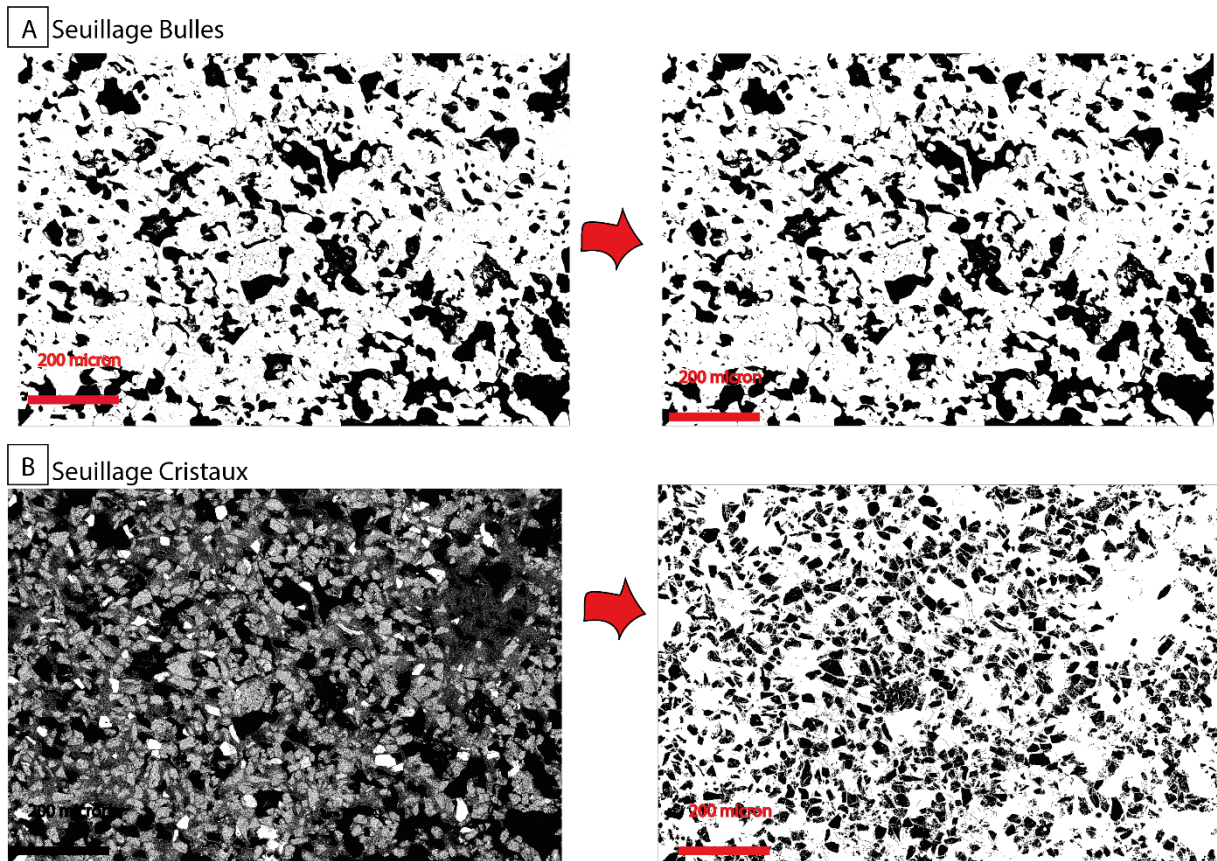


Figure 40 : Illustration du prétraitement sous SPO2003 permettant de lisser l'image et de mettre en noir soit A) les bulles, soit B) les cristaux via l'outil inversion

Pour la plupart des images analysées, l'élimination des objets coupés, c'est-à-dire les bulles tronquées, a pu être réalisée afin notamment de limiter le biais lors de l'analyse de forme des bulles. Cependant, pour certaines images, en particulier celles des échantillons les plus cristallisés et déformés (Pp10) présentant des bulles relativement grosses et interconnectées, cette suppression des bulles tronquées n'a pu être réalisée car cela impactait jusqu'à plus de 30% le pourcentage total de bulle.

#### 4.2.2. Analyse individualisée des bulles et des cristaux

Ces images vont ensuite être traitées afin d'obtenir pour chaque élément les valeurs de son axe long  $a$ , de son axe court  $b$ , de son rapport de forme  $R$  et de son orientation  $\alpha$ .

Pour cela, deux méthodes peuvent être utilisées : soit la méthode du tenseur d'inertie soit la méthode des intercepts. La méthode du tenseur d'inertie calcule une ellipse de même moment d'inertie que les objets analysés et pouvant être normalisée à la surface de l'objet (Higgins, 2006).

Cependant, lorsque les objets à analyser sont complexes (agrégat de cristaux, bulles connectées...), l'ellipse obtenue par la méthode du tenseur d'inertie ne reflète pas l'orientation des objets séparément mais celle de l'ensemble des objets, qui par cette méthode est considéré comme un seul et même objet. Ainsi, une deuxième méthode peut être utilisée : la méthode des intercepts (Launeau et al., 1990 ; Launeau et Robin, 1996) (Figure 41).



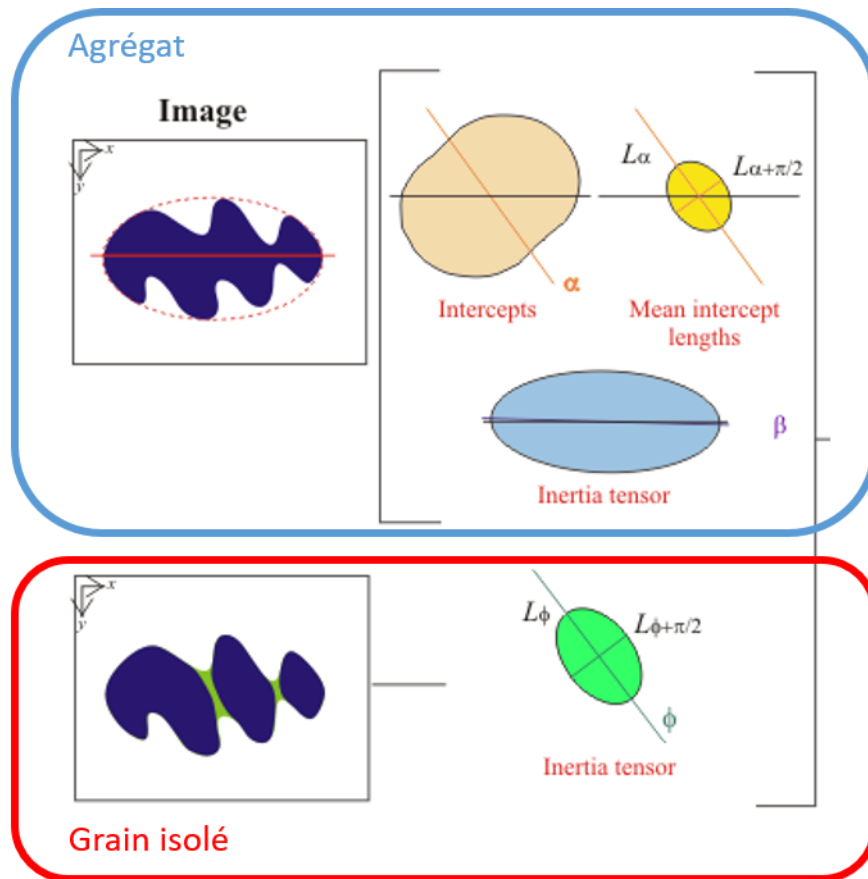


Figure 41 : Schéma représentant l'analyse de l'orientation préférentielle d'un agrégat (cadre bleu) et d'un grain isolé (cadre rouge) par la méthode du tenseur d'inertie et la méthode des intercepts (Launeau, 2004).

Cette méthode quantifie l'orientation au niveau des limites de phases. La rose des intercepts d'un objet repose sur une grille tournante d'angle  $\theta$  quadrillant l'objet et dont les lignes sont parallèles les unes aux autres. Pour chaque ligne, le logiciel va compter les entrées/sorties sur l'objet. Cette opération est répétée pour chaque ligne et pour chaque direction  $\alpha$  sur l'ensemble de l'objet (Figure 42). Le pas angulaire  $\Delta\alpha$  ainsi que l'espacement entre les lignes peuvent être modifiés afin d'obtenir la meilleure analyse possible. Le total des intersections pour chaque angle est divisé par la longueur totale des lignes, donnant la densité des intersections. L'inverse de la densité des intersections est la longueur d'intersection moyenne.

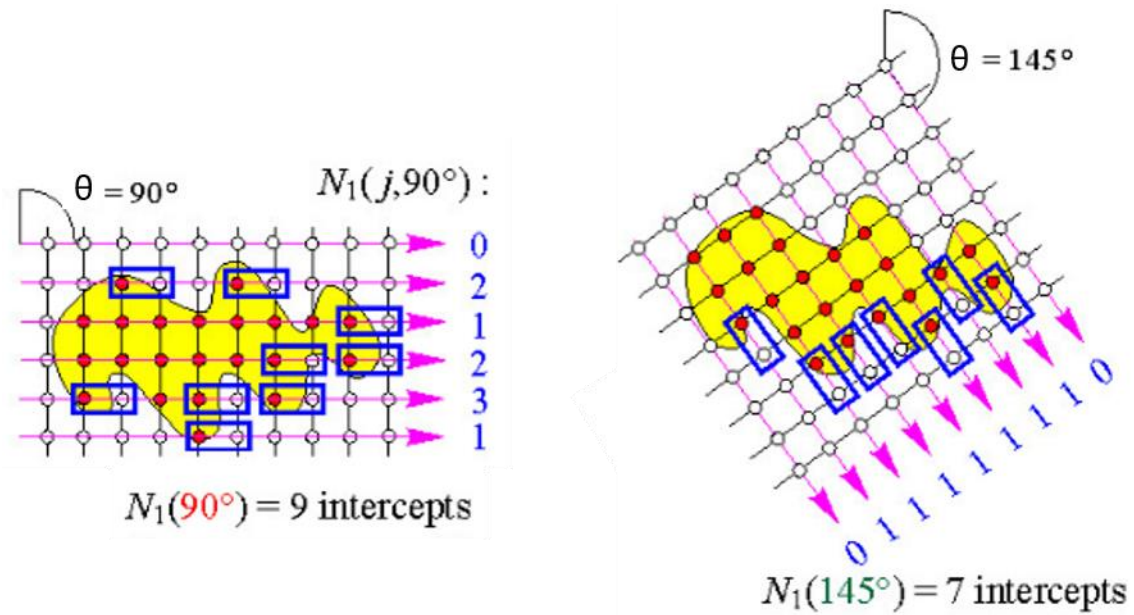
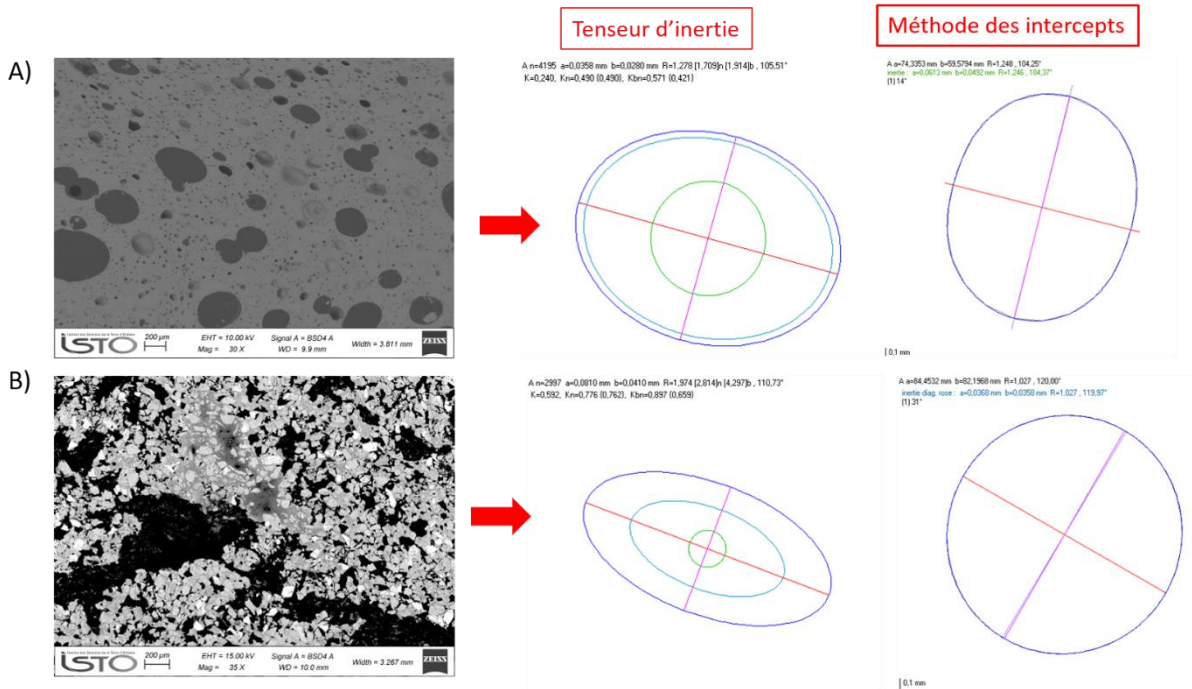


Figure 42 : Illustration de la méthode des intercepts (Launeau et Robin, 1996), avec une grille d'angle  $\alpha=90^\circ$  et  $\alpha=145^\circ$ . Les cercles blancs représentent les points d'analyse en dehors de l'objet et les cercles noirs les points d'analyse à l'intérieur de l'objet.

Pour notre étude, nous avons fait le choix d'utiliser uniquement la méthode des intercepts pour analyser l'orientation préférentielle de nos bulles. En effet, si nos échantillons non déformés peuvent être analysés par la méthode du tenseur d'inertie, en considérant les bulles comme des objets isolés (Figure 43.A), les échantillons déformés qui présentent un réseau de bulles connectées et de forme complexe (Figure 43.B) ne peuvent être analysés que par la méthode des intercepts. L'analyse de l'orientation préférentielle de forme peut être réalisée par la méthode du tenseur d'inertie, cependant on voit que le réseau de bulles connectées influence fortement l'analyse, car cette dernière considère cette connexion de bulle comme un objet isolé. Or, c'est une succession de bulles connectées les unes aux autres et ayant chacune leurs propres orientations préférentielles de forme. Ainsi, afin d'avoir une orientation préférentielle correcte de la fabrique de bulles, nous devons prendre en considération la complexité de forme de ces bulles connectées. Nous avons donc fait le choix de réaliser l'analyse par la méthode des intercepts sur l'ensemble des échantillons déformés et non déformés afin d'homogénéiser les résultats. Cette analyse a été réalisée pour toutes les images en utilisant la transformée de Fourier, avec un pas angulaire de  $15^\circ$ , un interligne de 1 et un filtrage de 10 correspondant à une distance minimale entre les grains de 5 pixels ( $10/2$ ). Pour certaines images (Annexe E), le filtrage à 10 est trop élevé, ce qui entraîne la présence de plusieurs axes secondaires sur la rose de direction. Diminuer le filtrage permettrait de diminuer le bruit, c'est-à-dire de lisser l'information et donc de ne faire apparaître que l'axe principal mais cela entraînerait également une

perte significative d'information. C'est pourquoi toutes les images ont été traitées de la même manière.



**Figure 43** : Analyse de l'orientation préférentielle pour A) un échantillon non déformé de la série à 0% de cristaux et B) un échantillon déformé à  $\gamma = 1.5$  de la série à 50% de cristaux avec les méthodes du tenseur d'inertie et des intercepts. La méthode du tenseur d'inertie permet d'obtenir l'ellipse tensorielle (bleu foncé), l'ellipse de même surface que l'objet (bleu clair), le cercle de même surface que l'objet (vert), l'axe long (rouge) et l'axe court (rose). La méthode des intercepts permet d'obtenir une rose de direction (bleu foncé), d'axe long (rouge) et d'axe court (rose).

Ainsi, pour chaque échantillon de chaque série, plusieurs images ont été analysées et ont permis d'obtenir une rose de direction moyenne, donnant la direction moyenne de l'axe long ( $\alpha$ ) des bulles mais également l'excentricité moyenne R des bulles (Figure 43). Lorsque ce rapport est supérieur à 1.1 on considère que l'objet présente une anisotropie relativement forte et lorsqu'il est inférieur à 1.1, on dit que l'objet présente une anisotropie faible peu significative. L'ensemble des résultats obtenus pour chaque image analysée est présenté dans les Annexes E. Cette analyse permet ainsi, d'individualiser les éléments (bulles et cristaux) et de caractériser leurs fabriques en déterminant leurs densités numériques, leurs tailles, ainsi que leurs orientations (Figure 44).

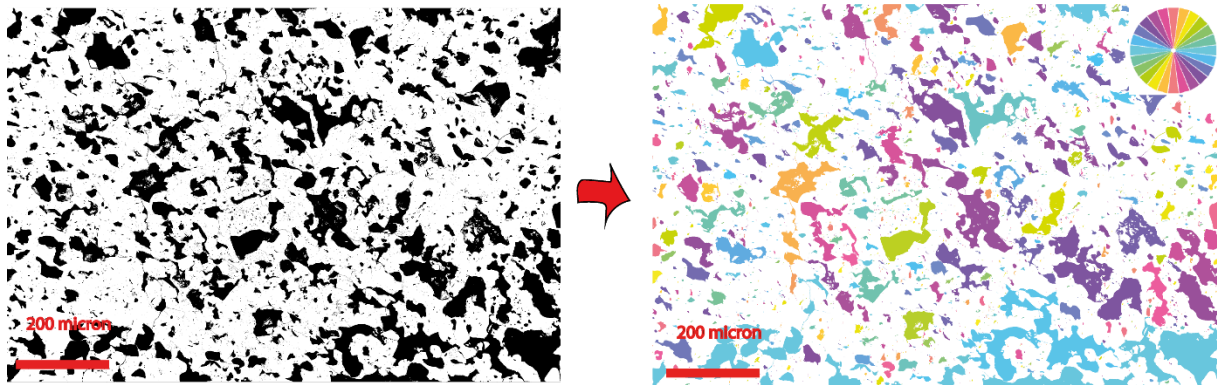


Figure 44 : Illustration de la méthode des moments d'inertie, où les bulles ont été individualisées et coloriées par le logiciel SPO2003 suivant leur direction d'orientation. Les directions d'orientation sont indiquées par la rose des couleurs en haut à droite.

### 4.3. Corrections manuelles sous Adobe Photoshop/ Adobe illustrator

Pour certaines images des produits expérimentaux, les niveaux de gris entre les objets sont trop proches, notamment entre les cristaux et la matrice, ce qui ne permet pas un seuillage correct. En effet, lors du prétraitement sous SPO2003 (Figure 45a), le logiciel ne peut différencier les pixels car leurs valeurs sont trop proches ce qui entraîne une perte d'information. A contrario, lorsque le pourcentage de cristaux est très important, il est très difficile d'individualiser les cristaux ce qui entraîne la formation d'agrégat. Dans ce cas il y a beaucoup de pixels et l'analyse de l'orientation préférentielle de forme se fait sur l'agrégat.

Afin de minimiser la perte d'information, des modifications manuelles sont parfois nécessaires via le logiciel Adobe Photoshop ou Adobe illustrator (Figure 45b). Une fois les images corrigées, une nouvelle analyse d'orientation préférentielle de forme peut être réalisée.

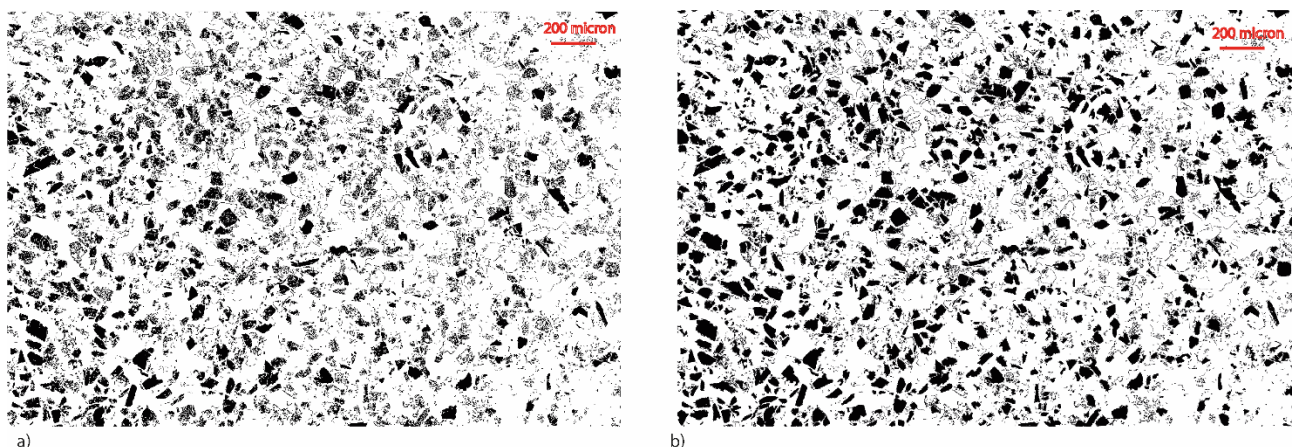


Figure 45 : Illustration d'une correction manuelle d'image. a) prétraitement par SPO2003 et b) correction manuelle sous Adobe Photoshop.



## 5. Microtomographie à rayons X

Une analyse 3D des échantillons expérimentaux et naturels est ensuite réalisée par microtomographie à rayons X.

### 5.1. Généralité

La micro-tomographie X est une technique d'analyse non destructrice associant l'imagerie par rayons X et la tomographie. La tomographie correspond à la reconstitution d'un volume 3D de l'objet à partir d'une série d'images 2D. L'appareil utilisé est un Nanotom 180 NF ; GE Phoenix X-Ray, Wunstorf, Allemagne situé à l'ISTO. Il est composé d'un tube à RX nanofocus de 180 kV, d'un détecteur digital d'une taille de 2304x2304 pixels et d'une cible en tungstène. Les échantillons sont placés sur un support (tige dont le diamètre correspond au diamètre de l'échantillon), puis ils sont introduits dans l'appareil. Un rayon X va être émis et va traverser l'échantillon permettant ainsi d'obtenir une projection dont les niveaux de gris dépendent de la densité de volume traversée en chaque point. Pour pouvoir avoir une image en 3 dimensions en cours d'analyse, l'échantillon va tourner sur 360° afin d'obtenir un nombre d'images suffisant pour une reconstruction (typiquement plus de 1300 images sur 360°). Avant de débiter le traitement, une série de configurations est nécessaire afin de bien placer l'échantillon par rapport à la source, bien définir la zone d'acquisition. De cette phase de configuration dépend la résolution de l'image, c'est-à-dire la taille de chaque voxel (équivalent 3D du pixel) de l'image obtenue.

### 5.2. Préparation des échantillons

#### 5.2.1. Préparation des échantillons naturels

Pour les produits naturels, nous réutilisons dans un premier temps les carottes de diamètre 25 mm réalisées pour l'analyse ASM. Cette analyse permet de visualiser la texture générale des échantillons. Pour observer de façon plus précise cette texture et notamment la microporosité, des carottes de diamètre 5 mm sont réalisées à l'intérieur des carottes de 25 mm (Figure 46).



Figure 46 : Photos Carotte de diamètre 25 mm et 5 mm d'échantillon naturel

### 5.2.2. Préparation des échantillons expérimentaux

Pour les produits expérimentaux, une carotte de 3 mm de diamètre est réalisée dans l'échantillon (Figure 47). Cette carotte est réalisée perpendiculairement à la direction de déformation afin de pouvoir récupérer le maximum de produit. Une flèche est tracée au centre de la carotte afin de pouvoir l'orienter dans l'échantillon.

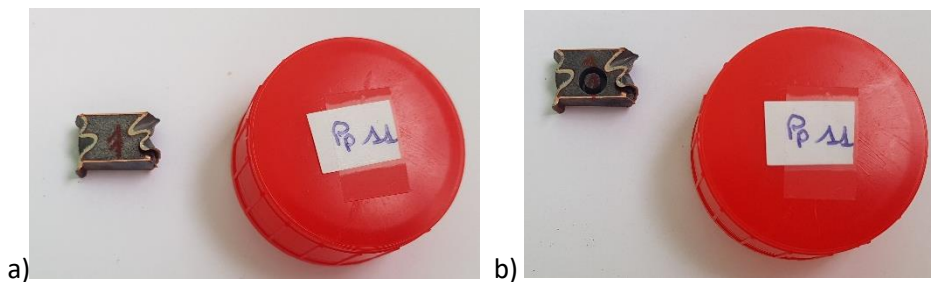


Figure 47 : a) Photo d'un échantillon expérimental avec une flèche indiquant l'emplacement de la carotte et b) Photo d'une carotte de 3 mm réalisée dans un échantillon expérimental pour une analyse 3D au microtomographe à rayons X

### 5.3. Acquisition et reconstruction des images

Une fois les images de l'échantillon obtenues, il faut réaliser une reconstruction afin d'obtenir l'image en 3D. Cette reconstruction se fait à l'aide d'un cluster de 4 Pc et du logiciel de reconstruction produit par Phoenix 3D. Les images obtenues sont des projections, il faut donc effectuer quelques corrections telles que la suppression des pixels « morts » ou encore la correction des défauts liés au mouvement de l'échantillon pendant la rotation. Une fois ces corrections réalisées, les images en projection vont être converties en images transversales afin de pouvoir obtenir un volume. L'ordinateur va ensuite calculer la position de chaque voxel lors de la rotation permettant ainsi une reconstruction 3D de l'échantillon. Pour les échantillons naturels, les volumes obtenus présentent une résolution de 12  $\mu\text{m}$  (carotte de diamètre 25 mm) et 3  $\mu\text{m}$  (carotte de 5 mm), c'est-à-dire que chaque voxel de l'image aura une dimension de 12x12x12 ou 3x3x3  $\mu\text{m}$ . Pour les échantillons expérimentaux, de diamètre 3 mm, la résolution de l'image est de 1.4  $\mu\text{m}$ .

## 6. Traitement des images 3D

Une fois la reconstruction du volume 3D effectué, l'image peut ensuite être traitée sous différent logiciel (image J, VGStudio Max, Blob3D..) afin de visualiser la porosité, la forme des bulles ainsi que leur connexion. Une analyse quantitative de la porosité peut également être réalisée via VGStudio Max et Blob3D, uniquement pour les échantillons expérimentaux.

### 6.1. Prétraitement des images sous Image J pour les échantillons naturels

Les images 3D obtenues des échantillons naturels présentent un signal contenant un bruit de fond trop important pour être directement segmenté sous VGStudio Max. Ainsi, une étape de prétraitement de ce signal est donc nécessaire afin d'éliminer le plus possible de bruit tout en conservant un maximum d'information. Dans un premier temps, le prétraitement n'est réalisé que sur une image 2D du volume. Cette image va alors subir un traitement par un ou plusieurs filtres afin de réduire les variations d'intensité du bruit dans chaque région de l'image tout en conservant l'intégrité de cette dernière (Figure 48). Deux types de filtres peuvent être utilisés : les filtres linéaires (invariants par translations) mais qui présentent certaines limites techniques comme la mauvaise conservation des transitions et les filtres non-linéaires, dont les opérateurs ont été développés afin de pallier aux insuffisances des filtres linéaires.

Pour nos images nous avons principalement utilisé le filtre moyen (filtre linéaire), qui remplace le niveau de gris central d'un pixel par la moyenne des niveaux de gris des pixels environnants (Figure 48b) et le filtre médian (filtre non-linéaire), qui remplace le niveau de gris du pixel central par la valeur médiane de tous les pixels de la fenêtre d'analyse centrés sur le pixel (Figure 48c). Les effets de ces filtres varient avec la taille de la fenêtre, plus cette dernière est importante et plus le bruit sera éliminé, cependant cela peut également effacer des détails fins et étaler les contours. Il faut donc faire varier la taille de la fenêtre afin d'ajuster au mieux le traitement.

Une fois les paramètres du traitement définis, il faut extraire le volume 3D sous forme de stack image sous VGStudio Max et appliquer le traitement sur l'ensemble des images sous Image J. L'ensemble du stack image traité peut ensuite être de nouveau importé sous VGStudiomax ou le volume 3D sera reconstitué.

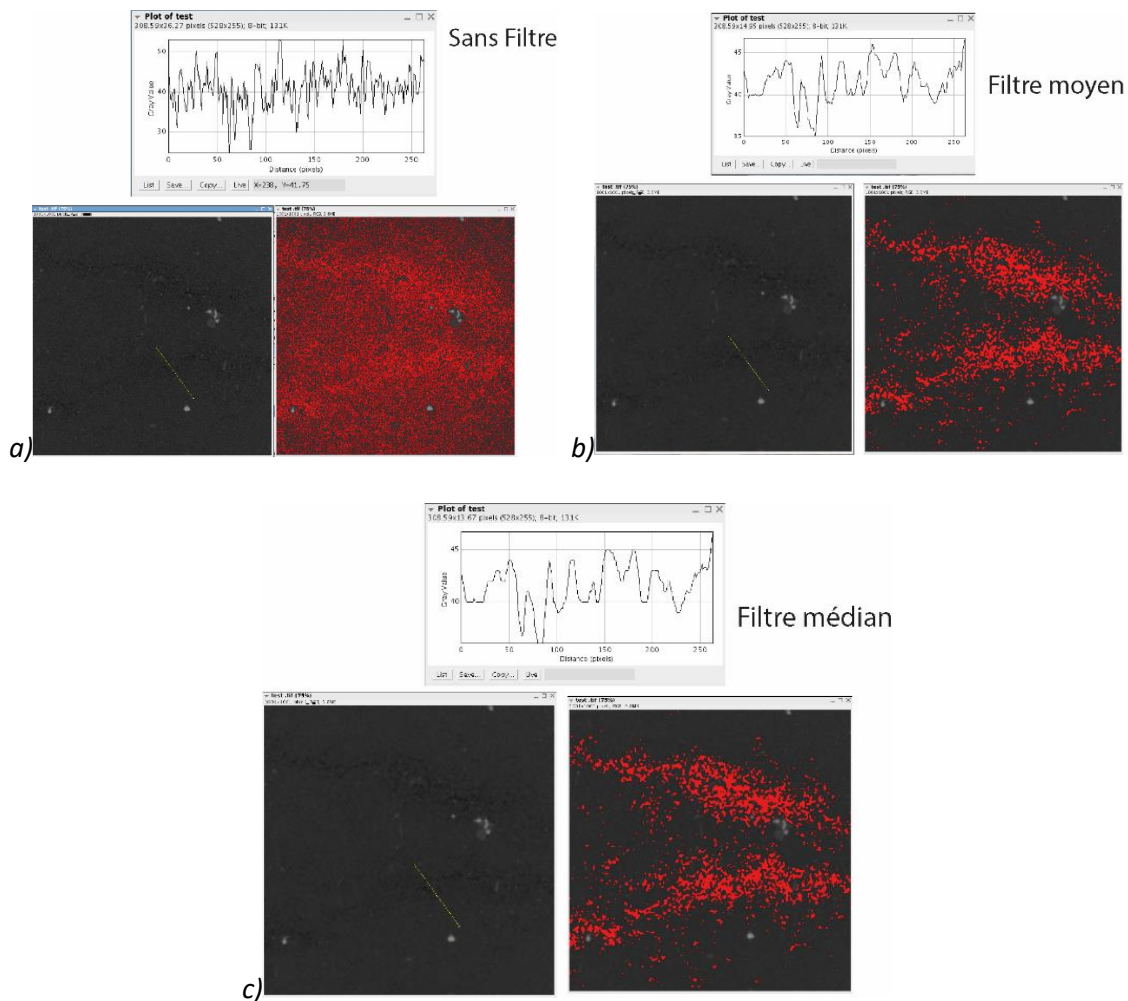


Figure 48 : traitement sous Image J d'un volume 3D (San1-6mm) a) signal et image 2D sans filtre, b) signal et image 2D traitée avec le filtre moyen de taille 4\*4\*4 pixels et c) signal et image 2D traitée avec le filtre médian de taille 2\*2\*2 pixels

## 6.2. Traitement qualitatif des images sous VGStudio Max

Les images 3D obtenues, soit directement après reconstruction soit après traitement sous image J, peuvent ensuite être analysées de façon qualitative sous le logiciel VGStudio Max (<https://www.volumegraphics.com/fr/products/vgstudio-max.html>).

Le volume initial pour chaque échantillon est trop important pour être analysé directement. Ainsi, plusieurs volumes de taille différente vont être réalisés afin d'optimiser l'analyse.

Pour les échantillons naturels, deux volumes de 1000 pixels de côtés et de résolution 12 et 3  $\mu\text{m}$  sont réalisés afin de visualiser l'ensemble des structures à différente échelle. Puis des volumes de 500 et 100 pixels de côtés et de résolution 3  $\mu\text{m}$  sont également réalisés afin de calculer et de comparer la porosité avec les images MEB 2D.



Pour les échantillons expérimentaux, le premier volume réalisé correspond au volume initial afin de mettre en évidence la porosité connectée. Puis un deuxième volume de 1000 pixels de côté et de résolution 1.4  $\mu\text{m}$  est réalisé afin de quantifier et de visualiser la distribution de la porosité.

Une fois les volumes réalisés, une segmentation des différentes phases peut être effectuée. En effet, lors du scan de l'échantillon, les rayons X vont traverser ce dernier différemment selon la densité des constituants, permettant ainsi d'individualiser les différents constituants de l'échantillon. Cette segmentation est guidée par l'histogramme de l'image. Les différentes phases sont disposées de la plus sombre (unité 0) à la plus claire (unité 255, lorsque l'image est codée en 8 bits). Grâce aux différents pics de l'histogramme, il est possible de séparer les phases et donc de les mettre en évidence par un jeu de couleur. On obtient alors une image décomposée permettant une visualisation optimale de l'ensemble de l'échantillon, mais également de chaque phase séparément.

Ce traitement permet de bien visualiser et de quantifier la porosité des échantillons, ainsi que la morphologie de certains cristaux, car en effet les cristaux denses sont difficilement observables car noyés dans la matrice.

### **6.3. Traitement quantitatif des échantillons expérimentaux sous Blob3D**

Les échantillons expérimentaux vont pouvoir être analysés par le logiciel Blob3D (<https://www.ctlab.geo.utexas.edu/software/blob3d/>), permettant l'individualisation des bulles et ainsi le calcul de leurs volumes 3D, leurs surfaces 3D et leurs rapports de forme.

Pour cela, un volume de 646 x 643 x 531 pixels de côté et de résolution 1.4  $\mu\text{m}$  a été réalisé à partir du volume initial sous VGStudio Max. Un stack image de ce volume préalablement seuillé, avec en blanc les bulles, est ensuite extrait. L'ensemble de ces images sont introduites dans le logiciel Blob3D. Ce dernier va dans un premier temps permettre de réaliser une segmentation selon les critères préalablement définis et indiquer quels voxels appartiennent à quels objets (matrice=0 et bulles=1). Dans un second temps, une séparation va être réalisée, permettant de distinguer les ensembles de voxels des voxels isolés et ainsi séparer les objets interconnectés (ou en contact) des objets individuels. Après l'analyse, une extraction permet de récupérer les données des différents objets séparés (volume, taille, forme, orientation...). Cette analyse permet ainsi d'obtenir une vue 3D des bulles et leurs volumes, afin de déterminer la distribution de taille de ces dernières en 3D.

## **III. Expériences réalisées**

Les quatre séries expérimentales, dont les résultats vont être présentés dans le chapitre 4, ont été réalisées suivant le protocole expérimental détaillé dans le chapitre 2 (§3.). La série à 0% de cristaux

est réalisée avec un verre HPG8 hydraté à 5 pds% d'H<sub>2</sub>O à 170 MPa et 950°C pendant 96 heures. Pour les séries à 10, 30 et 50% de cristaux, le verre silicaté est hydraté à 10 pds% d'H<sub>2</sub>O, 400 MPa, 750°C et 950°C pendant environ 60 heures. Les conditions de présynthèse sont différentes de celle de la série à 0% de cristaux car pour cette dernière nous souhaitions éviter la présence d'un trop grand excès d'eau dans les capsules. Pour chacune des séries, trois échantillons ont été réalisés, puis déformés à 50 MPa et 750°C (pour les séries à 10, 30 et 50%) et 650°C (pour la série à 0%), à une vitesse de  $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et des taux de déformation finie ( $\gamma$ ) compris entre 0 et 1.8. L'ensemble des conditions expérimentales sont synthétisées dans le **Tableau 6**.

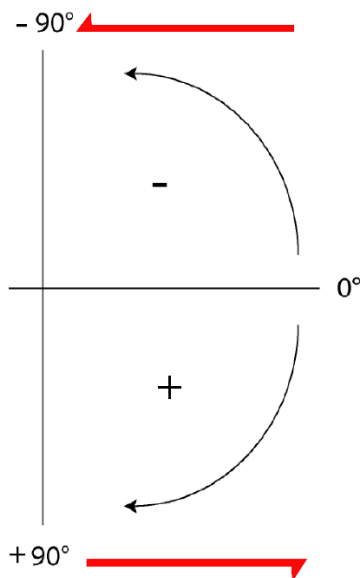
Echantillons #	Series #	$\Phi_{c\_melt\_3D}^a$ (vol%)	$H_2O_i^b$ (wt%)	Conditions de formation des bulles pre-déformation								Déformation à P-T ( $\gamma_r = 2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ )	
				Avant décompression			Décompression (850°C)			Refroidissement à P			
				$P_i$ (MPa)	$T_i$ (°C)	Dwell1 (min)	P (MPa)	$\tau_{DP}^c$ (min)	Dwell2 (min)	T (°C)	Dwell3 (min)	$\tau_{def}^c$ (min)	$\gamma$
Pp17	serie0	0	5.0	300	850	15	50	19	45	650	15	-	0
Pp16	serie0	0	5.0	300	850	15	50	18	45	650	15	60	0.6
Pp15	serie0	0	5.0	300	850	15	50	18	45	650	15	120	1.3
Pp5	serie10	21	9.6	300	850	15	50	16	45	750	240	-	0
Pp7	serie10	21	9.6	300	850	15	50	18	45	750	15	60	0.6
Pp6	serie30	50	9.6	300	850	15	50	9	45	750	15	-	0
Pp8	serie30	50	9.6	300	850	15	50	19	45	750	15	60	0.6
Pp9	serie30	50	9.6	300	850	15	50	16	45	750	15	164	1.8
Pp12	serie50	70	9.6	300	850	15	50	18	45	750	15	-	0
Pp11	serie50	70	9.6	300	850	15	50	20	45	750	15	62	0.6
Pp10	serie50	70	9.6	300	850	15	50	17	45	750	15	145	1.5

**Tableau 6** : Tableau général des conditions expérimentales avec : a  $\Phi_{c\_melt\_3D}$  la teneur en cristaux de plagioclase ajouté manuellement à la poudre d'HPG8 hydratée ; b  $H_2O_i$  est la teneur en H<sub>2</sub>O du verre hydraté qui est utilisé pour les expériences en Presse Paterson, calculé d'après [Newmann and Lowerstern, 2002](#) à 950°C et 170 MPa (pour la série sans cristaux) ou 400 MPa (pour les séries contenant des cristaux) ;  $\tau_{DP}$  et  $\tau_{def}$  sont les temps respectifs de décompression et de déformation.



## Chapitre 4 : Analyses compositionnelle et texturale 2D des échantillons expérimentaux déformés en torsion

Pour chacune des séries de déformation, une analyse texturale a été effectuée au microscope électronique à balayage (MEB ; Université d'Orléans, ISTO, BRGM), afin d'analyser les fabriques et les populations de bulles et de cristaux. Les résultats présentés ci-dessous sont issus de coupes longitudinales perpendiculaires au plan de cisaillement et parallèles à la direction de cisaillement. Pour chaque échantillon, plusieurs images ont été analysées, afin d'assurer une représentativité statistique pour les échantillons homogènes et de mettre en évidence les différentes textures et structures observées pour les échantillons hétérogènes. L'orientation des différentes fabriques obtenues, calculée par le logiciel SPO2003, sont données par rapport à la verticale, de 0° à 180°. Dans cette étude, les orientations ont été recalculées par rapport à l'horizontal qui correspond à la direction de cisaillement. Les valeurs ont ainsi été replacées sur un repère uni-axial allant de -90° à 90°, ou 0° est placé à l'horizontal (Figure 49).



*Figure 49 : Définition des directions d'orientation utilisées dans cette étude. Valeurs comprises entre [-90° ; +90°] avec 0° parallèle à la direction de cisaillement.*

### I. Compositions chimiques des échantillons

#### 1. Compositions en éléments majeurs des verres et des cristaux

L'évolution compositionnelle de nos échantillons avant et après déformation a été réalisée à partir des données obtenues par microsonde. En effet, lors de l'expérience, la composition initiale de notre verre

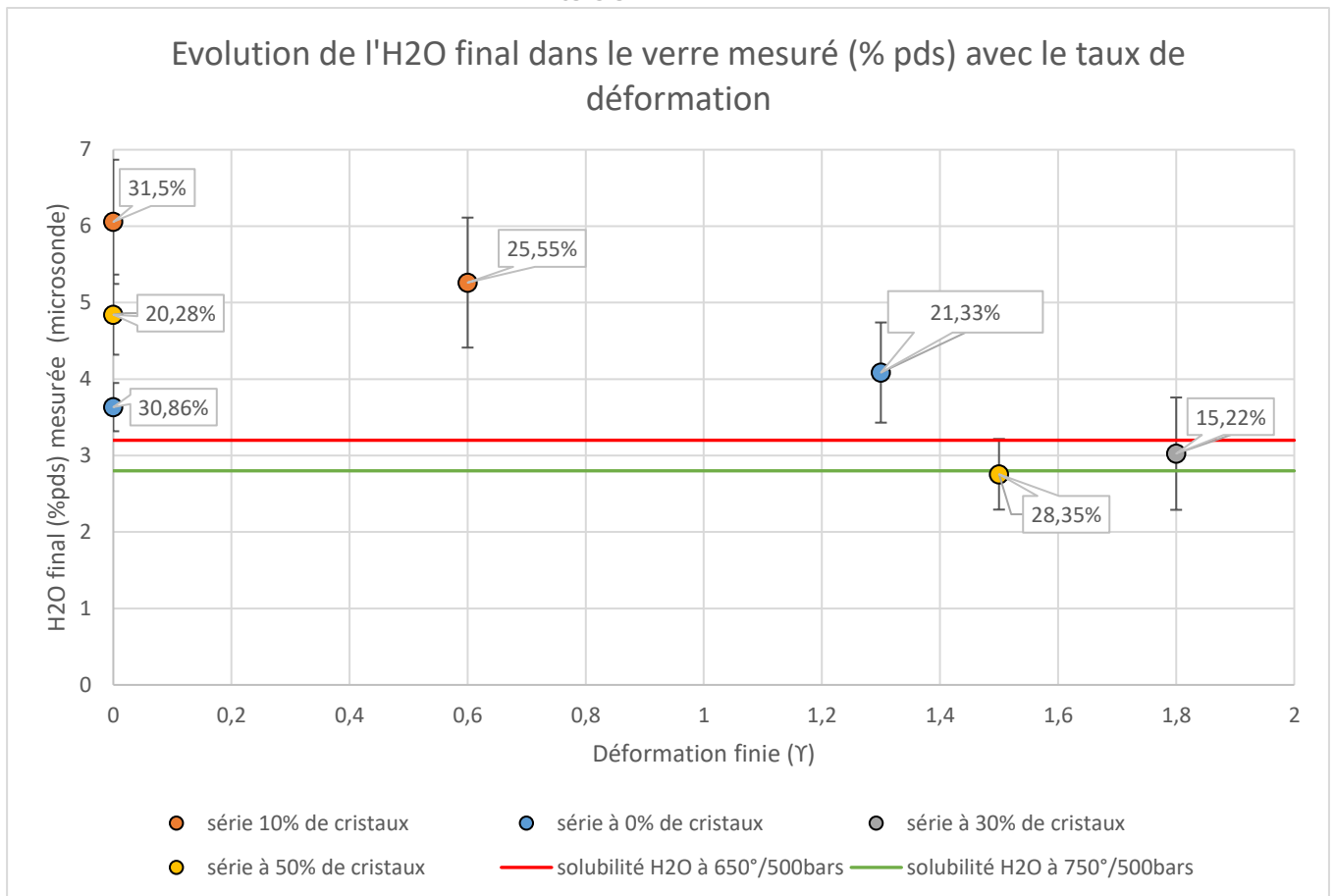
(HPG8, § Chapitre 2. 1.1) peut changer soit par dissolution soit par cristallisation partielle des cristaux, et éloigner ainsi l'HPG8 de sa composition eutectique, modifiant alors les données de solubilité, de viscosité ou encore de diffusivité de l'H<sub>2</sub>O déterminées sur la composition de l'HPG8. L'analyse compositionnelle des verres silicatés avant et après déformation (Tableau 7) montre peu de variation chimique par rapport à la composition HPG8, notamment d'enrichissement ou d'appauvrissement en CaO pouvant traduire respectivement une dissolution ou une cristallisation pendant l'expérience. Seuls les échantillons Pp10 glass et Pp9 glass présentent une augmentation de CaO avec notamment pour Pp9 glass une légère diminution de SiO<sub>2</sub>, pouvant mettre en évidence une certaine dissolution. Cependant ces variations restent relativement faibles. On peut donc dire que nos verres silicatés restent relativement proches de la composition d'HPG8 de départ et que les réactions chimiques entre les cristaux et le verre sont négligeables.

Echantillons	% cristaux	Déformation finie (Y)	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	Total	H <sub>2</sub> O moy final (pds%)
HPG8	0	0	4.6	4.2	78.6	12.5	0	100	0
Pp12 cristaux*			5.4	0.3	55.6	28.1	10.6	100	
Pp12 glass*	50	0	3.1	4.9	78.7	12.6	0.8	100	4.9
Pp5 glass*	10	0	3.9	4.3	77.5	13.6	0.7	100	6.1
Pp7 glass**	10	0.6	3.8	3.7	78.9	13.0	0.7	100	5.3
Pp15 glass**	0	1.3	4.2	3.9	79.5	12.5	0.0	100	4.1
Pp10 glass**	50	1.5	3.4	3.6	77.0	14.0	2.0	100	2.8
Pp9 glass**	30	1.8	3.8	3.6	75.7	14.8	2.0	100	3.0
Pp17 glass**	0	0	4.3	3.8	79.5	12.4	0.0	100	3.6
Pp17 glass*	0	0	4.2	4.0	79.4	12.4	0.0	100	4.4

Tableau 7 : Tableau des compositions anhydres moyennes en poids d'oxydes (recalculé sur 100%) des verres silicatés et des cristaux, ainsi que la teneur en eau moyenne finale des échantillons déformés et non déformés contenant 0, 10, 30 et 50 vol% de cristaux obtenus par analyse à la microsonde lors des séances 1\* et 2\*\*.

## 2. Teneur en eau finale des verres silicatés

La teneur en eau moyenne dans les verres résiduels des produits d'expérience a également été mesurée par microsonde (Tableau 7), afin de vérifier les conditions d'exsolution de l'eau (accord avec les modèles de solubilités dans les liquides rhyolitiques à 50 MPa) (Figure 50).



**Figure 50 :** Evolution de la teneur en eau moyenne du verre résiduel mesurée par microsonde pour les séries expérimentales à 0, 10 et 50% de cristaux au cours de la déformation. Seul l'échantillon déformé à  $Y=1.8$  a pu être analysé pour la série à 30% de cristaux. Pour chaque point, l'étiquette indique le pourcentage de bulle mesuré et la barre d'erreur représente l'incertitude statistique sur les analyses réalisées. Les droites rouge et verte correspondent aux seuils de solubilité de l'eau établis par le modèle Volatilcalc (Newman et Lowenstern, 2002) pour 650°C/50 MPa et 750°C/50 MPa.

### 2.1. Echantillons non déformés

Pour les échantillons non déformés, l'analyse montre que pour la série à 0% de cristaux, la quantité d'eau finale mesurée est très proche de celle calculée par le modèle de solubilité (Figure 50), ce qui veut dire que toute l'eau est sortie du liquide silicaté pendant l'expérience. Pour les échantillons non déformés des séries à 10 et 50% de cristaux, la quantité d'eau mesurée est supérieure à celle calculée, indiquant qu'une partie de l'eau est restée dans le liquide silicaté. L'échantillon non déformé de la série à 30% de cristaux n'a pas pu être analysé par manque de matériel.

Afin de savoir si toute l'eau qui est sortie du liquide, est sortie sous forme de bulles, nous avons calculé le pourcentage théorique de bulles obtenus avec la quantité d'eau finale mesurée. En considérant une teneur en eau initiale dans le verre de 10.5 pds% pour les séries à 10, 30 et 50% de cristaux (valeur mesurée par l'analyseur élémentaire pour une hydratation réalisée dans les mêmes conditions que

celles de l'expérience) et à 5.5 pds% pour la série à 0% de cristaux, la fraction gazeuse calculée par l'équation de Jaupart et Allègre (1991) indique une différence de  $\pm 10\%$  avec les porosités mesurées pour les 3 séries à 0, 10 et 50% de cristaux (Figure 51). En considérant une erreur de  $\pm 5\%$  sur le calcul, on peut dire que toute l'eau qui est sortie du liquide, est sortie sous forme de bulles pour les échantillons non déformés des 3 séries.

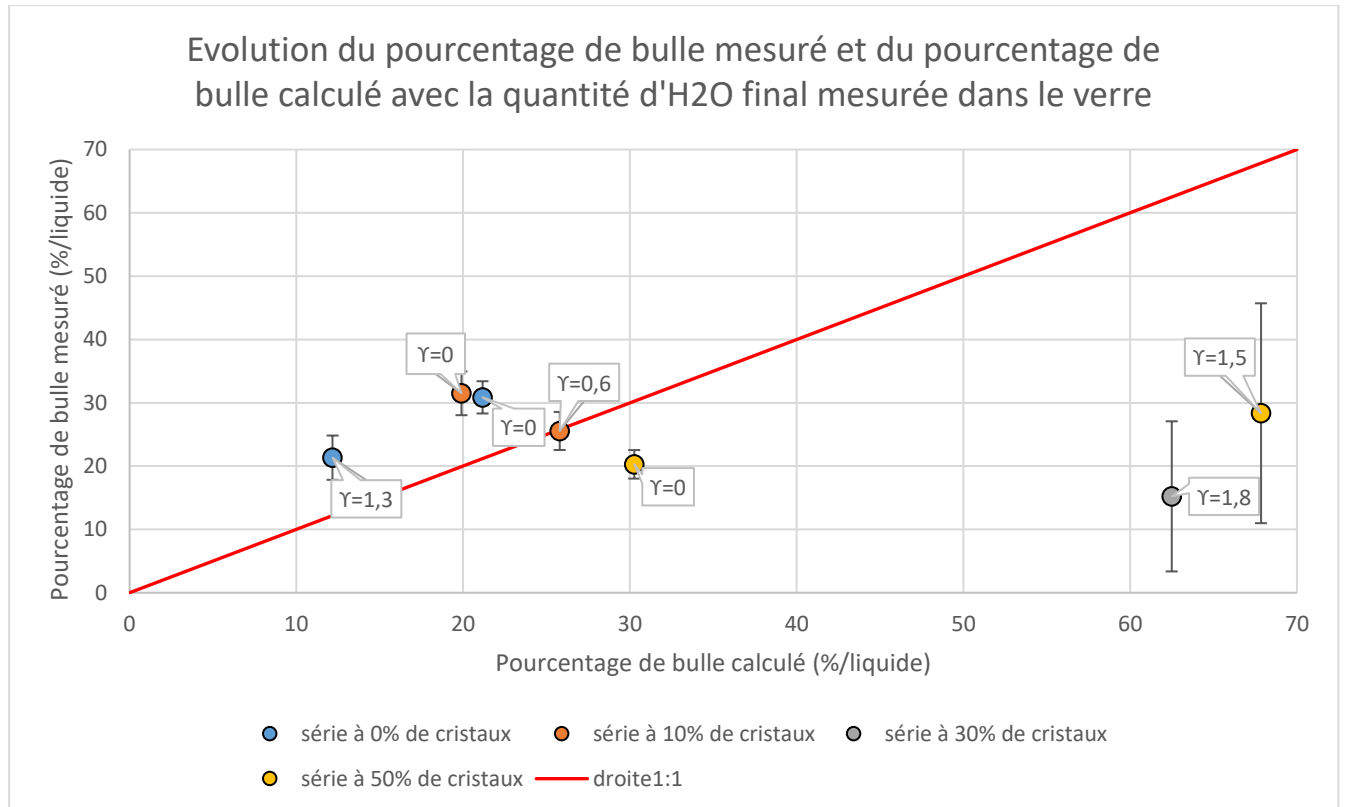


Figure 51 : Evolution du pourcentage de bulles mesuré en fonction du pourcentage de bulles calculé avec la teneur en eau finale mesurée par microsonde pour les séries à 0, 10 et 50% de cristaux et l'échantillon déformé à  $\gamma=1.8$  de la série à 30% de cristaux. Pour chaque point, l'étiquette indique la déformation finie subi par l'échantillon. Les barres verticales associées à chaque point correspondent aux incertitudes statistiques mesurées sur les images traitées.

## 2.2. Echantillons déformés

Les analyses ont ensuite été réalisées sur les échantillons les plus déformés des 4 séries expérimentales (0, 10, 30 et 50% de cristaux), afin d'observer l'évolution des teneurs en eau avec la déformation (Figure 50). De façon générale, la quantité d'eau finale mesurée diminue avec la déformation et se rapproche de celle définie par le modèle de solubilité (particulièrement bien illustrée par la série à 50% de cristaux), ce qui signifie que l'eau continue à sortir du liquide pendant la déformation.

Pour les séries à 0 et 10% de cristaux, cette diminution est peu ou pas significative, avec une variation de moins de 1 pds% (barre d'erreur de l'analyse) de la teneur en eau finale entre les échantillons non déformés et déformés. Nous considérons donc que pour ces échantillons il n'y a peu de variation de la

teneur en eau finale avec la déformation. De plus, les pourcentages de bulles mesurés pour les échantillons déformés sont relativement identiques aux pourcentages de bulles calculés dans une incertitude de  $\pm 10\%$  (Figure 51), signifiant que toute l'eau qui est sortie du liquide est sortie sous forme de bulles.

A contrario pour les séries à 30 et 50% de cristaux, le pourcentage de bulles mesuré (20-30 vol%) pour l'échantillon déformé est très inférieur au pourcentage de bulles calculé (6-70 vol% ; Figure 51), malgré une exsolution de 2 pds% d'eau pendant la déformation de l'échantillon à 50% de cristaux (Figure 52). Ce qui veut dire que seule la moitié de l'eau qui sort du liquide, sort sous forme de bulles et que l'autre moitié sort sous une autre forme, potentiellement par diffusion.

Ces résultats mettent en évidence que pour les trois séries analysées (0, 10 et 50% de cristaux), seule la série à 0% de cristaux exsolve toute son eau dès l'échantillon non déformé, les autres présentant des teneurs en eau résiduelles dans le verre supérieures à la solubilité attendue à 50 MPa. Cependant, dans les trois séries, l'eau qui sort du liquide sort principalement sous forme de bulles, et on observe peu de variation du pourcentage de bulles mesuré pendant la déformation.

## II. Analyse de la population des bulles

### 1. Fraction de bulles obtenues

#### 1.1. Pourcentage de bulles mesuré

Les fractions de bulles obtenues ont été déterminées par le traitement des images MEB sous SPO 2003. Pour un échantillon, plusieurs images MEB ont été analysées afin d'avoir une représentation globale de l'échantillon (Figure 52 ; Annexe A). Pour chaque image, un pourcentage surfacique de bulles est obtenu, puis une moyenne de ces pourcentages est calculée. Les résultats présentés ci-dessous sont les pourcentages des bulles recalculés sans les cristaux (c'est-à-dire calculés sur le liquide+bulles).

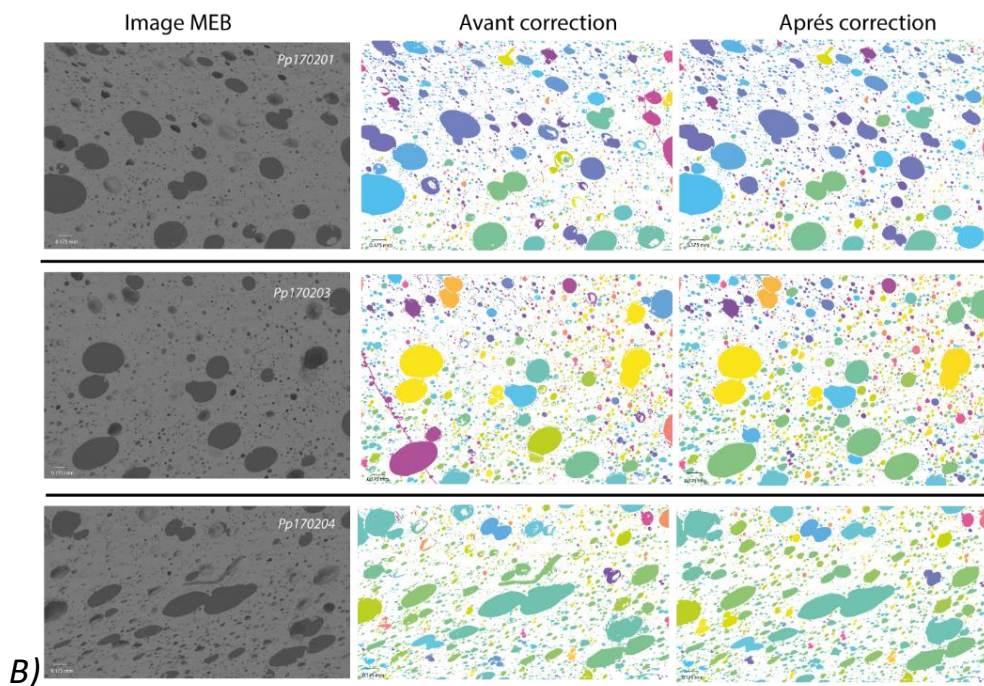
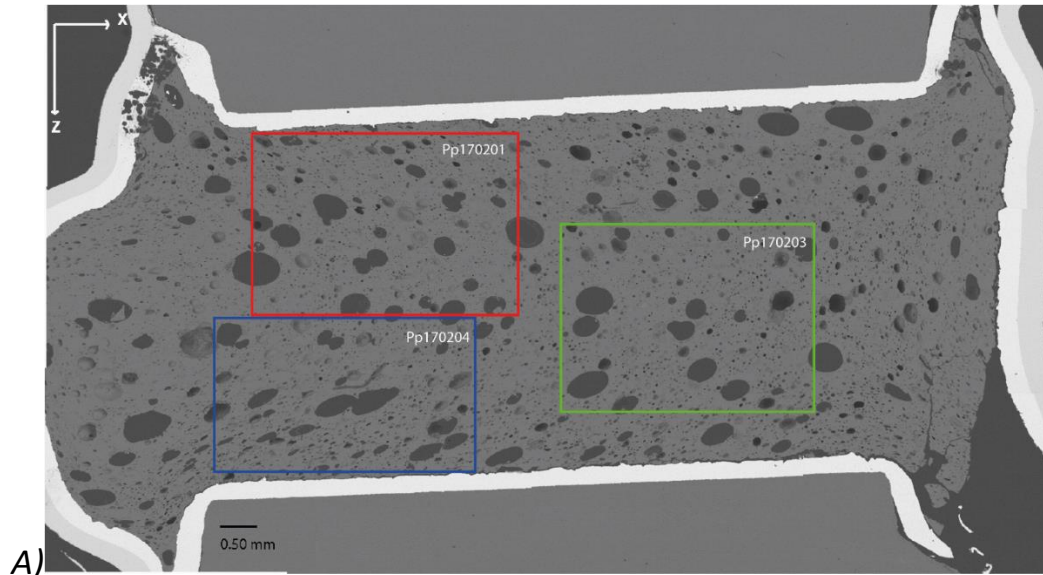
##### 1.1.1. *Echantillons non déformés*

Pour chaque échantillon non déformé, la fraction de bulle est calculée théoriquement avec l'équation de Jaupart et Allègre (1991) (chapitre 2 §1.4. Eq.10). La Figure 53 met en évidence un écart significatif entre les valeurs moyennes obtenues et les valeurs attendues. En effet, on obtient une différence de 30 à 40% pour les séries à 10, 30 et 50% de cristaux. Seule la série à 0% de cristaux a un pourcentage de bulles proche du pourcentage théorique (29 vol% mesuré contre 31 vol% calculé) (Tableau 8).



**Série à 0% de cristaux**

**$\gamma=0$**



*Figure 52 : Exemple de traitement d'image MEB sous SPO2003 pour l'échantillon à 0% de cristaux et non déformé. Trois images ont été sélectionnées et analysées séparément afin d'avoir une représentation globale de l'ensemble de l'échantillon.*

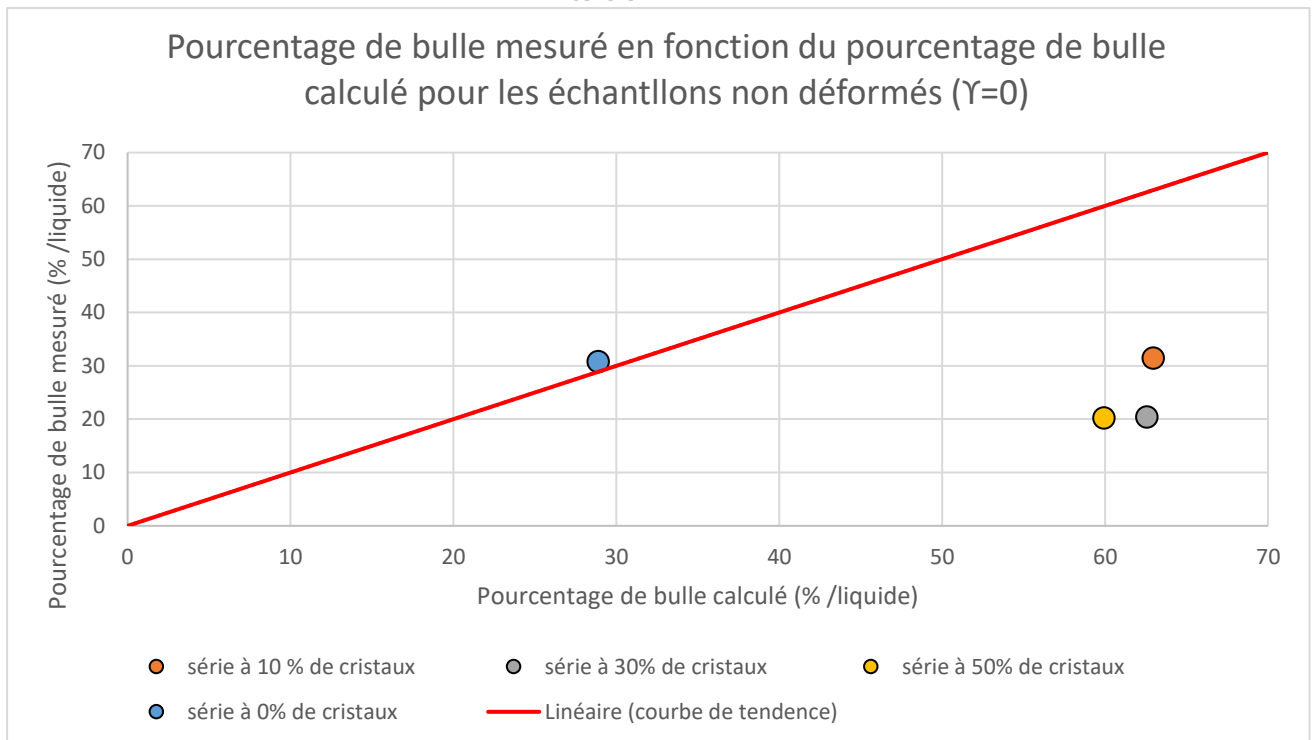


Figure 53 : Graphique montrant les pourcentages de bulles obtenus pour les échantillons non déformés (les barres d'erreurs sont présentées dans le tableau 8) en fonction des pourcentages théoriques calculés par l'équation de Jaupart et Allègre (1991).

	Pourcentage théorique (Jaupart et Allègre, 1991)	Pourcentage moyen mesuré	Différence entre pourcentage calculé et mesuré
Série 0 % de cristaux	28.8	30.8 ( $\pm 2.5$ )	2.0
Série 10 % de cristaux	62.9	31.5 ( $\pm 3.4$ )	31.4
Série 30% de cristaux	62.5	20.4 ( $\pm 3$ )	42.1
Série 50% de cristaux	59.9	20.2 ( $\pm 2.2$ )	39.7

Tableau 8 : Pourcentage théorique (sur le liquide silicaté) calculé avec l'équation de Jaupart et Allègre (1991) en fonction du pourcentage mesuré (sur le liquide silicaté) pour les échantillons non déformés de chaque série expérimentale. Les incertitudes correspondent à l'erreur statistique du traitement des différentes images.

### 1.1.2. Échantillons déformés

Le pourcentage de bulles obtenu sur les échantillons non déformés évolue avec la déformation (Figure 54). En effet, on observe une diminution du pourcentage de bulles pour les séries à 0 et 10% de cristaux avec la déformation. Pour la série à 30% de cristaux, on observe dans un premier temps une augmentation de la porosité pour l'échantillon déformé à  $\gamma=0.6$  puis une diminution pour l'échantillon déformé à  $\gamma=1.8$ . Pour la série à 50% de cristaux, on constate une augmentation de ce pourcentage de bulles avec la déformation (Tableau 9).

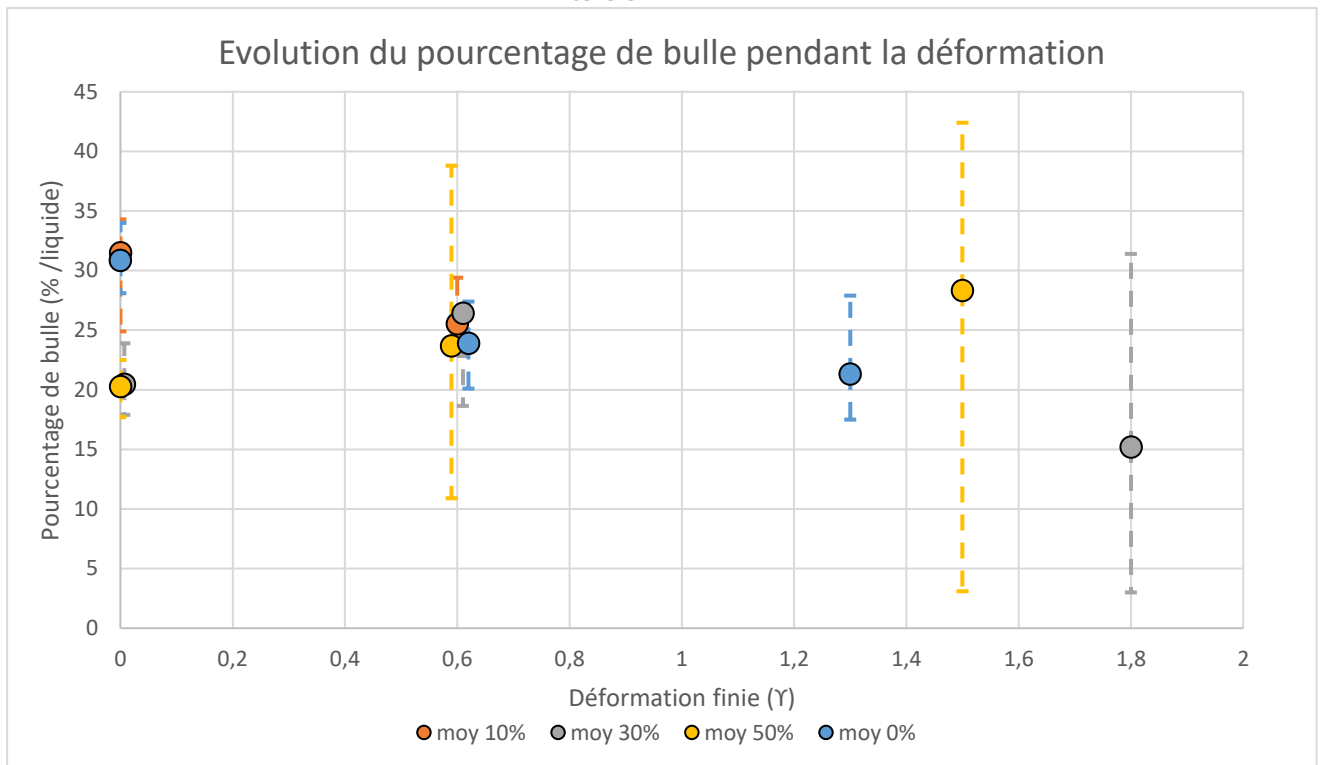


Figure 54 : Evolution des pourcentages de bulles pour l'ensemble des séries pendant la déformation. Les barres ne correspondent pas à des incertitudes statistiques (tableaux 8 et 9) mais représentent les gammes de valeurs minimales et maximales obtenues

	Pourcentage volumique à $\gamma=0.6$	Pourcentage volumique à $1.3 < \gamma < 1.8$
Série 0% de cristaux	23.8 ( $\pm 2.2$ )	21.3 ( $\pm 3.5$ )
Série 10% de cristaux	25.5 ( $\pm 3$ )	-
Série 30% de cristaux	26.4 ( $\pm 2.9$ )	15.2 ( $\pm 11.8$ )
Série 50% de cristaux	23.6 ( $\pm 10.3$ )	28.3 ( $\pm 17.3$ )

Tableau 9 : Pourcentage de bulles obtenu pour les échantillons déformés à des déformations finies inférieures à  $\gamma=2$  (les valeurs entre parenthèses donnent l'erreur statistique sur les images traitées).

### 1.2. Distribution spatiale des bulles

Les échantillons non déformés présentent une distribution spatiale relativement homogène des bulles, qui peut notamment être observée au niveau des gammes de valeurs de porosité obtenues sur la Figure 54 et dans le Tableau 9. Cependant, pour les échantillons déformés, on observe une augmentation de ces gammes de valeurs notamment pour les séries les plus cristallisées. En effet, pour la série à 30% de cristaux, la variabilité passe de 3 pour les échantillons déformés à  $\gamma=0.6$  à 12 pour ceux déformés à  $\gamma=1.8$  (Figure 54 et Tableau 9). On constate la même chose pour la série à 50%, pour laquelle les échantillons déformés à  $\gamma=0.6$  présentent une variabilité de 10 et pour ceux déformés à



$\gamma=1.5$  une variabilité de 17. L'augmentation de la variabilité autour des mesures de porosité pour ces séries fortement cristallisées se traduit dans les images MEB par une réorganisation des bulles avec la déformation qui va créer des zones riches et des zones pauvres en bulles (Figure 55).

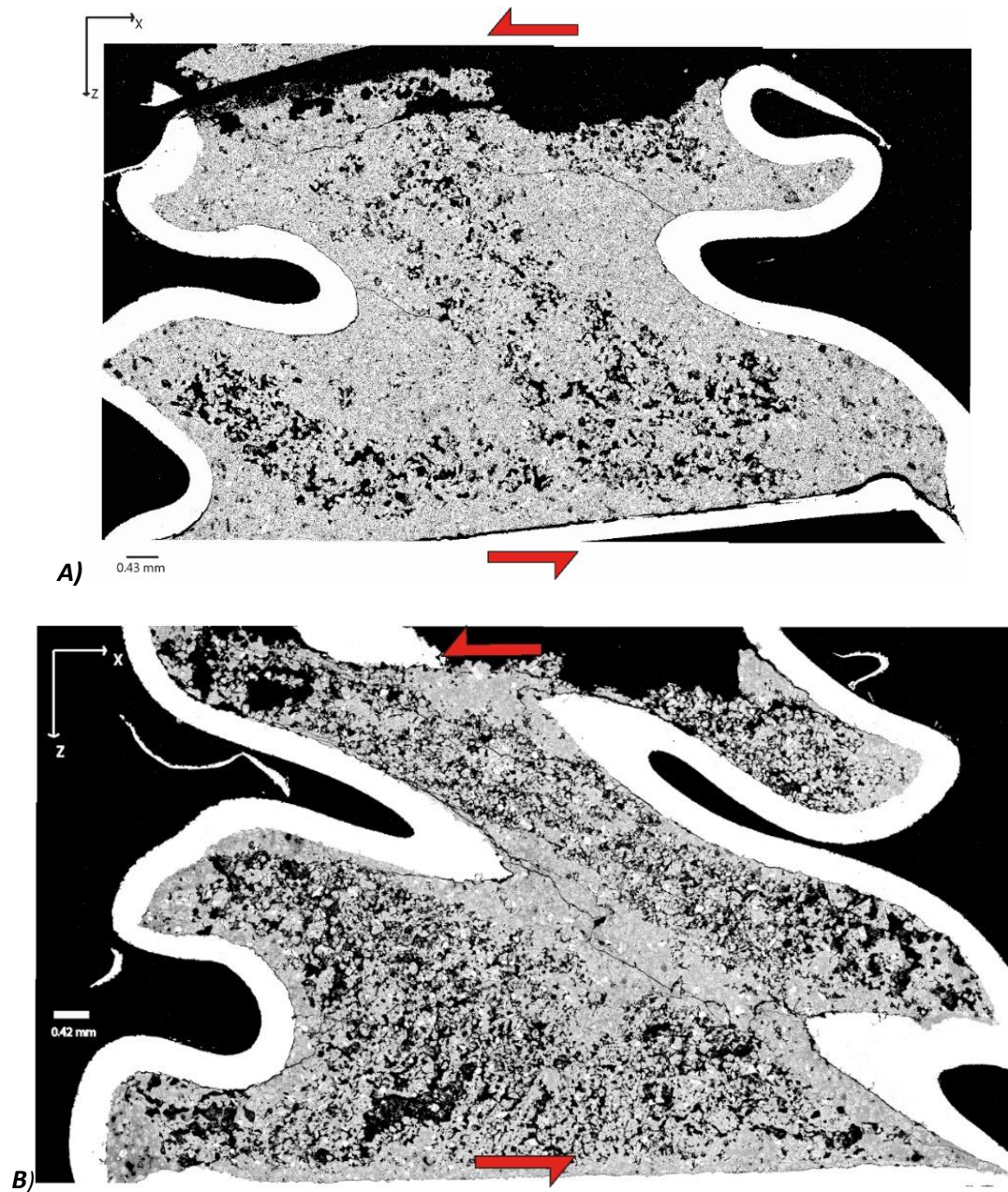


Figure 55 : Répartition hétérogène des bulles A) pour la série à 30% de cristaux et déformée à  $\gamma= 1.8$  et B) pour la série à 50% de cristaux et déformée à  $\gamma=1.5$

## 2. Distribution de taille des bulles (BSD)

La BSD est calculée à partir des données obtenues par l'analyse des images MEB sous le logiciel SPO2003. Pour chaque série contenant 2 à 3 échantillons, plusieurs images MEB par échantillon ont été analysées ([Annexe A et B](#)). Les diamètres équivalents définis, correspondent au diamètre d'un objet circulaire de même surface que l'objet analysé.

### 2.1. Echantillons non déformés

Les données de BSD obtenues ont été rassemblées dans un histogramme général montrant la fréquence des bulles par rapport au diamètre équivalent ([Figure 56.1](#)) et un second histogramme montrant plus particulièrement les bulles de tailles supérieures à 60  $\mu\text{m}$  (peu visibles sur l'histogramme général ; [Figure 56.2](#)).

L'analyse de la série à 0% de cristaux ([Figure 56A](#)), réalisée sur 12680 objets, montre une BSD relativement dispersée avec notamment la présence d'une forte population de petits diamètres entre 0 et 40  $\mu\text{m}$ . On voit également la présence de deux populations dispersées de taille entre 40 et 120  $\mu\text{m}$  et entre 120 et 240  $\mu\text{m}$ , puis une dernière de diamètre supérieur à 240  $\mu\text{m}$  et allant jusqu'à 600  $\mu\text{m}$ , qui regroupe principalement des bulles isolées. Ces deux dernières populations se voient peu sur l'histogramme général car leurs fréquences sont beaucoup plus faibles que celle des petits diamètres.

L'analyse de la série à 10% de cristaux ([Figure 56B](#)), réalisée sur 7832 objets, montre également BSD relativement dispersée avec notamment la présence d'une forte population de petits diamètres entre 0 et 20  $\mu\text{m}$ . On voit également la présence de deux populations dispersées de taille entre 20 et 180  $\mu\text{m}$  et entre 180 et 340  $\mu\text{m}$ , puis une dernière de diamètre supérieur à 340  $\mu\text{m}$  et allant jusqu'à 500  $\mu\text{m}$ , qui regroupe principalement des bulles isolées. Ces deux dernières populations se voient peu sur l'histogramme général car leurs fréquences sont beaucoup plus faibles que celle des petits diamètres.

L'analyse de la série à 30% de cristaux ([Figure 56C](#)), réalisée sur 13991 objets, montre une BSD relativement dispersée avec notamment la présence d'une forte population de petits diamètres entre 0 et 20  $\mu\text{m}$ . On voit également la présence d'une population dispersée de taille entre 20 et 180  $\mu\text{m}$  ainsi que la présence de bulles de diamètre supérieur à 200  $\mu\text{m}$  et allant jusqu'à 300  $\mu\text{m}$ , regroupant principalement des bulles isolées. Comme précédemment, ces deux dernières populations se voient peu sur l'histogramme général car leurs fréquences sont beaucoup plus faibles que celle des petits diamètres.

L'analyse de la série à 50% de cristaux ([Figure 56D](#)), réalisée sur 31322 objets, montre une BSD relativement dispersée avec la présence d'une forte population de petit diamètre entre 0 et 20  $\mu\text{m}$ . On observe également une deuxième population de taille entre 20 et 120  $\mu\text{m}$  puis une troisième entre

120 et 220  $\mu\text{m}$ . Au-delà de 220  $\mu\text{m}$ , les fréquences sont très faibles et regroupent principalement des bulles isolées. Comme précédemment ces trois dernières populations se voient peu sur l'histogramme général car leurs fréquences sont beaucoup plus faibles que celle des petits diamètres.

Les résultats présentés ci-dessus mettent donc en évidence une BSD dispersée, avec une forte population de bulles à petits diamètres inférieurs à 20  $\mu\text{m}$ , ainsi qu'une population de tailles très dispersée entre 20 et 200  $\mu\text{m}$ , et des diamètres pouvant aller jusqu'à 500-600 $\mu\text{m}$ . Toutefois, ces analyses réalisées en deux dimensions correspondent à l'analyse d'une multitude de coupes ne permettant pas de donner de façon précise le diamètre moyen de nos bulles. Des calculs permettent de déterminer la taille des bulles en 3D à partir d'analyses 2D, mais ils ne s'appliquent qu'à une population unimodale de bulles aux formes comparables, ce qui n'est pas le cas des bulles de nos échantillons. Les résultats obtenus en utilisation le logiciel de Higgins (2000) ont donné des résultats majoritairement aberrants. Nous avons donc effectué des analyse 3D au micro-tomographe (chapitre suivant).

## 2.2. Evolution de la distribution de taille des bulles avec la déformation

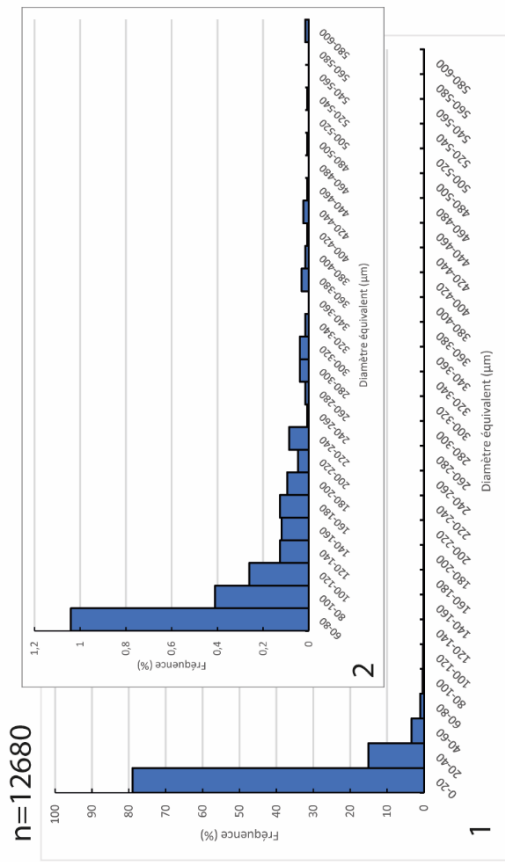
Afin d'étudier l'évolution des bulles au cours de la déformation, nous avons analysé la BSD des échantillons déformés.

Les résultats présentés ci-dessous mettent en évidence le diamètre équivalent ( $\mu\text{m}$ ) en fonction de la fréquence cumulée pour l'ensemble des échantillons de chaque série (Figure 57). Nous venons de voir précédemment que nos échantillons présentent deux types de population, une inférieure à 20  $\mu\text{m}$  et une population très dispersée comprise entre 20 et 180  $\mu\text{m}$ . De plus, les données ci-dessous montrent pour chaque série qu'au-delà de 180  $\mu\text{m}$  les courbes marquent un palier qui témoigne d'une faible fréquence de bulles pour ces diamètres. Nous allons nous intéresser plus particulièrement à l'évolution de la distribution de taille des bulles de diamètres inférieurs à 180  $\mu\text{m}$ .

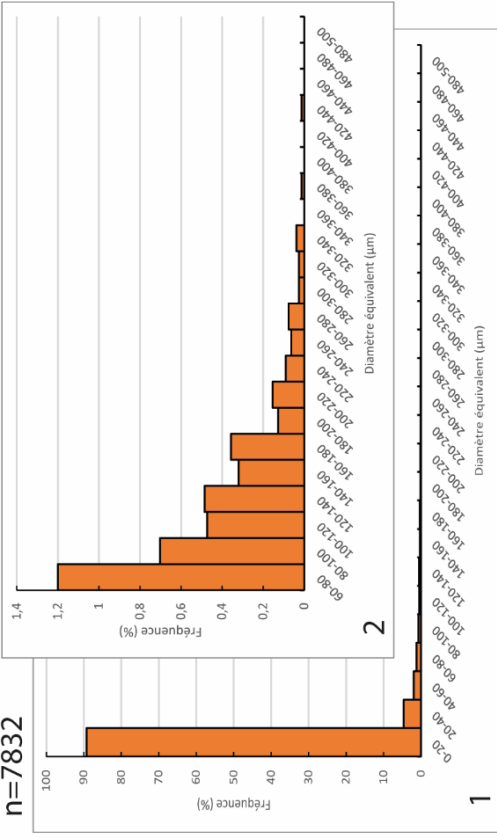
Pour la série à 0% de cristaux (Figure 57.a), l'échantillon non déformé (ligne rouge) montre une augmentation brutale de la pente pour les diamètres inférieurs à 20  $\mu\text{m}$  puis un adoucissement progressif de cette pente jusqu'à atteindre un palier au-delà de 180  $\mu\text{m}$ . Les courbes des échantillons déformés à  $\gamma=0.6$  et 1.3 (en gris clair et gris foncé) présentent la même allure que la courbe de l'échantillon non déformé et sont situées au-dessus de cette dernière. Cette position met en évidence une augmentation de la fréquence cumulée pour les bulles de petites tailles ( $< 40 \mu\text{m}$ ). Ceci indique donc que pour les échantillons déformés, on observe une plus grande population de petites bulles.

Histogrammes l'évolution de la fréquence de bulle (%) en fonction du diamètre équivalent ( $\mu\text{m}$ )

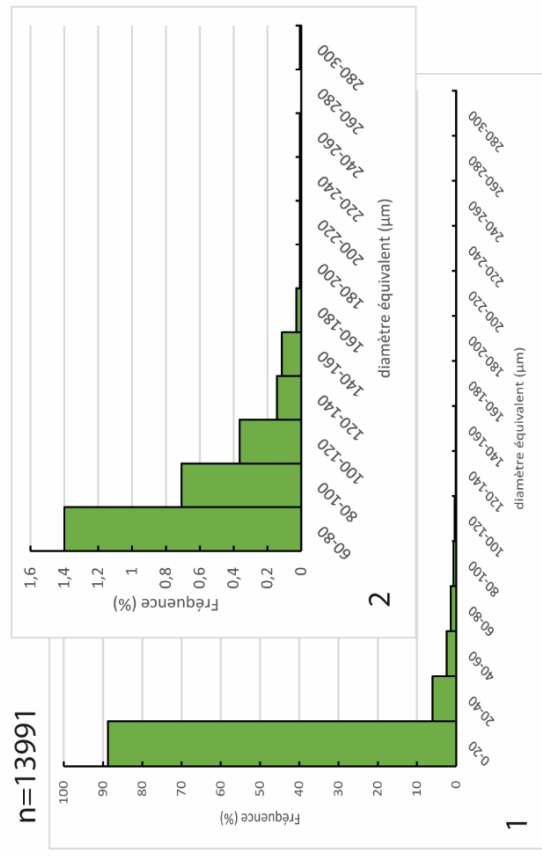
**A) Serie 0% cristaux**



**B) Serie 10% cristaux**



**C) Serie 30% cristaux**



**D) Serie 50% cristaux**

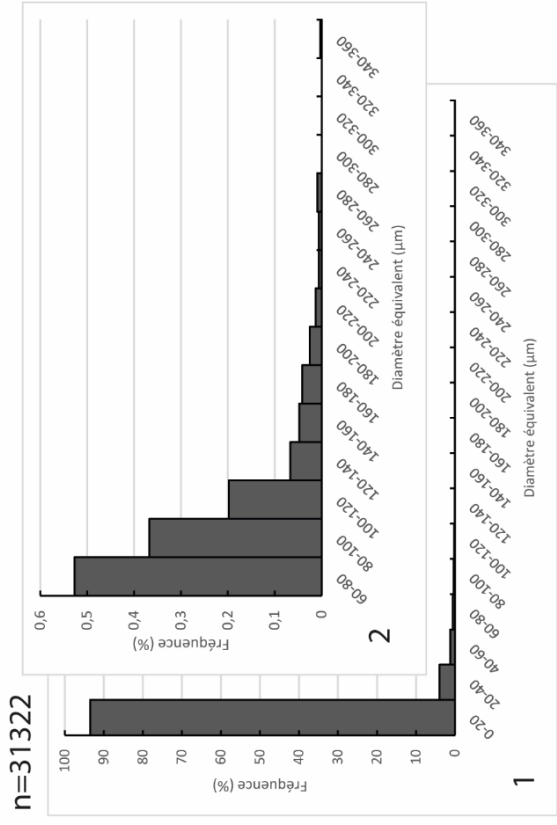


Figure 56 : Distribution de taille des bulles 2D pour les échantillons non déformés de chaque série avec 1) l'ensemble des fréquences de bulles et 2) le zoom des fréquences pour les diamètres supérieurs à 60  $\mu\text{m}$

Pour la série à 10% de cristaux (Figure 57.b), la courbe rouge caractérisant l'échantillon non déformé présente la même allure que celle de l'échantillon non déformé de la série précédente. Toutefois on n'observe pas d'augmentation brutale de la pente pour les diamètres inférieurs à 20  $\mu\text{m}$  comme précédemment. En effet, cette courbe débute avec une fréquence cumulée très élevée indiquant une forte abondance de petites bulles de diamètres inférieurs à 20  $\mu\text{m}$ . Puis la courbe s'adoucit jusqu'à atteindre un palier à 180  $\mu\text{m}$  témoignant d'une distribution de taille très dispersée pour les bulles de diamètre compris entre 20 et 180  $\mu\text{m}$ . Pour l'échantillon déformé à  $\gamma = 0.6$ , les courbes (gris clair) sont situées sous la courbe rouge. Ces courbes présentent la même allure que la courbe rouge avec toutefois des pentes légèrement plus accentuées notamment pour les plus faibles diamètres ( $< 40 \mu\text{m}$ ). On observe également que la fréquence cumulée des petites bulles est plus faible que celle de l'échantillon non déformé. Cependant, on constate que pour chaque courbe, le palier est atteint pour des diamètres plus grands que pour la courbe rouge, ce qui met en évidence la présence d'une population de bulles de tailles intermédiaires entre 40 et 180  $\mu\text{m}$ . On observe donc une diminution significative de la fréquence cumulée des petites bulles ( $< 40 \mu\text{m}$ ) et une augmentation de la fréquence cumulée de bulles plus grosses comprise entre 40 et 180  $\mu\text{m}$  avec la déformation.

Pour la série à 30% de cristaux (Figure 57.c), la courbe rouge de l'échantillon non déformé présente la même allure que pour les séries précédentes avec une pente relativement forte pour les diamètres inférieurs à 20  $\mu\text{m}$  puis un adoucissement progressif de la pente jusqu'à atteindre un palier pour des diamètres supérieurs à 180  $\mu\text{m}$ . Ceci montre donc la présence d'une population de petites bulles relativement importantes, puis d'une population de taille plus dispersée entre 20 et 180  $\mu\text{m}$ . Les courbes de l'échantillon déformé à  $\gamma = 0.6$  (gris clair) sont situées en dessous de la courbe rouge indiquant, comme pour la série à 10% de cristaux, une tendance à l'augmentation de la fréquence cumulée des tailles de bulles supérieures à 20  $\mu\text{m}$ . Les courbes de l'échantillon déformé à  $\gamma = 1.8$  (gris foncé) sont divisées en deux types : celles désignant les bulles situées dans les zones riches en bulles (trait continu) et celles situées dans les zones pauvres en bulles (trait en pointillé). Les bulles situées dans les zones riches en bulles présentent une taille similaire aux bulles de l'échantillon non déformé. Les courbes représentant les bulles situées dans les zones pauvres, sont placées au-dessus de la courbe rouge, ce qui indique une augmentation de la fréquence cumulée des bulles de petites tailles.

Pour la série à 50% de cristaux (Figure 57.d), la courbe rouge de l'échantillon non déformé présente la même allure que pour les séries précédentes, avec une forte augmentation de la pente pour les diamètres les plus faibles ( $< 20 \mu\text{m}$ ), puis un adoucissement progressif vers un palier au-delà de 180  $\mu\text{m}$ . Pour les échantillons déformés, on retrouve la même répartition des courbes que pour la série à 30% de cristaux. Les courbes correspondant aux zones riches en bulles sont placées sous la courbe de l'échantillon non déformé, indiquant une diminution de la fréquence cumulée des bulles de petites



Chapitre 4 : Analyses compositionnelle et texturale 2D des échantillons expérimentaux déformés en torsion

tailles ( $<40 \mu\text{m}$ ) et une augmentation de la fréquence cumulée des bulles de plus gros diamètres ( $> 40 \mu\text{m}$ ). Les courbes correspondant aux zones pauvres en bulles sont situées au-dessus de la courbe rouge, indiquant une augmentation de la fréquence cumulée des bulles de petites tailles.

Ces deux dernières séries mettent en évidence une répartition de taille des bulles entre les zones riches et les zones pauvres en bulles lors de la déformation. En effet, on peut observer pour les échantillons les plus déformés de ces deux séries, la présence d'une plus grande fréquence de petite bulles ( $< 20 \mu\text{m}$ ) dans les zones pauvres en bulles par rapport aux zones riches en bulles. De plus, on observe également dans ces zones riches en bulles des fréquences plus importantes de bulles de diamètre  $> 20 \mu\text{m}$  (Figure 58). Malgré cela on n'observe pas de changement significatif de taille des bulles avec la déformation pour l'ensemble des échantillons et des séries.

Chapitre 4 : Analyses compositionnelle et texturale 2D des échantillons expérimentaux déformés en torsion

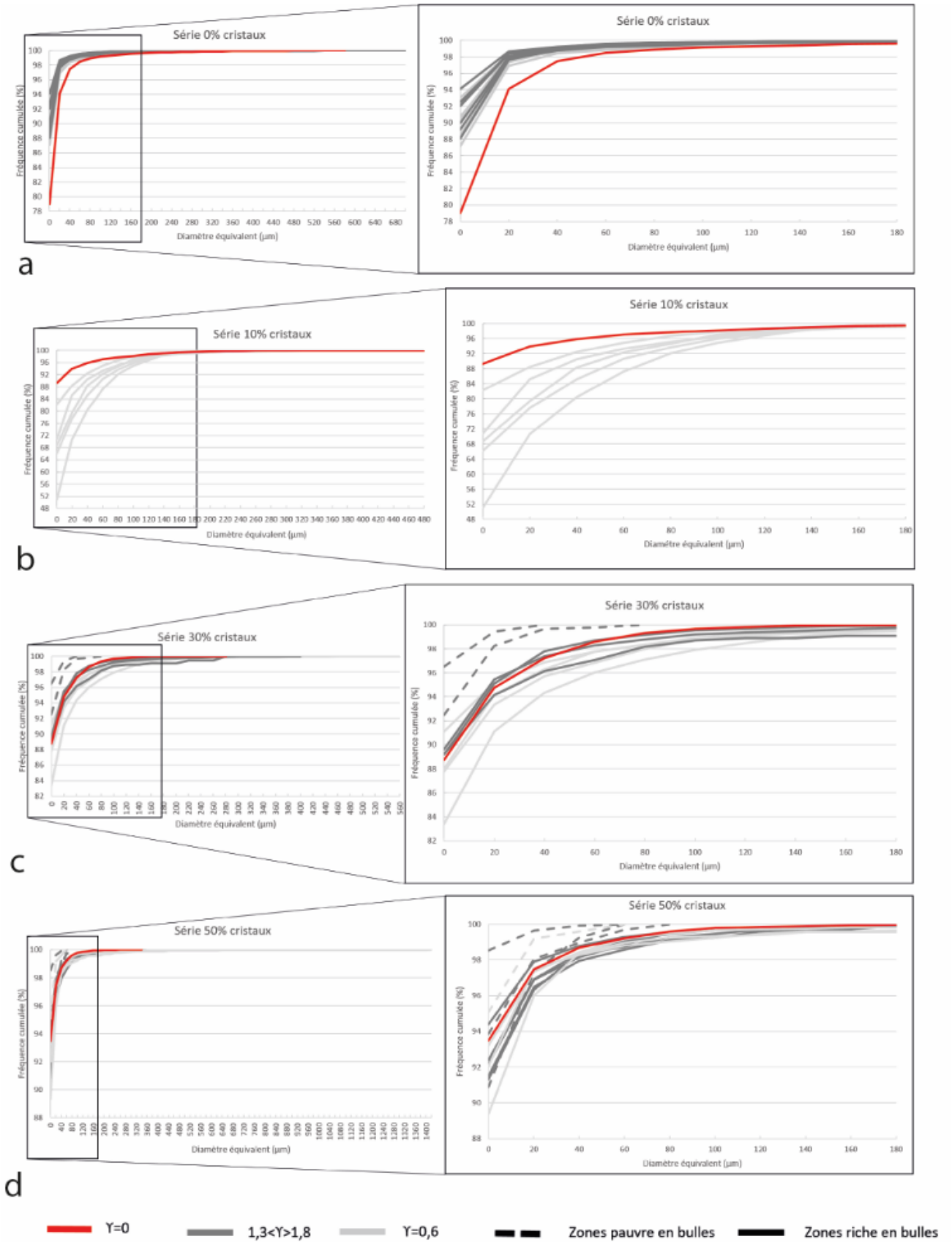


Figure 57 : Evolution de la distribution de tailles des bulles (BSD) pour chaque série au cours de la déformation.

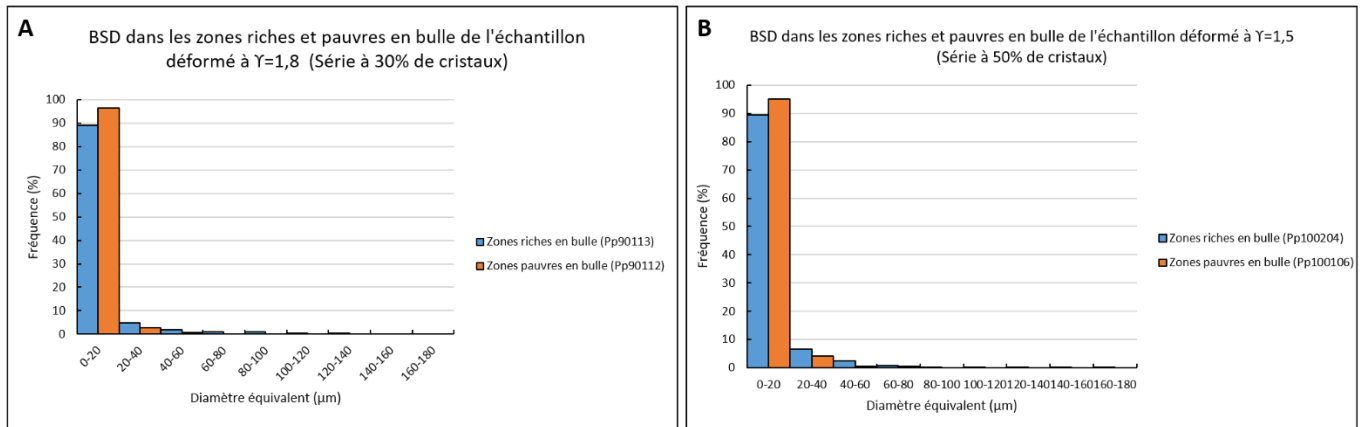


Figure 58 : Répartition de taille des bulles pour les échantillons de A) la série à 30% de cristaux déformés à  $\gamma=1,8$  et B) de la série à 50% de cristaux déformés à  $\gamma=1,5$ .

## 1. Fabrique de forme des bulles

Les analyses de la fabrique de forme des bulles ont également été effectuées par le logiciel SPO2003 (Annexes E). Elles ont été réalisées sur les mêmes images que pour les analyses précédentes, permettant ainsi de définir l'axe long (a), l'axe court (b) et la direction de l'axe long ( $\alpha$ ) pour chaque bulle. L'ensemble de ces données permet de mettre en évidence, pour chaque série, une orientation préférentielle de forme et l'excentricité des bulles  $R$  ( $r=a/b$ ), afin de définir une fabrique de bulles.

Pour la série à 0% de cristaux, l'échantillon non déformé présente une excentricité moyenne comprise entre 1.102 et 1.465, traduisant une anisotropie relativement forte. Lorsque l'on déforme cet échantillon, on observe une augmentation de  $R$  jusqu'à des valeurs comprises entre 1.63 et 2.55 pour l'échantillon déformé à un taux de déformation de 1.3. Ceci met donc en évidence une augmentation significative de l'anisotropie des bulles avec la déformation. L'analyse de l'orientation préférentielle des bulles pour l'échantillon non déformé indique une orientation moyenne de  $-10.17^\circ$  avec un écart-type de  $21.23^\circ$ . Lorsque l'on déforme l'échantillon à  $\gamma=0.6$  et  $\gamma=1.3$ , les bulles présentent une direction moyenne de  $22.03^\circ$  et  $22.78^\circ$ , avec un écart-type respectif de  $5.72^\circ$  et  $6.16^\circ$ . L'analyse met donc en évidence une forte anisotropie de la fabrique de bulle avec notamment une orientation préférentielle principale aux alentours de  $22^\circ$  avec la déformation.

Pour la série à 10% de cristaux, l'échantillon non déformé présente une excentricité  $R$  de 1.012 et une orientation préférentielle des bulles de  $-57.60^\circ$ . Ce faible rapport d'excentricité met en évidence un tenseur de fabrique des bulles proche de l'isotropie ( $R=1.000$ ). L'échantillon déformé à  $\gamma=0.6$  montre une localisation des bulles déformées au centre de l'échantillon. Le  $R$  moyen est égal à 1.322, mettant en évidence une certaine anisotropie et une orientation préférentielle moyenne de  $35.39^\circ$  (écart-type de  $4.18^\circ$ ). De part et d'autre de cette zone de localisation, le rapport  $R$  moyen est de 1.226 et l'orientation préférentielle moyenne des bulles est de  $11.19^\circ$  avec un écart-type de  $0.83^\circ$ . Ainsi,

l'excentricité des bulles situées de part et d'autre de cette zone de localisation est légèrement plus faible. Néanmoins, le tenseur de fabrique présente toujours une certaine anisotropie. Dans cette série, on observe donc une fabrique de bulles relativement anisotrope sur l'ensemble de l'échantillon, avec la mise en place d'une orientation préférentielle moyenne des bulles de  $35.39^\circ$  pour celles localisées dans le centre de l'échantillon et de  $11.19^\circ$  pour celles situées de part et d'autre.

Pour la série à 30% de cristaux, l'échantillon non déformé présente un R moyen de 1.012, soit proche de l'isotropie. On mesure également une orientation préférentielle moyenne de  $-8.41^\circ$  avec un écart-type de  $73.67^\circ$ . Pour l'échantillon déformé à  $\gamma=0.6$ , on obtient un R moyen de 1.052, traduisant également un tenseur de fabrique des bulles proche de l'isotropie. Pour cet échantillon, on mesure une orientation préférentielle moyenne de  $32.76^\circ$  avec un écart-type de  $17.44^\circ$ . Pour l'échantillon déformé à  $\gamma=1.8$ , on mesure une excentricité moyenne de 1.042, mettant en évidence comme pour les échantillons précédents une fabrique de bulle proche de l'isotropie. L'orientation préférentielle moyenne mesurée est de  $38.35^\circ$  avec un écart-type de  $21.66^\circ$ . On peut voir que pour l'ensemble des échantillons non déformés et déformés de cette série, il n'y a pas d'orientation préférentielle principale des bulles puisque les écart-types mesurés sont relativement importants. Cependant, pour l'échantillon déformé à  $\gamma=1.8$ , on peut observer une orientation préférentielle des bulles par zone, notamment au niveau des zones riches en bulles où ces dernières présentent une orientation entre  $30^\circ$  et  $40^\circ$ .

Pour la série à 50% de cristaux, l'échantillon non déformé présente une excentricité moyenne R de 1.046, proche de l'isotropie. On mesure également une orientation préférentielle moyenne de  $-13.20^\circ$  avec un écart-type de  $42.06^\circ$ . Pour l'échantillon déformé à  $\gamma=0.6$ , on obtient un rapport moyen R de 1.033 traduisant également un tenseur de fabrique des bulles proche de l'isotropie. Pour cet échantillon, on mesure une orientation préférentielle moyenne de  $32.98^\circ$  avec un écart-type de  $35.96^\circ$ . Pour l'échantillon déformé à  $\gamma=1.5$ , on mesure une excentricité moyenne de 1.039 proche de l'isotropie. L'orientation préférentielle moyenne mesurée est de  $-1.45^\circ$  avec un écart-type de  $36.47^\circ$ . Comme pour la série précédente, on constate que l'ensemble des échantillons ne présentent pas d'orientation préférentielle principale. Cependant pour cette série, il est plus difficile de mettre en avant une orientation préférentielle des bulles par zone. Toutefois, quelques images réalisées dans les zones riches en bulles mettent en évidence une orientation des bulles autour de  $30^\circ$  pour l'échantillon déformé à  $\gamma=1.5$ .

Cette analyse de l'orientation préférentielle des bulles de nos échantillons expérimentaux met en évidence une certaine anisotropie de la fabrique de bulles pour les séries à 0 et 10% de cristaux, avec notamment une orientation préférentielle principale des bulles. Toutefois cette anisotropie est

relativement faible, même pour les échantillons les plus déformés. On observe également que pour l'ensemble des échantillons non déformés et déformés des séries les plus cristallisées, la fabrique de bulles tend vers l'isotropie. Avec notamment la mise en place d'une orientation préférentielle des bulles au niveau des zones les plus riches en bulles pour les échantillons le plus déformés. Cependant, cette orientation préférentielle est plus marquée pour l'échantillon le plus déformés de la série à 30% de cristaux.

Lorsque l'on rassemble les données d'excentricité dans un graphique (Figure 59), on observe bien une augmentation significative de l'excentricité des bulles avec la déformation pour la série à 0% de cristaux. Cette augmentation est également visible pour la série à 10% de cristaux mais beaucoup moins importante que pour la série à 0% de cristaux. Pour les séries fortement cristallisées, on ne constate aucune évolution de l'excentricité des bulles avec la déformation.

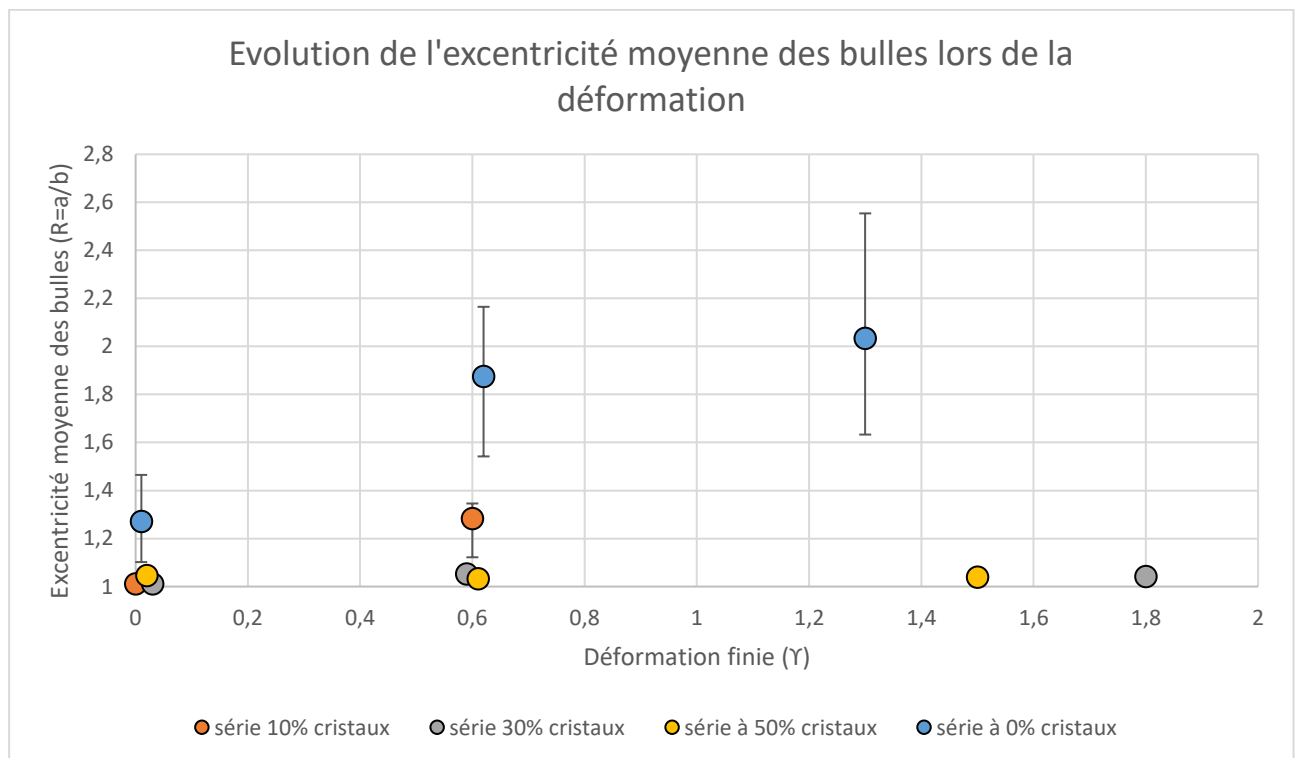


Figure 59 : Graphique montrant l'évolution de l'excentricité des bulles pendant la déformation. Les barres d'erreur pour les séries à 30 et 50% de cristaux sont inférieures à la taille du symbole.

L'ensemble des données d'orientation préférentielle obtenu a été placé dans un graphique avec le modèle de March, 1932 (Figure 60). Ce modèle met en relation l'angle  $\alpha$  entre l'axe majeur de l'ellipse unitaire de déformation et la direction de cisaillement, en fonction du taux de déformation  $\gamma$  pour des particules rigides de rapports de forme infinie (Eq.22). Dans ce modèle, l'ellipse de fabrique des particules coïncide en forme et orientation avec l'ellipse de déformation finie.

$$\alpha = \frac{1}{2} \arctan \frac{2}{\gamma} \quad (\text{Eq.22})$$

On constate que les données pour les échantillons non déformés sont très éloignées de la courbe de [March \(1932\)](#), traduisant une fabrique n'obéissant pas au modèle théorique. En effet, ces échantillons ne subissent aucune déformation, les bulles s'orientent donc de manière aléatoire sans la moindre contrainte hormis la charpente cristalline pour les séries les plus cristallisées. Pour les échantillons déformés à un taux de déformation de  $\gamma=0.6$ , les orientations préférentielles moyennes des quatre séries sont proches de la courbe théorique, avec cependant une grande dispersion des valeurs pour les séries à 30 et 50% de cristaux. Pour les échantillons les plus déformés, on observe une forte hétérogénéité entre les séries, avec la série à 0% de cristaux en accord avec le modèle théorique, alors que les séries à 30 et 50% de cristaux s'en éloignent.

## 2. Densité numérique de bulles (BND)

La BND correspond au rapport du nombre de bulles sur la surface du liquide silicaté. Elle est déterminée grâce aux données obtenues par l'analyse SPO2003 des images MEB. Cette densité est calculée en log pour toutes les images réalisées sur un échantillon puis une densité moyenne par échantillon est calculée. On obtient ainsi la BND moyenne des bulles pour chaque échantillon (en fonction de la déformation finie  $\gamma$ ) et pour chaque série ([Tableau 10](#)).

	$\gamma=0$	$\gamma=0.6$	$1.3 < \gamma > 1.8$
Série à 0% cristaux	5.64 ( $\pm 0.05$ )	5.74 ( $\pm 0.07$ )	5.71 ( $\pm 0.03$ )
Série à 10% cristaux	5.58 ( $\pm 0.16$ )	5.24 ( $\pm 0.17$ )	-
Série à 30% cristaux	5.81 ( $\pm 0.11$ )	5.64 ( $\pm 0.11$ )	5.67 ( $\pm 0.05$ )
Série à 50% cristaux	6.06 ( $\pm 0.14$ )	6.15 ( $\pm 0.08$ )	5.94 ( $\pm 0.27$ )

*Tableau 10 : Densité numérique moyenne des bulles (en logarithme et  $m^{-2}$ ) par série en fonction de la déformation finie. Les incertitudes entre parenthèses représentent les incertitudes statistiques obtenues.*

L'évolution de la BND pour chaque série en fonction de la déformation finie ([Figure 61](#)) montre une faible augmentation pour la série à 0% et une diminution pour la série à 10% de cristaux. Cependant ces variations sont relativement faibles avec une différence (en logarithme) entre la DNB des échantillons non déformés et très déformés ( $1.3 < \gamma > 1.8$ ) de  $0.07 m^{-2}$  pour la série à 0% de cristaux et de  $0.37 m^{-2}$  pour la série à 10% de cristaux. Pour les séries à 30 et 50% de cristaux, on observe également une faible diminution de la DNB avec une différence respective de 0.14 et  $0.12 m^{-2}$ .

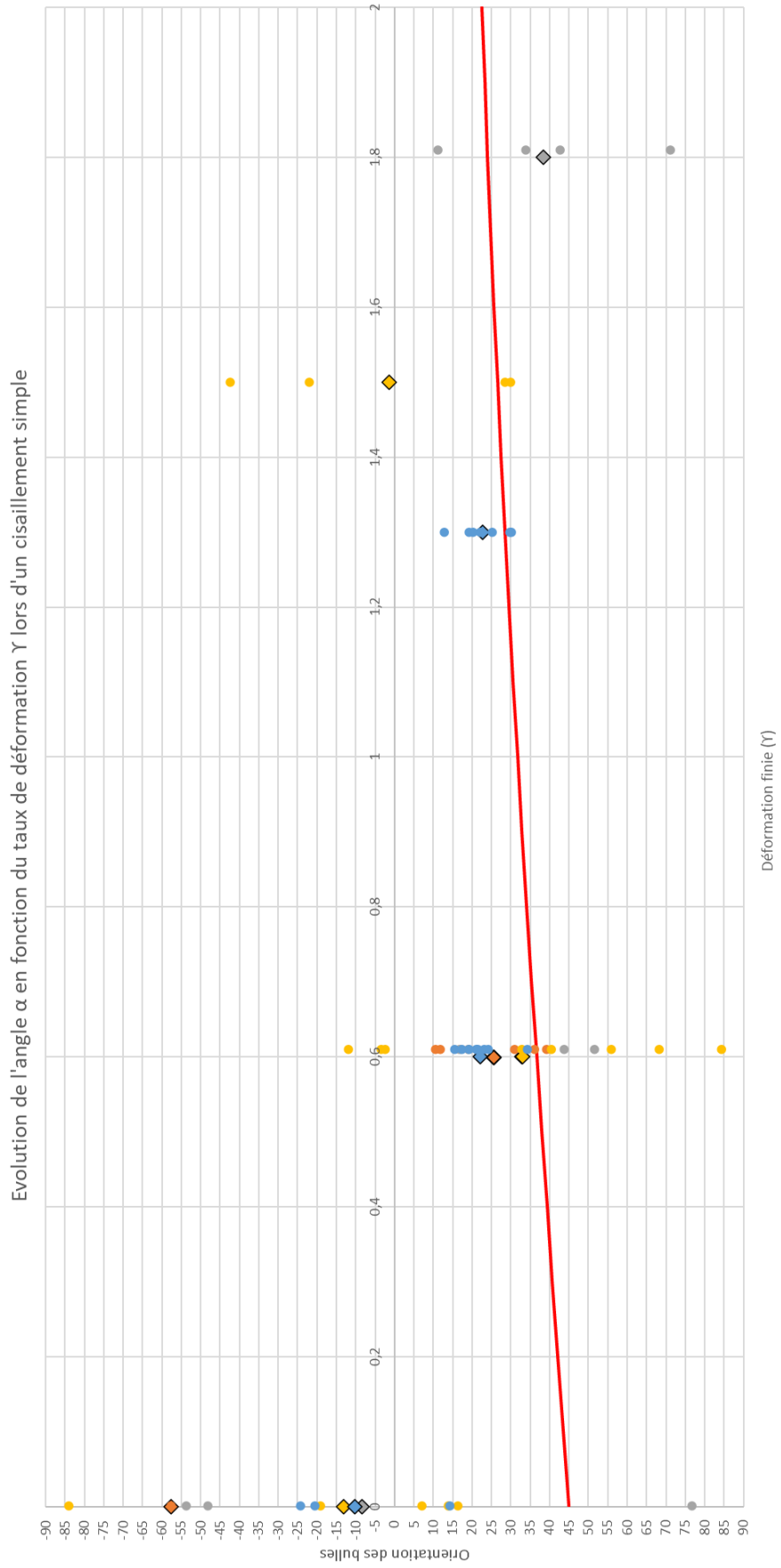


Figure 60 : Evolution de l'angle  $\alpha$  entre l'axe majeur de l'ellipse de déformation et la direction de cisaillement en fonction de la déformation finie  $\gamma$  des séries expérimentales, comparé au modèle théorique de March (1932).

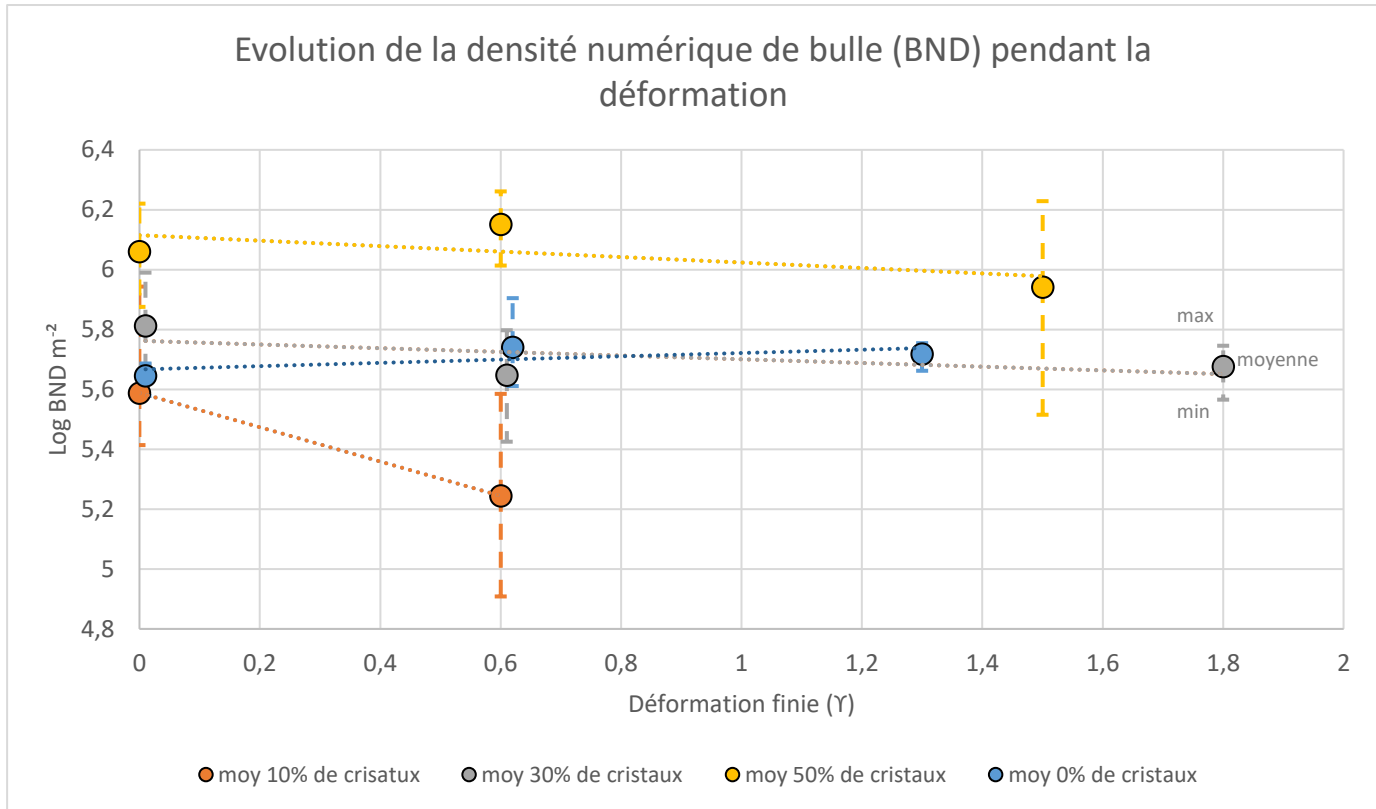


Figure 61 : Evolution de la densité numérique des bulles (BND) pendant la déformation. Les barres ne correspondent pas à des incertitudes statistiques mais représentent les gammes de valeurs minimales et maximales obtenues.

### III. Analyse de la population des cristaux

#### 1. Fraction cristalline mesurée

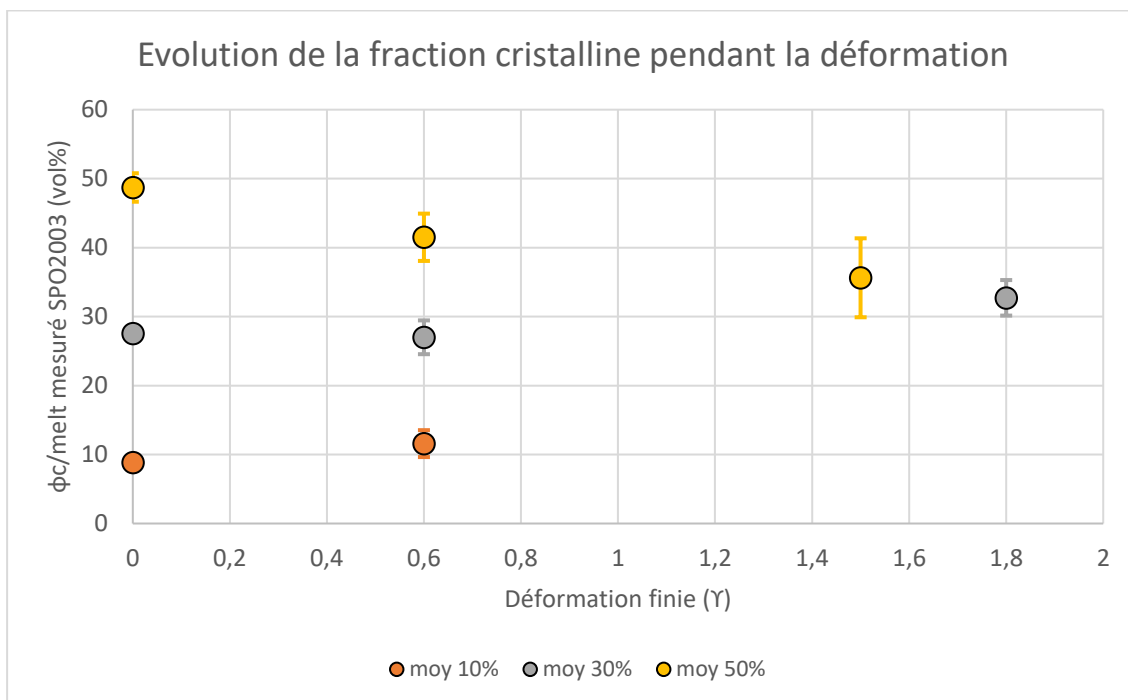
La fraction cristalline est définie dès le début comme le paramètre invariant pour chaque série. Après plusieurs tests que nous avons détaillés dans le chapitre 2 (§.I.3.), nous avons choisi d'utiliser des cristaux de feldspaths de type Labradorite (An50-70) relativement allongés et de taille comprise entre 50 et 90  $\mu\text{m}$ . Afin d'obtenir des séries de 10, 30 et 50 vol% de cristaux sur le liquide, nous avons introduit respectivement 21, 50 et 70 vol% de cristaux lors de la phase de mélange mécanique avec le verre hydraté. Les pourcentages de cristaux présentés ci-dessous (Tableau 11) sont les moyennes des pourcentages obtenus sur les mêmes images MEB utilisées pour analyser la fraction des bulles. Ce pourcentage représente la fraction de cristaux mesurée par SPO 2003 par rapport au liquide (/melt) et recalculée par rapport au liquide et aux bulles (/bulk).



Séries	Echantillons	$\phi_c$ initial (vol%)	$\phi_c$ /melt mesuré SPO2003 (%)	$\phi_c$ /bulk calculé (%)
10 vol%	Pp5	21	8,8 ( $\pm 1,3$ )	8,1 ( $\pm 1,1$ )
	Pp7	21	11,9 ( $\pm 2,2$ )	10,6 ( $\pm 1,8$ )
30 vol%	Pp6	50	27,8 ( $\pm 1,3$ )	21,7 ( $\pm 0,8$ )
	Pp8	50	28,8 ( $\pm 3,7$ )	22,3 ( $\pm 2,3$ )
	Pp9	50	33,1 ( $\pm 4,1$ )	24,8 ( $\pm 2,3$ )
50 vol%	Pp12	70	48,1 ( $\pm 2,6$ )	32,4 ( $\pm 1,2$ )
	Pp11	70	43,0 ( $\pm 4,2$ )	30,0 ( $\pm 2,1$ )
	Pp10	70	39,0 ( $\pm 7,5$ )	28,0 ( $\pm 4,0$ )

**Tableau 11** : Tableau récapitulatif des fractions de cristaux mesurées sur le liquide ( $\phi_c$ /melt) et recalculées par rapport au liquide et aux bulles ( $\phi_c$ /bulk) pour l'ensemble des échantillons déformés. Les incertitudes entre parenthèses correspondent aux incertitudes statistiques obtenues.

Pour la série à 10 vol% de cristaux, on obtient une fraction de cristaux sur le liquide de  $8.8 \pm 1.3$  % pour les échantillons non déformés et de  $11.9 \pm 2.2$  % pour les échantillons déformés à  $\gamma=0.6$ . Pour la série à 30 vol% de cristaux, on obtient des fractions de cristaux sur le liquide de  $7.8 \pm 1.3\%$ , de  $28.8 \pm 3.7\%$  et de  $33.1 \pm 4.1\%$  respectivement pour les échantillons déformés à  $\gamma=0, 0.6$  et  $1.8$ . Pour la série à 50 vol% cristaux, on observe des fractions de cristaux calculées sur le liquide de  $48.1 \pm 2.6\%$ , de  $43.0 \pm 4.2\%$  et de  $39.0 \pm 7.5\%$  pour les échantillons déformés à  $\gamma=0, 0.6$  et  $1.5$ .



**Figure 62** : Graphique montrant l'évolution des pourcentages de cristaux sur le liquide et leur incertitudes statistiques (Tableau 11) pour les séries à 10, 30 et 50 vol% pendant la déformation.

L'évolution du pourcentage de cristaux au cours de la déformation (Figure 62) est stable pour la série à 10 vol%, augmente légèrement pour la série à 30 vol% et diminue légèrement pour la série à 50 vol%.

## 2. Distribution de taille des cristaux (CSD)

Les cristaux introduits dans le verre hydraté ont été tamisés entre 50 et 90  $\mu\text{m}$ . Une analyse de la distribution de taille des cristaux a été réalisée sur les images MEB utilisées pour l'analyse de la BSD (Annexe A et D).

### 2.1. Echantillons non déformés

Pour la série à 10% de cristaux (Figure 63.a), on observe une forte population de cristaux de tailles comprises entre 20 et 80  $\mu\text{m}$ , ce qui est cohérent avec les tailles de cristaux initiales introduits. Toutefois, on observe la présence importante d'une population de taille inférieure à 50  $\mu\text{m}$  ainsi que quelques cristaux de taille supérieure à 90  $\mu\text{m}$ . Pour les séries à 30% et 50% de cristaux (Figure 63.b et c), on observe une forte population de cristaux de tailles inférieures à 20  $\mu\text{m}$ , une population de cristaux de tailles très dispersées entre 20 et 100  $\mu\text{m}$ , et quelques cristaux pouvant aller jusqu'à 180  $\mu\text{m}$ . On observe donc pour les séries les plus cristallisées une forte diminution de taille des cristaux mais également la présence de cristaux de tailles largement supérieures à 90  $\mu\text{m}$ .

### 2.2. Evolution de la CSD avec la déformation

Afin de voir comment évolue ces différentes populations de taille de cristaux avec la déformation, nous avons dans un deuxième temps calculé la CSD sur les échantillons déformés.

Pour la série à 10% de cristaux (Figure 64.a), la courbe rouge représentant l'échantillon non déformé met en évidence des tailles de cristaux inférieures à 100  $\mu\text{m}$ , ce qui est relativement cohérent avec les résultats précédents. On observe également une forte rupture de pente pour les tailles inférieures à 60  $\mu\text{m}$ , puis un adoucissement de la courbe jusqu'à atteindre un palier. Avec la déformation à  $\gamma=0.6$ , les courbes gris clair sont majoritairement situées au-dessus de la courbe rouge ce qui met en évidence une augmentation de la fréquence cumulée des cristaux de tailles inférieures à 60  $\mu\text{m}$ .

Chapitre 4 : Analyses compositionnelle et texturale 2D des échantillons expérimentaux déformés en torsion

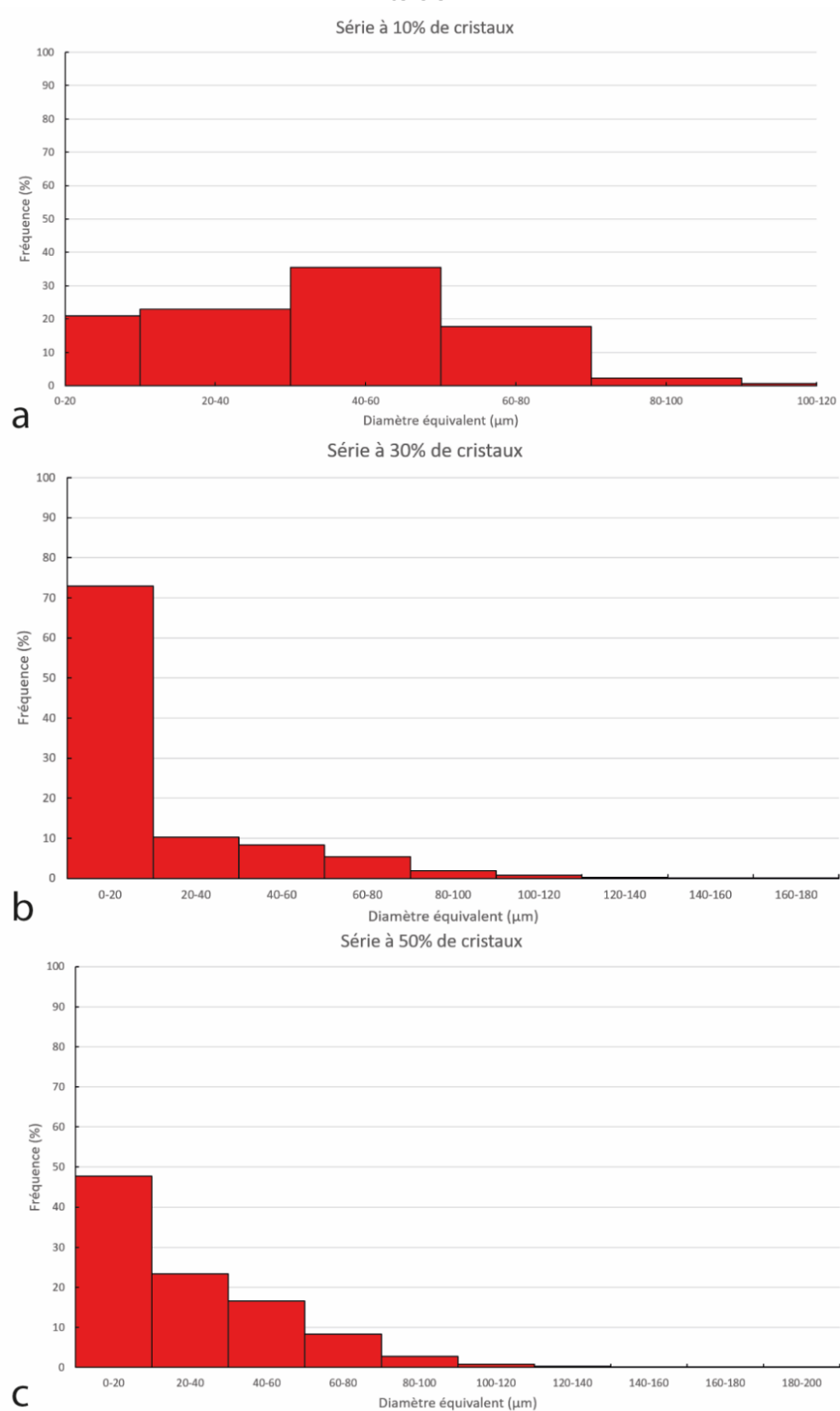


Figure 63 : Distribution de taille des cristaux 2D pour les échantillons non déformés de chaque série.

Pour la série à 30% de cristaux (Figure 64.b), la courbe rouge de l'échantillon non déformé présente une rupture de pente beaucoup moins forte que la série précédente. Néanmoins, on constate la présence d'une importante population de taille de cristaux inférieure à 60  $\mu\text{m}$ , ainsi qu'un adoucissement progressif de la courbe vers un palier avec des tailles pouvant aller jusqu'à 180  $\mu\text{m}$ . Cette allure peu pentée de la courbe est cohérente avec l'histogramme présenté précédemment montrant une distribution très dispersée des tailles supérieures à 20  $\mu\text{m}$ . Avec la déformation, la majorité des courbes des échantillons déformés (gris clair :  $\gamma=0.6$  et gris foncé :  $\gamma=1.8$ ), sont situées en-dessous de la courbe rouge, ce qui témoigne d'une diminution de la fréquence cumulée des cristaux de tailles inférieures à 60  $\mu\text{m}$ . On observe également peu de différence de taille entre les cristaux situés dans les zones riches et les zones pauvres en bulles.

Pour la série à 50% de cristaux (Figure 64.c), la courbe rouge de l'échantillon non déformé présente la même allure que pour les séries précédentes avec une rupture de pente pour les tailles de cristaux inférieure à 60  $\mu\text{m}$  et un adoucissement de la courbe vers un palier jusqu'à atteindre des tailles de 180  $\mu\text{m}$ , ce qui est relativement similaire à ce que l'on observe dans l'histogramme ci-dessus. Les courbes des échantillons déformés (gris clair :  $\gamma=0.6$  et gris foncé :  $\gamma=1.5$ ) sont essentiellement situées au-dessus de la courbe rouge, ce qui témoigne d'une augmentation de la fréquence cumulée des cristaux de tailles inférieures à 60  $\mu\text{m}$ . Contrairement à la série précédente, on peut voir que les échantillons déformés à  $\gamma=1.5$  présentent des tailles de cristaux plus petites que les échantillons déformés à  $\gamma=0.6$ .

Cette analyse permet ainsi de mettre en évidence une évolution de la CSD avec la déformation et la teneur en cristaux. En effet, pour la série à 10% de cristaux non déformé, on observe des cristaux de tailles relativement similaires aux tailles tamisées. Cependant, on observe la présence de cristaux de tailles supérieures à 90  $\mu\text{m}$ , de fréquence relativement faible et pouvant être liée à la présence d'agrégats de cristaux. On observe également une forte présence de cristaux de tailles < 50  $\mu\text{m}$ , devenant de plus en plus importante pour les séries à 30 et 50% de cristaux non déformés. Cette population augmente avec la déformation, à l'exception des échantillons déformés de la série à 30% de cristaux qui montrent une augmentation de cette population de taille. Cette diminution de la taille des cristaux est notamment observable sur certaines images MEB avec la mise en évidence d'une fragmentation des cristaux dès les échantillons non déformés et qui s'intensifie avec la déformation (Figure 65).

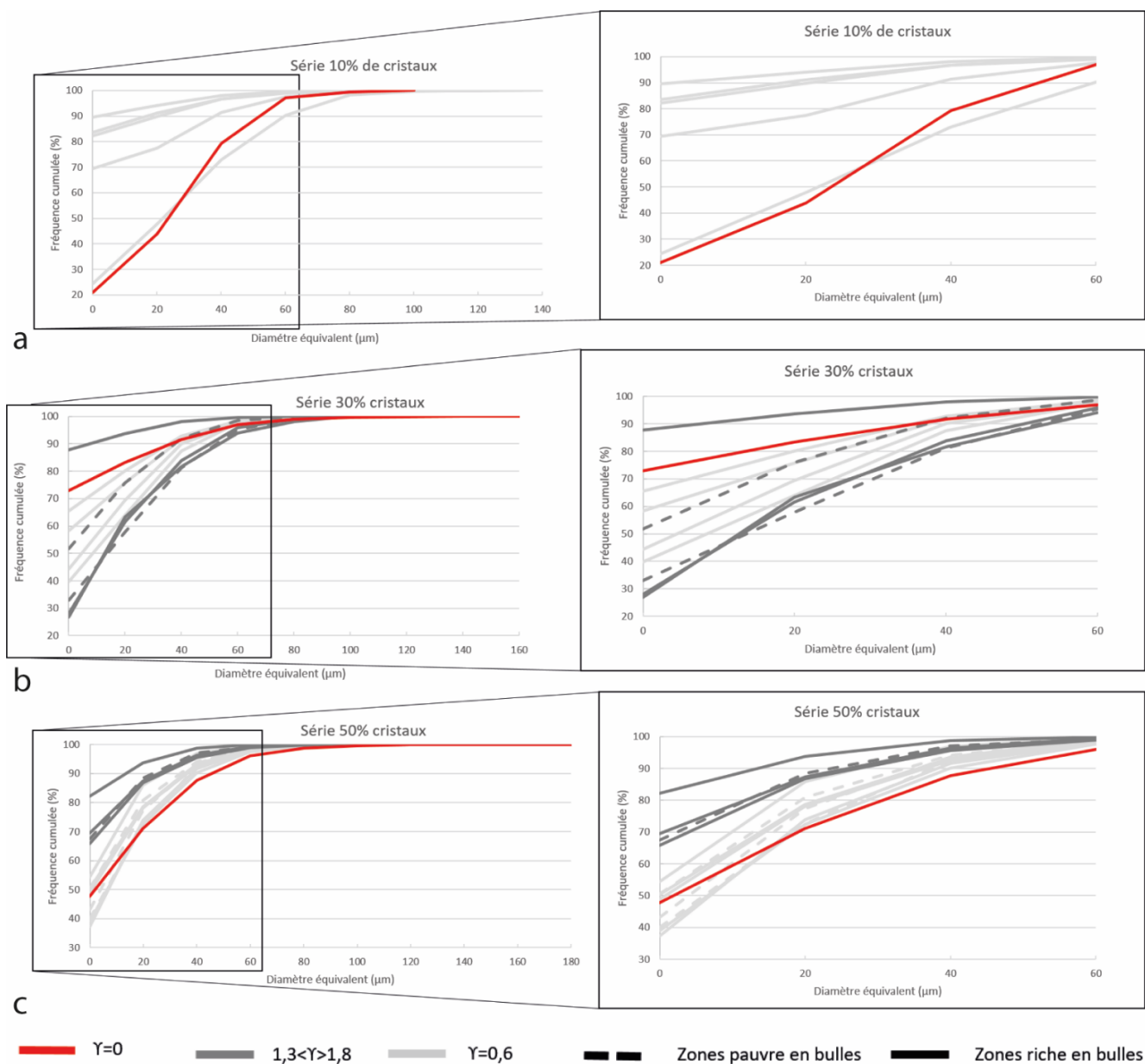


Figure 64 : Evolution de la distribution de tailles des cristaux (CSD) pour chaque série tout au long de la déformation.

### Série à 50% de cristaux

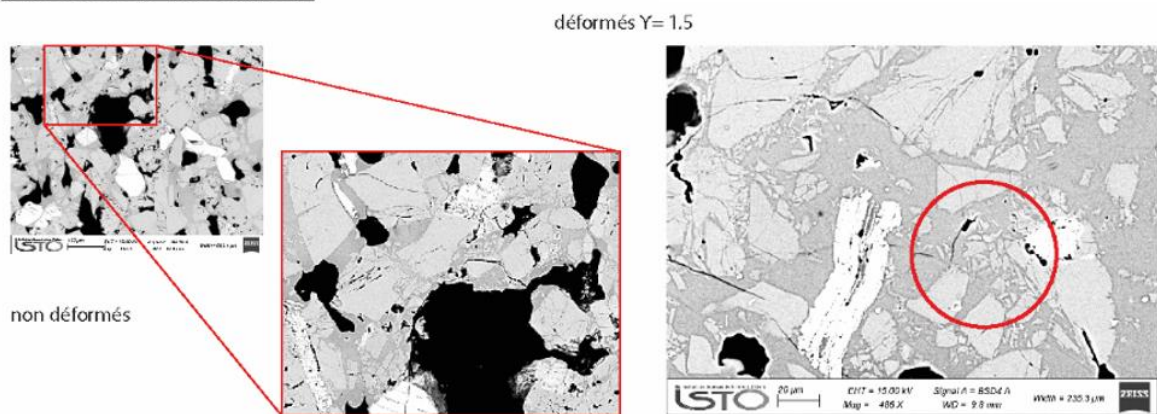


Figure 65 : Fragmentation des cristaux pour les séries à 30% et 50% de cristaux pour les échantillons non déformés et déformés à  $\gamma=1.8$  et  $1.5$ .

### 3. Orientation préférentielle et fabrique de forme des cristaux

L'analyse de la fabrique des cristaux a été réalisée selon le même protocole que pour l'analyse de la fabrique des bulles. Les cristaux de labradorite utilisés présentent une forme plus ou moins allongée ([chapitre 2](#)), simulant le plus possible la forme naturelle des cristaux. Nous avons également choisi ce type de cristaux afin qu'ils puissent marquer une orientation lors de la déformation.

Cette analyse a été réalisée sur les mêmes images MEB que pour l'analyse des bulles. Toutefois, contrairement à ces dernières, une individualisation manuelle des cristaux a été nécessaire et systématique avant seuillage. En effet, les nuances de gris entre les cristaux et le liquide silicaté étant faibles, un seuillage automatique avec l'analyse SPO2003 était impossible. Cette intervention manuelle peut entraîner un biais notamment pour les séries les plus cristallisées où l'individualisation des cristaux a été difficile. Ainsi, les cristaux sont séparés les uns des autres et peuvent donc être considérés comme des objets isolés. Cependant, afin de simplifier et d'homogénéiser les résultats avec l'analyse des bulles, nous avons choisi de mesurer la fabrique de forme des cristaux par la même méthode, c'est à dire la méthode des intercepts. L'ensemble des résultats obtenus est présenté dans les [Annexes F](#), et détaillé ci-dessous.

Pour la série à 10% de cristaux, l'excentricité pour l'ensemble des échantillons non déformés et déformés montre un R compris entre 1.012 et 1.135, traduisant une anisotropie faible de la fabrique de forme des cristaux. Pour l'échantillon non déformé, l'orientation préférentielle de forme des cristaux est de  $52.85^\circ$ . Pour l'échantillon déformé à  $\gamma= 0.6$ , comme vu précédemment, une zone de localisation des bulles est créée au niveau de laquelle l'orientation préférentielle moyenne des cristaux est  $17.60^\circ$  avec un écart-type de  $3.12^\circ$ . De part et d'autre de cette zone, l'orientation préférentielle

moyenne des cristaux est de 5.9 avec un écart-type de 0.33°. Cette analyse met en évidence une très faible anisotropie de la fabrique de forme des cristaux avec cependant une orientation préférentielle moyenne des cristaux bien définie pour l'échantillon déformé à  $\gamma = 0.6$ .

Pour la série à 30% de cristaux, l'excentricité pour l'ensemble des échantillons montre un R compris entre 1.015 et 1.078, soit proche de l'isotropie. L'échantillon non déformé montre une orientation préférentielle moyenne des cristaux de 44.01° avec un écart-type de 30.88° et de 58.44° avec un écart-type de 38.06° pour l'échantillon déformé à  $\gamma = 0.6$ . Pour l'échantillon déformé à 1.8, l'orientation préférentielle moyenne des cristaux est de 26.16° avec un écart-type de 13.01°. On observe également que plus on déforme, plus l'écart-type de l'orientation préférentielle des cristaux se réduit.

Pour la série à 50% de cristaux, l'excentricité R est comprise entre 1.022 et 1.140 pour l'ensemble des échantillons, traduisant une très faible anisotropie de la fabrique de forme des cristaux. L'orientation préférentielle moyenne des cristaux pour l'échantillon non déformé est de 39.59° avec un écart-type de 27.40°. Pour l'échantillon déformé à  $\gamma = 0.6$ , l'orientation préférentielle moyenne est de 27.16° avec un écart-type de 8.29° et pour l'échantillon déformé à  $\gamma = 1.5$ , elle est de 28.31° avec un écart-type de 2.03°. On observe également une grande variabilité d'orientation préférentielle des cristaux pour l'échantillon non déformé, qui se stabilise aux alentours de 27-28° avec des écart-types relativement faibles pour les échantillons déformés à  $\gamma = 0.6$  et 1.5. On observe ainsi, une orientation préférentielle principale des cristaux avec la déformation.

Cette analyse met en évidence une très faible anisotropie de la fabrique de forme des cristaux pour l'ensemble des séries (Figure 66), avec notamment la mise en place d'une orientation préférentielle des cristaux favorisée par la déformation.

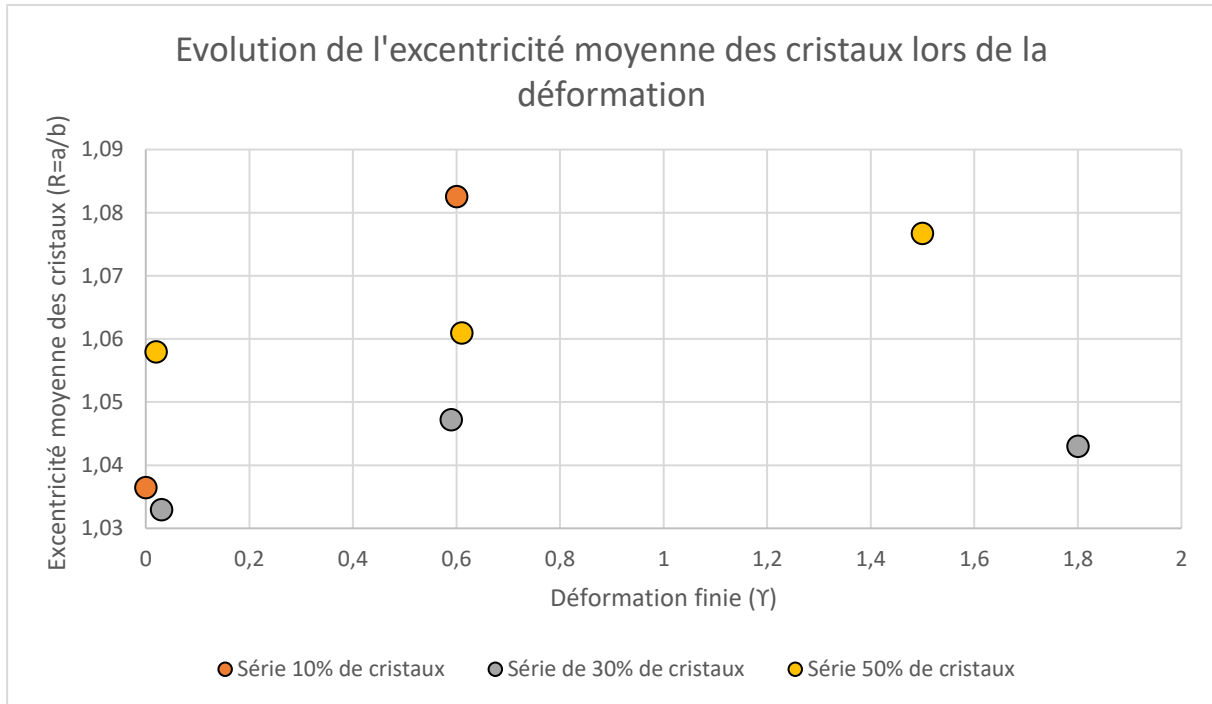


Figure 66 : Evolution de l'excentricité des cristaux pendant la déformation.

L'évolution théorique de l'orientation de cristaux de rapport de forme 1.1 suit l'équation différentielle proposée par Fernandez (1984):

(Eq.23)

$$\text{Arc tan}(n \tan \theta') = \text{Arc tan}(n \tan \theta) - \frac{\sqrt{1 - K^2}}{2} \gamma$$

Avec  $\theta$  l'orientation de la particule rigide,  $n$  le rapport de forme,  $K = \frac{n^2 - 1}{n^2 + 1}$  ( $n = a/b$ ) le facteur de forme et  $\gamma$  le taux de déformation.

On constate que l'ensemble de nos points suit relativement bien cette courbe théorique (Figure 67). La grande majorité des échantillons déformés à  $\gamma = 0.6$  sont situés au-dessus de la courbe théorique et présentent une large variation d'orientation. Les échantillons des séries à 30 et 50% de cristaux et déformés à des taux de déformation de 1.8 et 1.5 sont situés au-dessous de la courbe théorique. Pour la série à 50% de cristaux, il y a peu de variation d'orientation, contrairement à la série à 30% de cristaux. Ainsi, les résultats obtenus mettent en évidence une bonne cohérence avec le modèle théorique de Fernandez (1984).



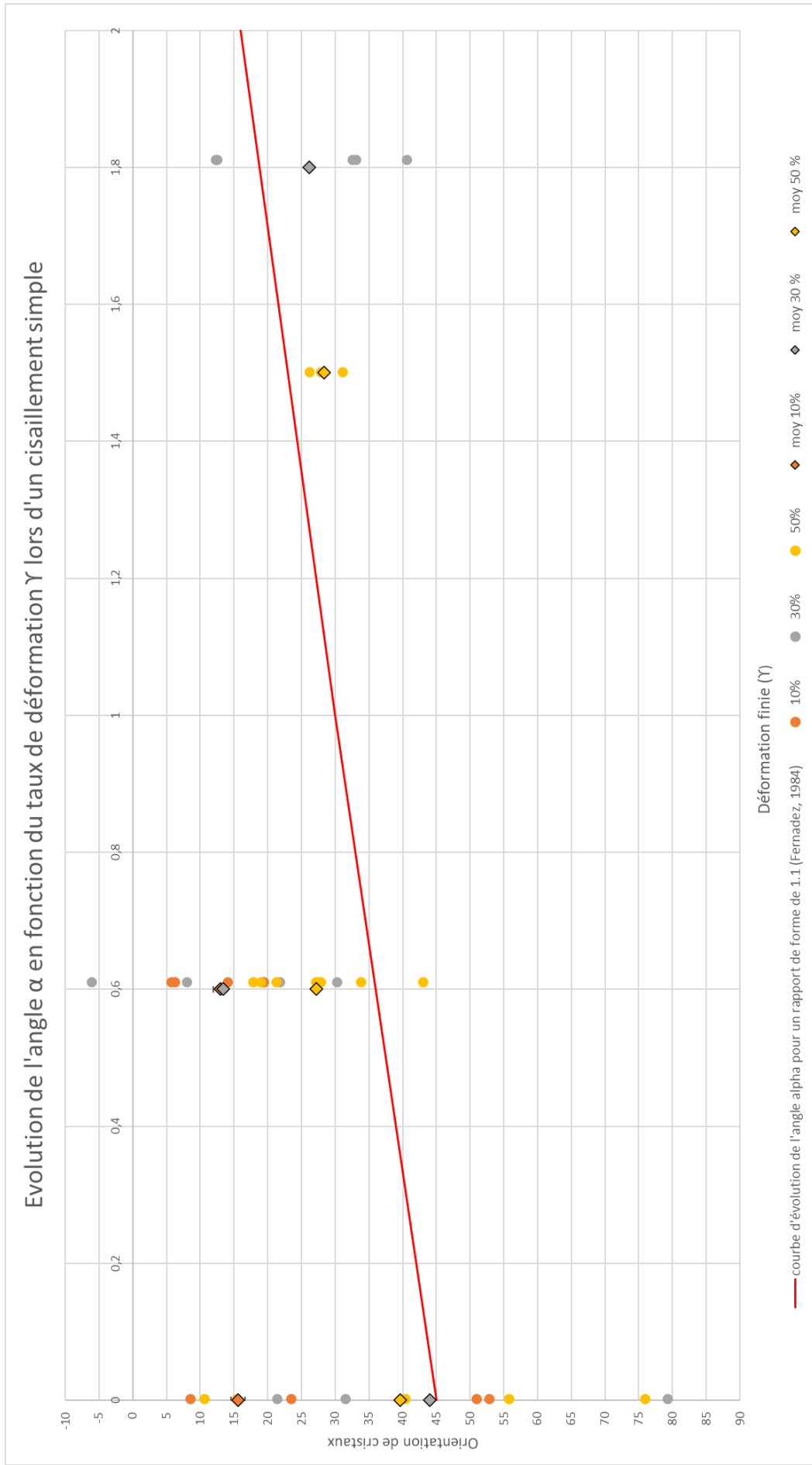


Figure 67 : Evolution de l'angle  $\alpha$  des cristaux en fonction de la déformation finie  $\gamma$  des séries expérimentales, comparé à la courbe théorique définie par l'équation différentielle de Fernandez (1984).

#### 4. Densité numérique des cristaux (CND)

La CND a été calculée selon le même protocole que pour les bulles (§ BND). Elle correspond au nombre de cristaux sur la surface du liquide silicaté. On obtient donc une CND moyenne pour chaque échantillon (en fonction du taux de déformation  $\gamma$ ) et pour chaque série (Tableau 12).

	$\gamma=0$	$\gamma=0.6$	$1.3 < \gamma < 1.8$
Série à 10% cristaux	4.82 ( $\pm 0.21$ )	5.15 ( $\pm 0.33$ )	–
Série à 30% cristaux	5.52 ( $\pm 0.20$ )	5.52 ( $\pm 0.13$ )	5.57 ( $\pm 0.21$ )
Série à 50% cristaux	5.50 ( $\pm 0.27$ )	5.81 ( $\pm 0.08$ )	6.10 ( $\pm 0.16$ )

Tableau 12 : Densité numérique moyenne des cristaux (en logarithme et  $m^{-2}$ ) par série en fonction de la déformation finie. Les valeurs entre parenthèse représentent les incertitudes statistiques des valeurs.

Les CND sont comprises entre  $10^{4.8}$  et  $10^{6.1} m^{-2}$ , avec une faible augmentation de la CND avec la déformation (Figure 68).

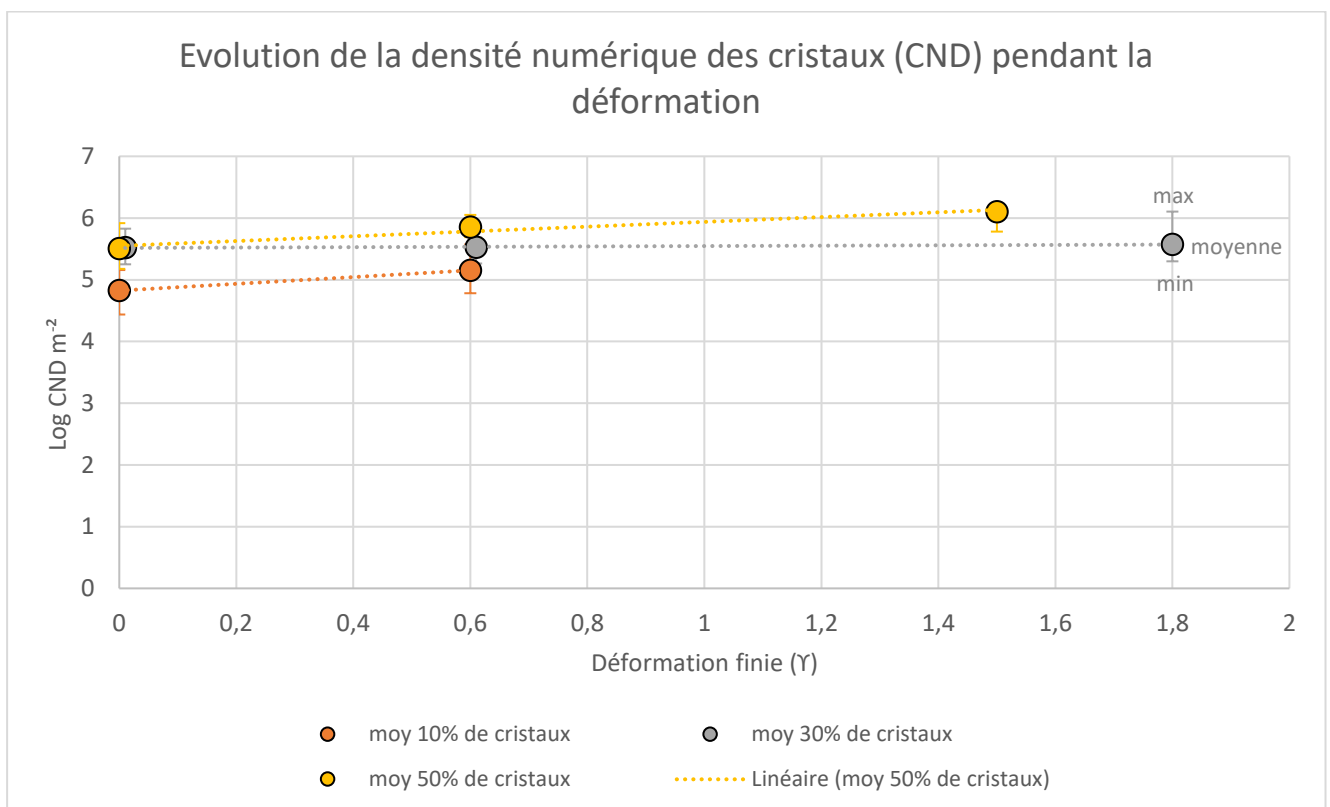
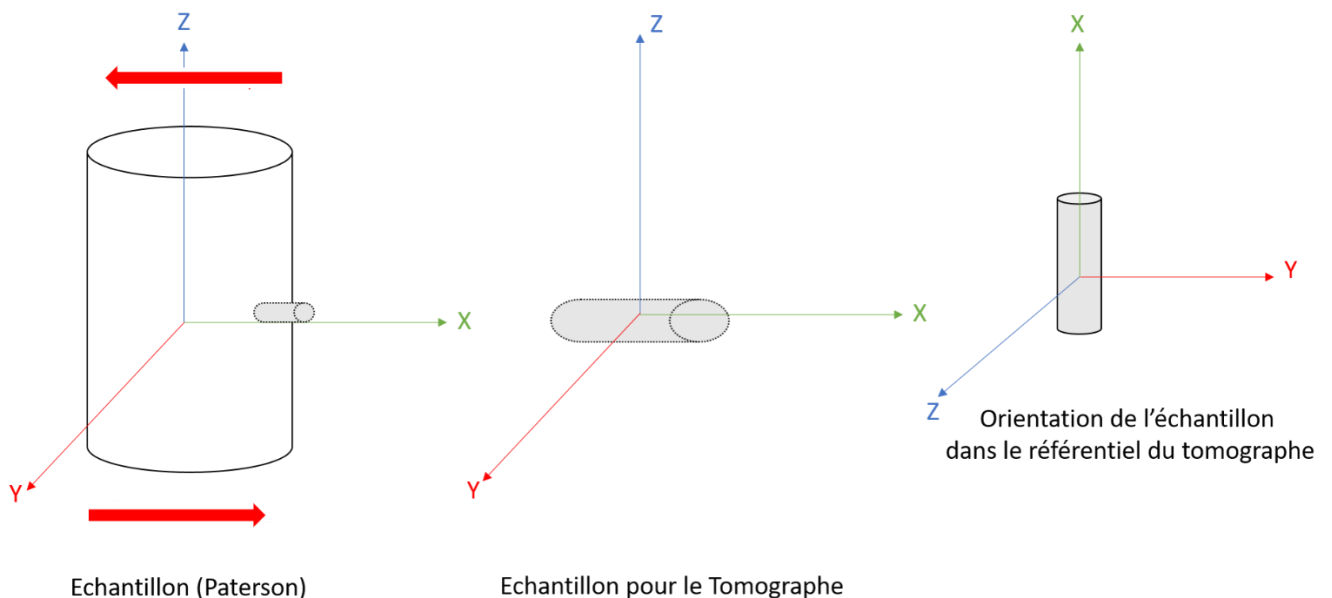


Figure 68 : Evolution de la densité numérique des cristaux (CND) pendant la déformation. Les barres ne correspondent pas à des incertitudes statistiques mais représentent les gammes de valeurs minimales et maximales obtenues.



# Chapitre 5 : Analyse 3D des échantillons expérimentaux

Les quatre séries expérimentales ont été analysées en 3D au micro-tomographe (Université d'Orléans, ISTO, BRGM), afin de visualiser et de quantifier la porosité de nos échantillons. L'objectif de cette analyse est de mettre en évidence une connectivité éventuelle de la porosité avec la déformation, pouvant amener à une perméabilité des échantillons. Pour cela, des carottes de 3 mm de diamètre ont été réalisées perpendiculairement à la direction de déformation dans les échantillons expérimentaux synthétisés et déformés en Presse Paterson ([Chapitre 3 §5.2.2.](#)). Les carottes ont été réalisées perpendiculairement à l'axe Z de l'échantillon, mais il faut noter que ces carottes sont tournées de 90° dans le référentiel du micro-tomographe ([Figure 69](#)).



*Figure 69 : Orientation des carottes de 3mm de diamètre par rapport à l'échantillon Paterson et par rapport au référentiel du micro-tomographe*

## I. Analyse qualitative des échantillons

### 1. Porosité

Dans un premier temps, une analyse qualitative de la porosité sur le volume total pour chaque échantillon a été effectuée afin de mettre en évidence le verre silicaté et les cristaux (jaune), les bulles non connectées avec l'extérieur de l'échantillon (rouge) et les bulles connectées avec l'extérieur de l'échantillon (gris). Le verre et les cristaux ne sont pas séparés lors du processus de segmentation de l'image car leur contraste de densité n'est pas assez élevé. Cette analyse a été réalisée directement

sur le volume complet scanné, soit sur le cylindre de 3 mm de diamètre. Puis, afin de visualiser plus en détail la forme et la répartition spatiale des bulles, une nouvelle analyse est réalisée sur un volume plus petit de 1000 pixels de côté (résolution 1.4  $\mu\text{m}$ ), soit 1.4 mm de côté. Cette analyse permet ainsi de séparer les bulles du reste du volume et de mettre en évidence une éventuelle connectivité.

Pour la série à 0% de cristaux (Figure 70), l'analyse qualitative du volume total de l'échantillon non déformé ne met pas en évidence de connectivité avec l'extérieur (Figure 70.1a). Les bulles y sont sphériques et présentent toutefois une certaine connectivité entre elles sans pour autant être connectées avec l'extérieur (Figure 70.1b). Les échantillons déformés à  $\gamma = 0.6$  (Figure 70.2a) et  $\gamma = 1.3$  (Figure 70.3a) montrent le développement d'une porosité connectée avec l'extérieur, mais uniquement en périphérie de l'échantillon. Les bulles sont également plus allongées et présentent toujours une certaine connectivité entre elles (Figures 70.2b et 3b). Pour cette série dépourvue de cristaux, l'analyse qualitative ne montre pas d'évidence de porosité connectée avec l'extérieur de l'échantillon, mais souligne une connectivité entre les bulles et un allongement des bulles avec la déformation.

L'analyse de la série à 10% de cristaux (Figure 71) met en évidence le développement d'une porosité connectée dès l'échantillon non déformé, mais principalement située en périphérie de l'échantillon (Figure 71.1a). Comme pour l'échantillon non déformé de la série précédente, les bulles ont une forme relativement sphérique et présentent une connectivité entre elles assez importante (Figure 71.1b). Lorsque l'échantillon est déformé à un taux de déformation de  $\gamma = 0.6$  (Figure 71.2a), on observe une forte localisation de la porosité connectée au niveau d'une fracture. Les bulles sont moins nombreuses et plus petites que dans l'échantillon non déformé (Figure 71.2b). Pour cette série à 10% de cristaux, l'analyse suggère le développement partiel d'une porosité connectée avec l'extérieur, localisée en périphérie des échantillons ou à la faveur d'une fracture.

Pour la série à 30% de cristaux (Figure 72), un cylindre de diamètre 3 mm n'a pu être carotté dans l'échantillon non déformé en raison de la friabilité de l'échantillon, mais un cube de 3 mm de côté a été réalisé (Figure 72.1a). L'analyse de cet échantillon met en évidence une connectivité de la porosité avec l'extérieur de l'échantillon uniquement en périphérie, comme observé pour les échantillons de la série à 0% et 10% de cristaux. On observe également une forme sphérique des bulles et peu de connectivité entre elles (Figure 72.1b), contrairement aux séries précédentes. L'analyse de l'échantillon déformé à un taux de déformation de  $\gamma = 0.6$  (Figure 72.2a) montre une forte porosité connectée avec l'extérieur de l'échantillon, caractérisée par plusieurs réseaux de bulles coalescées (Figure 72.2b). Pour l'échantillon déformé à un taux de déformation de  $\gamma = 1.8$  (Figure 72.3a), on visualise également une forte porosité connectée, avec la mise en place de réseaux de bulles de plus

en plus importants (Figure 72.3b). Cette analyse met en évidence le développement d'une forte porosité connectée dès 30% de cristaux à  $\gamma=0.6$ .

Pour la série à 50% de cristaux (Figure 73), l'analyse qualitative 3D montre le développement d'une forte porosité connectée avec l'extérieur dès l'échantillon non déformé (Figure 73.1a), avec des bulles connectées formant des réseaux (Figure 73.1b). La déformation de l'échantillon à  $\gamma=0.6$  montre une augmentation de cette connectivité (Figure 73.2a), avec notamment la création d'un réseau de bulles plus dense (Figure 73.2b) à l'intérieur duquel on peut observer quelques petites bulles isolées (Figure 73.2c). Pour l'échantillon déformé à un taux de déformation de  $\gamma=1.5$  (Figure 73.3a), on observe une porosité quasiment entièrement connectée avec l'extérieur de l'échantillon formant un seul et unique réseau de bulles (Figure 73.3b), avec toutefois quelques petites bulles isolées (Figure 73.3c). Cette analyse met donc en évidence une forte porosité connectée dès l'échantillon non déformé, jusqu'à obtenir un échantillon déformé dont la porosité est quasiment entièrement connectée avec l'extérieur lors de la déformation.

L'analyse qualitative a ainsi montré que le développement d'une porosité connectée est fortement dépendant de la déformation mais également de la fraction cristalline. En effet, pour les séries faiblement cristallisées (0 et 10%), la porosité connectée avec l'extérieur est peu ou pas développée, alors que pour les séries fortement cristallisées (30 et 50%), la porosité est connectée avec l'extérieur dès les échantillons non déformés. La porosité connectée augmente avec la déformation jusqu'à atteindre une porosité quasiment entièrement connectée avec l'extérieur.

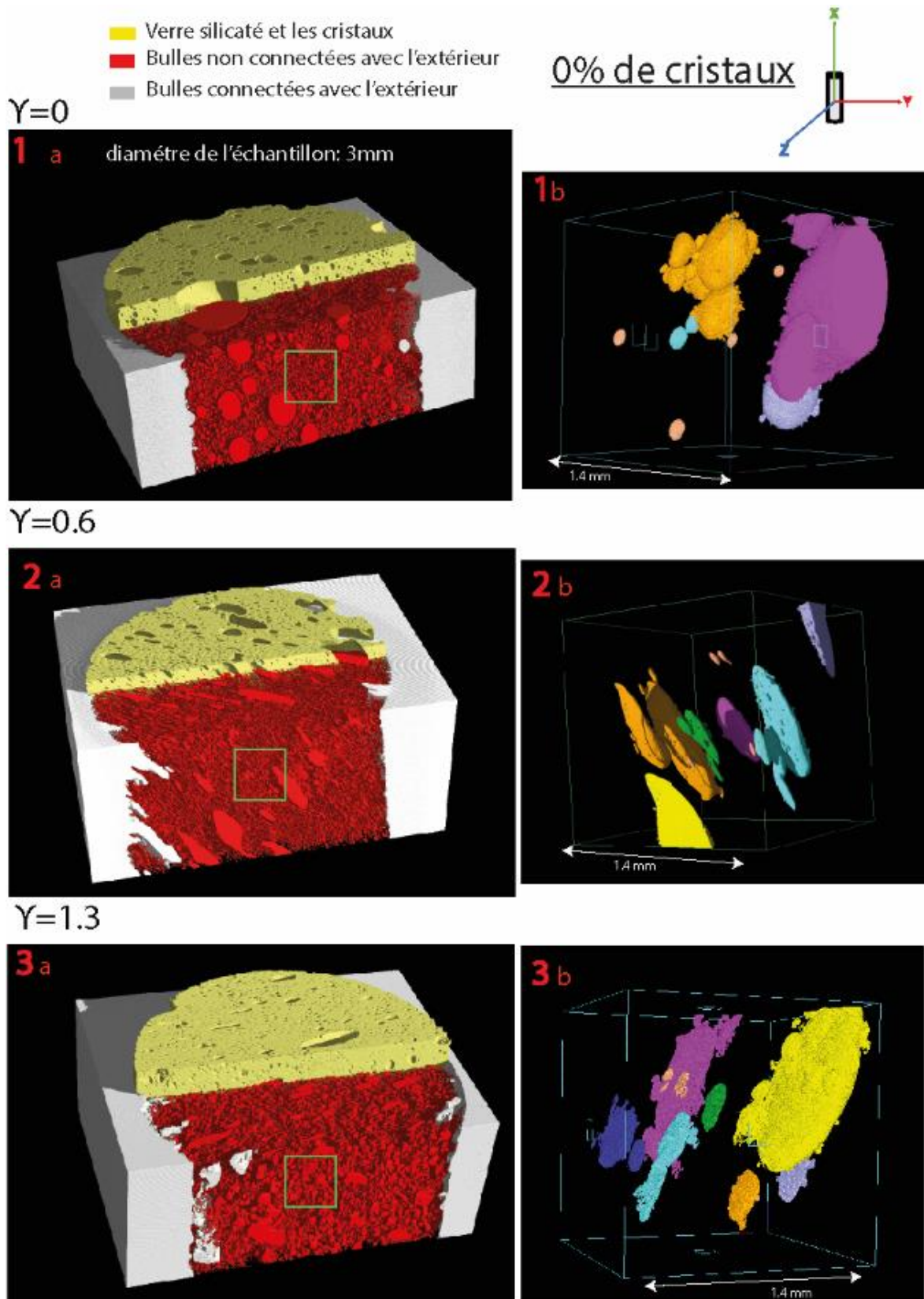


Figure 70 : Evolution qualitative de la porosité pour la série à 0% de cristaux

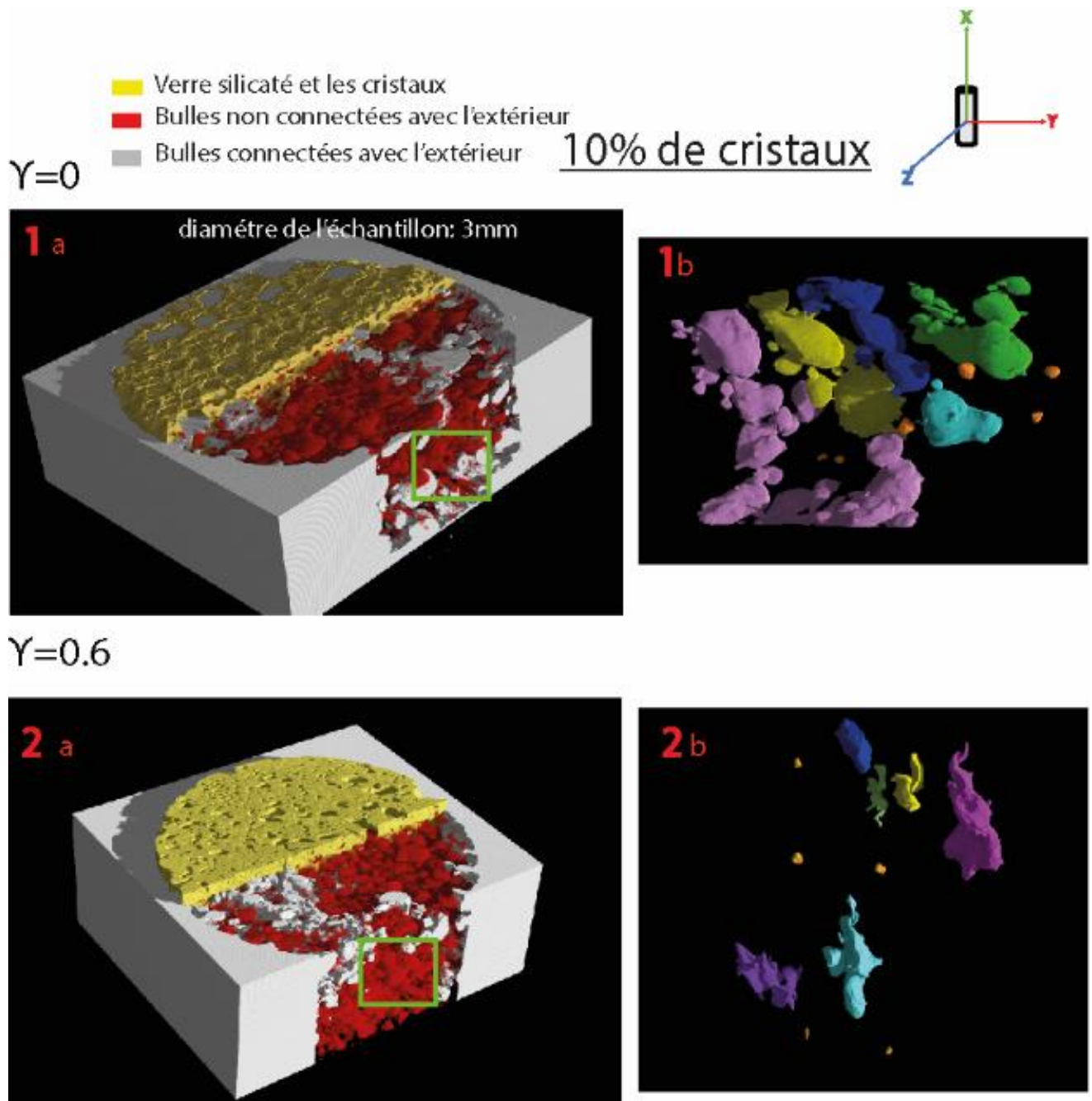


Figure 71 : Evolution qualitative de la porosité pour la série à 10% de cristaux



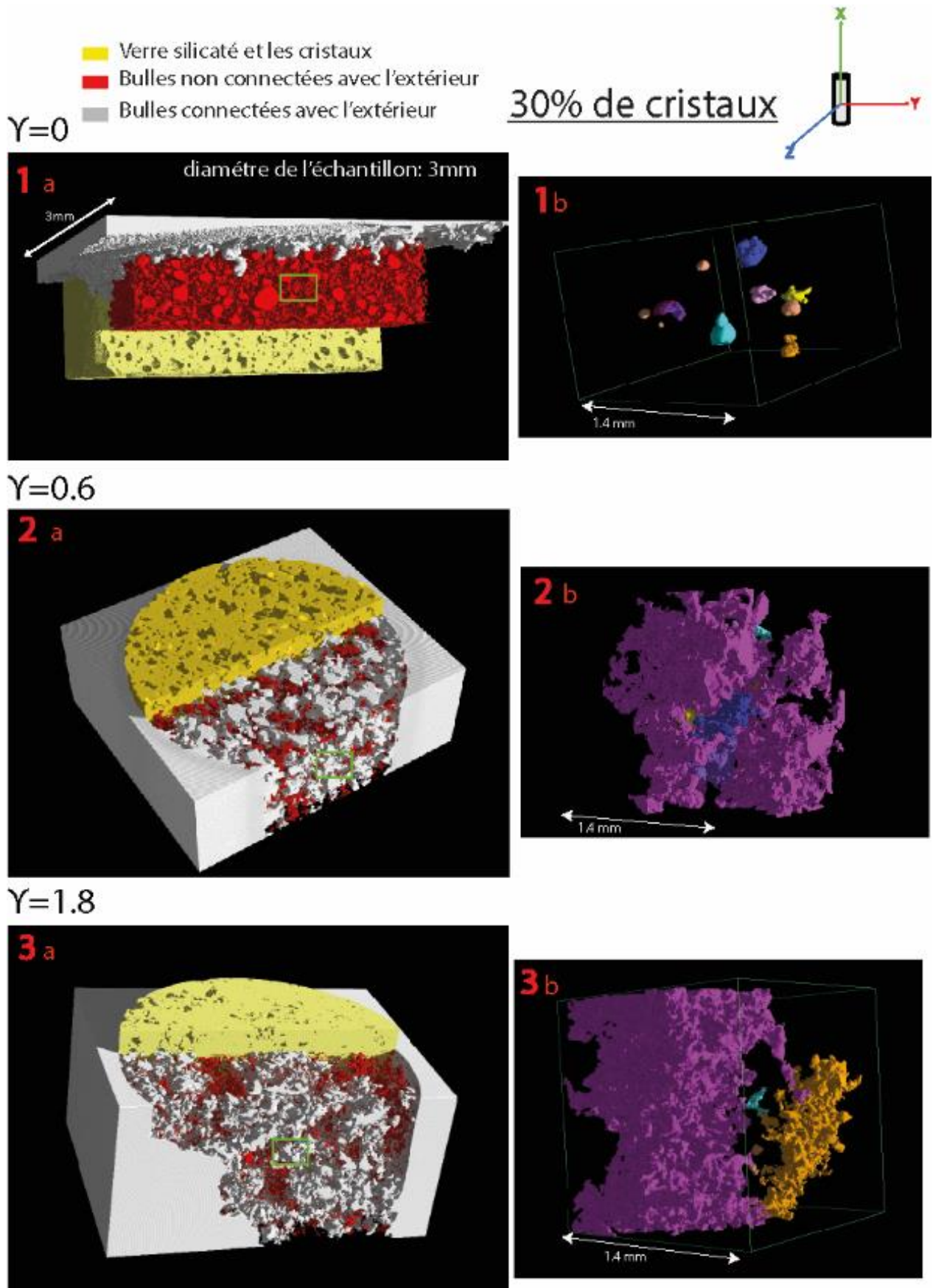


Figure 72 : Evolution qualitative de la porosité pour la série à 30% de cristaux

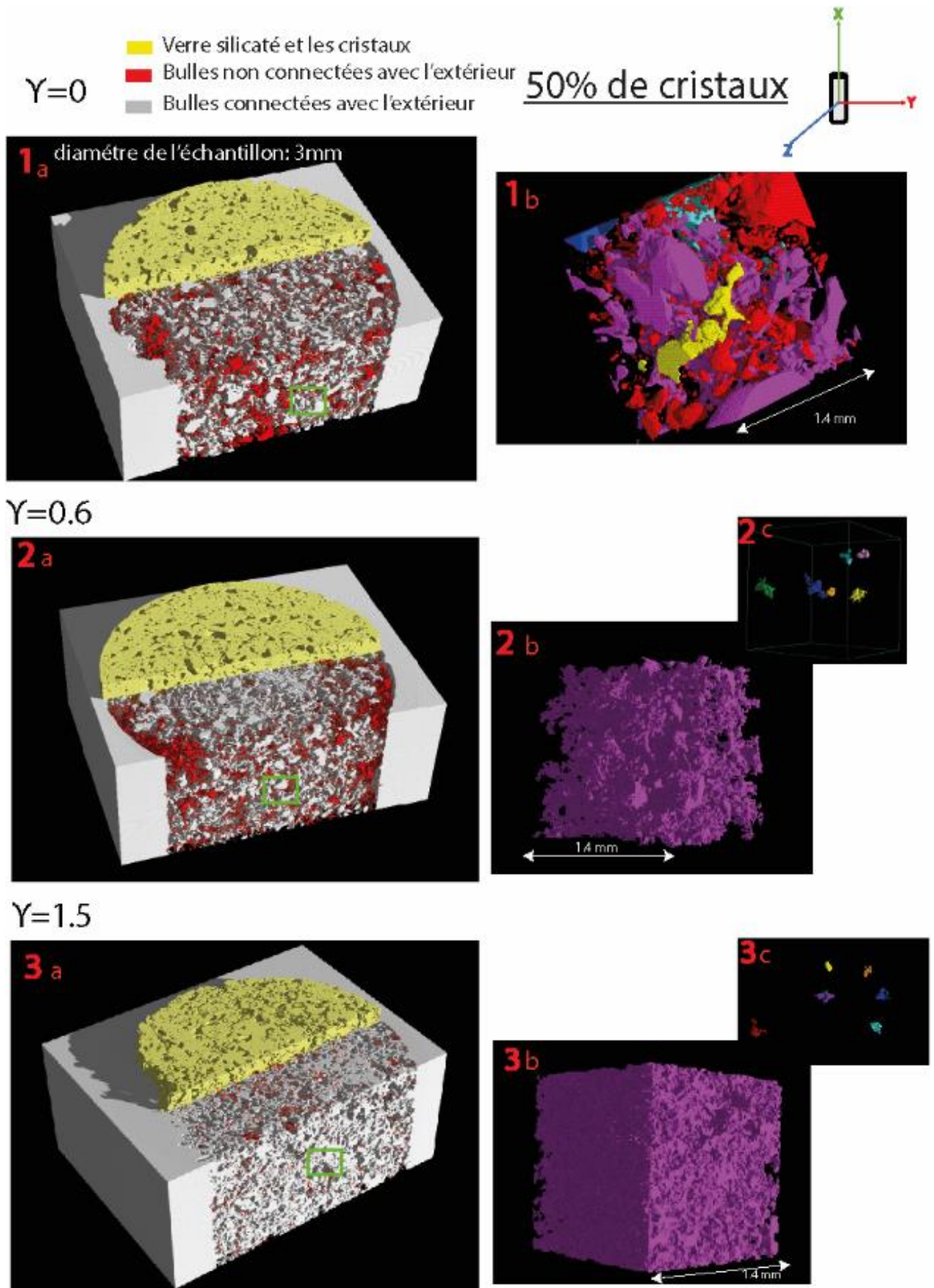


Figure 73 : Evolution qualitative de la porosité pour la série à 50% de cristaux

## 2. Fraction cristalline

L'analyse des cristaux au micro-tomographe est relativement difficile à réaliser, car la densité des éléments traversés (entre 2.5 et 2.8 g/cm<sup>3</sup> pour la labradorite) n'est pas assez contrastée avec celle du verre silicaté HPG8 (2.3 g/cm<sup>3</sup>; Knoche et al., 1995). Par exemple, pour un pourcentage de cristaux de 30% obtenus en 2D à partir des images MEB, l'analyse 3D donne un pourcentage de 6 vol%, ne segmentant probablement que les oxydes, les ferromagnésiens et peut-être les feldspaths les plus denses (Figure 74).

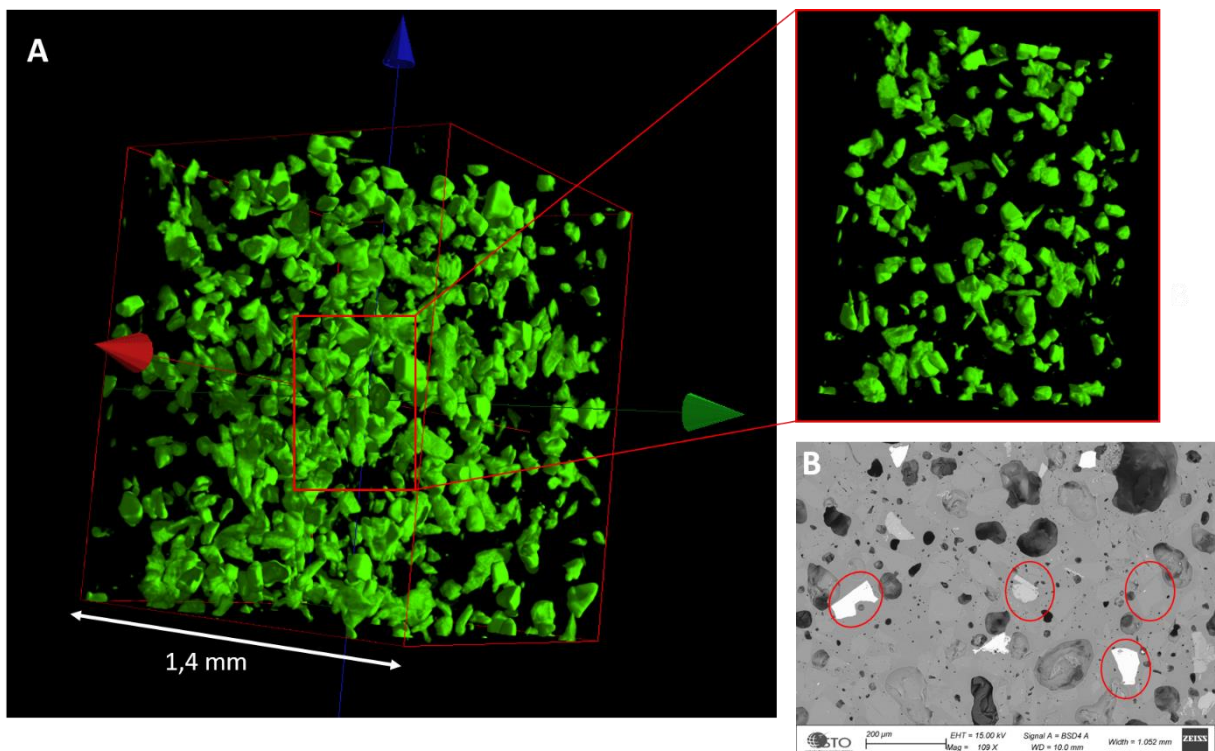


Figure 74 : A) Visualisation d'une partie des cristaux en 3D au micro-tomographe. B) Mise en évidence sur les images MEB de l'hétérogénéité de composition de la population de cristaux. La distribution de taille des cristaux ne peut donc pas se faire à partir des analyses 3D.

## II. Analyse quantitative des échantillons

L'analyse quantitative 3D de la population des bulles de nos échantillons a été réalisée par le logiciel Blob3D (Chapitre 3 § 6.3), qui permet de donner des valeurs de distribution de taille (BSD) et de densité numérique (BND), ainsi que des paramètres de forme et d'orientation des objets (bulles et cristaux). Ce type d'analyse n'a pas pu être réalisé sur le volume entier de nos échantillons (carottes de 3 mm de diamètre), ni même sur le volume de 1.4 mm de côté utilisé précédemment pour visualiser la forme et la distribution spatiale des bulles. Un volume plus petit de 646 x 643 x 531 pixels de côté, toujours de résolution 1.4 µm, a été défini au centre de la carotte.



## 1. Population de bulles

### 1.1. Distribution de taille des bulles (BSD) avant déformation

Nous avons recalculé le diamètre des bulles à partir du volume mesuré par l'analyse Blob 3D pour chaque bulle de nos échantillons non déformés, puis nous avons réalisé un premier histogramme de fréquence des bulles en fonction du diamètre équivalent (Figure 75.1). Pour chacune des séries, ces histogrammes montrent la prédominance d'une population de bulles de tailles inférieures à 40  $\mu\text{m}$ . Les images MEB montre une population de bulles de taille beaucoup plus importante ( $> 100 \mu\text{m}$ ) peu visible sur nos histogrammes de fréquence en 3D en raison du très faible nombre de ces grosses bulles, mais visibles sur des histogrammes montrant le volume des bulles en fonction de leur diamètre. En effet, les bulles de diamètre supérieur à 40  $\mu\text{m}$  sont peu nombreuses, mais leur volume est beaucoup plus important que celui des petites bulles ( $< 40 \mu\text{m}$ ) (Figure 75.2).

L'analyse de la série à 0% de cristaux (Figure 75.A), réalisée sur 26095 objets, montre trois populations de taille de bulles: inférieure à 60  $\mu\text{m}$ , entre 60 et 220  $\mu\text{m}$ , et entre 240 et 300  $\mu\text{m}$ . Ces trois populations sont relativement cohérentes avec les observations faites en 2D.

L'analyse de la série à 10% de cristaux (Figure 75.B), réalisée sur 1379 objets, montre une population de bulles dispersée entre 20 et 120  $\mu\text{m}$  de diamètre, puis une deuxième entre 140 et 180  $\mu\text{m}$ . On observe également une forte population de tailles entre 200 et 240  $\mu\text{m}$  et entre 260 et 280  $\mu\text{m}$ . Alors que l'analyse 2D et l'historgramme des fréquences des diamètres en 3D montrent une forte population de petites bulles ( $< 20 \mu\text{m}$ ), l'historgramme des volumes de bulles montre que cette population ne représente que 1% du volume total des bulles.

L'analyse de la série à 30% de cristaux (Figure 75.C), réalisée sur 22550 objets, montre une forte population de petites bulles de tailles inférieures à 20  $\mu\text{m}$ , comme observé en 2D. On observe également la présence d'une deuxième population de taille dispersée entre 20 et 180  $\mu\text{m}$  puis une troisième de taille comprise entre 220 et 240  $\mu\text{m}$ .

L'analyse de la série à 50% de cristaux (Figure 75.D), réalisée sur 10816 objets, montre comme la série précédente, une forte population de petites bulles de tailles inférieures à 20  $\mu\text{m}$ , une population de taille dispersée entre 20 et 220  $\mu\text{m}$ , et une population de taille comprise entre 220 et 300  $\mu\text{m}$ .

Les résultats présentés montrent que les bulles dans nos échantillons sont principalement de petites bulles de diamètres inférieurs à 60  $\mu\text{m}$ , accompagnées d'une population dispersée de bulles de diamètre autour de 100  $\mu\text{m}$ , ainsi que de grosses bulles de tailles supérieures à 200  $\mu\text{m}$ . Pour cette dernière population, les bulles qui la constitue sont essentiellement tronquées par un des côtés du volume analysé, ce qui veut dire que ces bulles ont des diamètres supérieurs à 200-300  $\mu\text{m}$ .

Histogrammes l'évolution de la fréquence et du volume de bulle (%) en fonction du diamètre équivalent (µm)

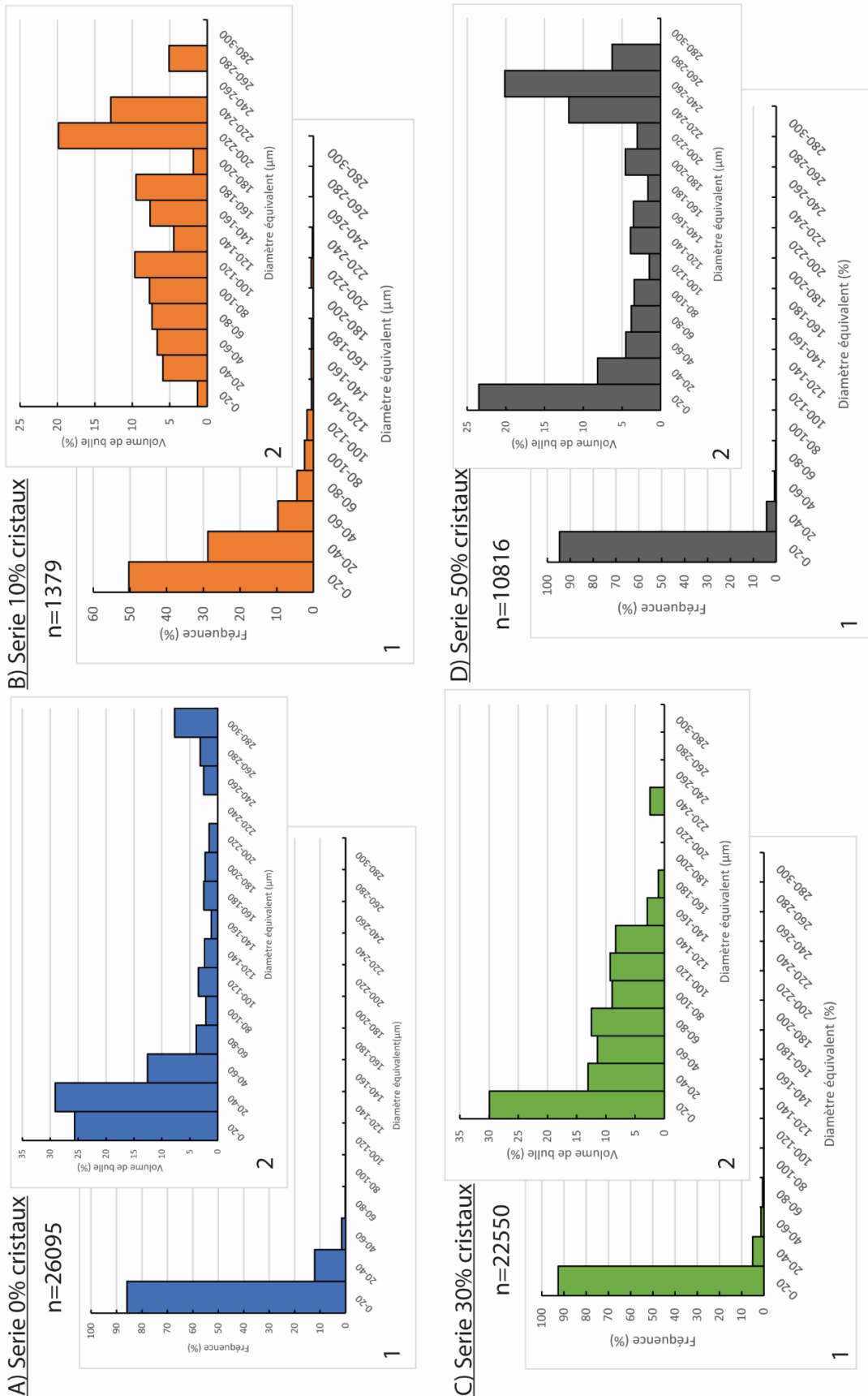


Figure 75 : Distribution de taille des bulles 3D pour les échantillons non déformés, avec 1) l'histogramme de fréquence et 2) le pourcentage volumique des bulles sur le volume total pour chaque classe de diamètre équivalent.

## 1.2. Rapport de forme des bulles

L'évolution du rapport de forme des bulles a été réalisée par l'analyse Blob3D pour les bulles entières (non tronquées par un des côtés du volume). L'évolution de forme pour chaque série est illustrée dans un histogramme de distribution des formes réalisé à partir d'une moyenne harmonique afin de réduire l'influence du rapport de forme des grosses bulles (Figure 76).

La série à 0% de cristaux (Figure 76.A) met en évidence une augmentation du rapport de forme avec la déformation, avec une moyenne de 1.36 pour l'échantillon non déformé, de 1.80 pour l'échantillon déformé à  $\gamma = 0.6$  et de 1.94 pour l'échantillon déformé à  $\gamma = 1.3$ . Cette augmentation du rapport de forme avec la déformation est également observée pour la série à 10% de cristaux (Figure 76.B), avec une moyenne de 1.66 pour l'échantillon non déformé et de 2.09 pour l'échantillon déformé à  $\gamma = 0.6$ . Pour la série à 30% de cristaux (Figure 76.C), on observe également cette augmentation du rapport de forme avec la déformation, passant de 1.46 pour l'échantillon non déformé à 1.74 et 1.64 pour les échantillons déformés à  $\gamma = 0.6$  et 1.8. Pour la série à 50% de cristaux (Figure 76.D), on observe peu de variation du rapport de forme entre l'échantillon non déformé de moyenne 1.58 et l'échantillon déformé à  $\gamma = 0.6$  de moyenne de 1.56. Cependant l'échantillon déformé à  $\gamma = 1.5$  a un rapport de forme moyen de 1.74.

Les séries à 30% et 50% de cristaux montrent de très faibles variations du rapport de forme des bulles au cours de la déformation, contrairement aux séries à 0 et 10% de cristaux où le rapport de forme augmente significativement avec la déformation. Cependant, cette analyse est partielle puisqu'elle ne tient pas compte des grosses bulles tronquées par les bords de l'échantillon.

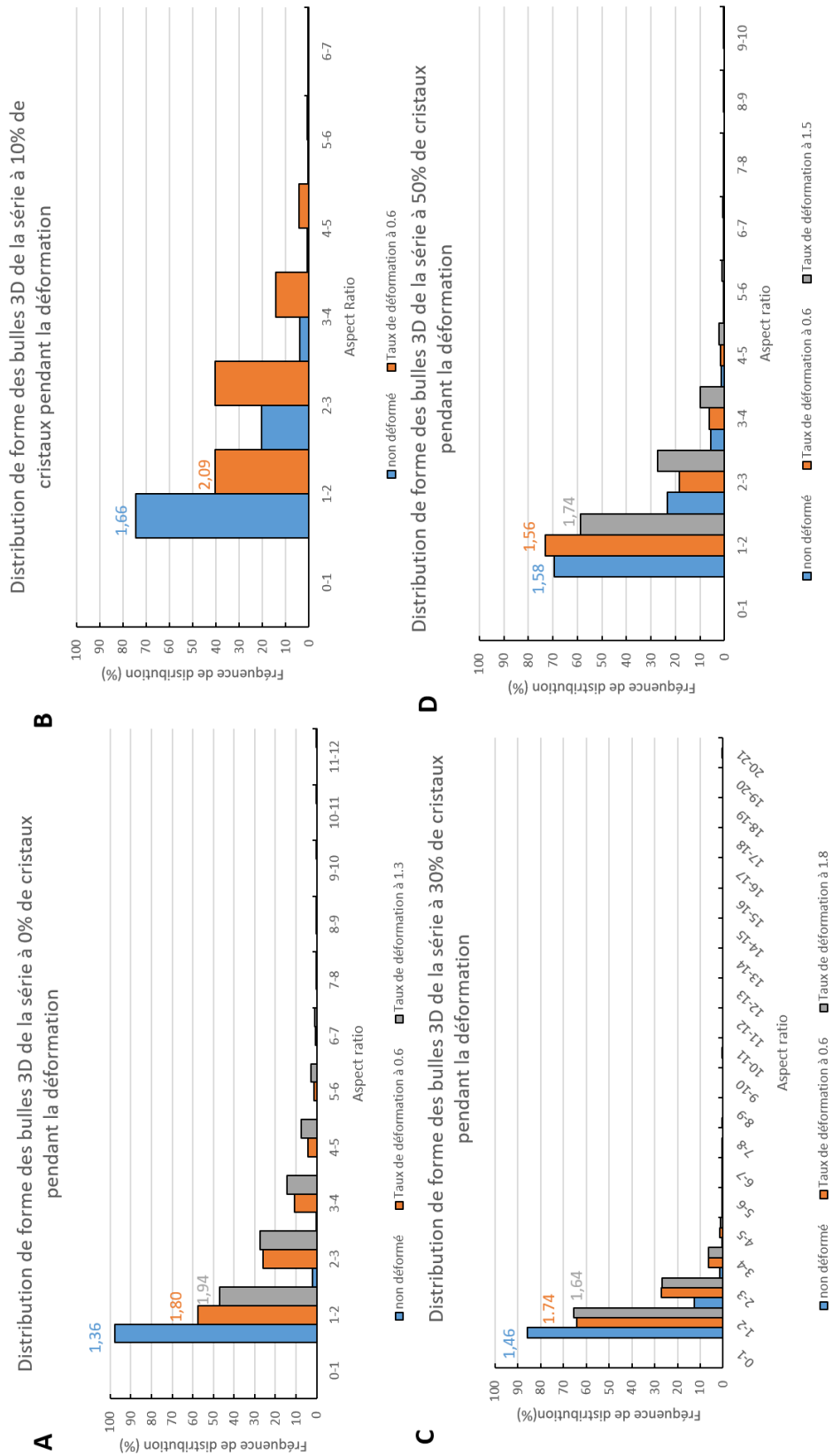


Figure 76 : Histogrammes de distribution de l'évolution du rapport de forme (moyennes harmoniques) des bulles en 3D pendant la déformation pour les quatre séries expérimentales.

### 1.3. Densité numérique de bulles (BND)

La BND a également été analysée par Blob3D pour chaque échantillon de chaque série. Pour pouvoir comparer les BND indépendamment de la cristallinité, la BND est calculée sur le volume total de bulles plus liquide silicaté (sans les cristaux) (Tableau 13).

	$\gamma=0$	$\gamma=0.6$	$1.3 < \gamma > 1.8$
Série à 0% cristaux	10.63	10.61	10.54
Série à 10% cristaux	9.35	9.23	-
Série à 30% cristaux	9.35	9.32	9.93
Série à 50% cristaux	10.25	10.00	9.54

*Tableau 13 : Logarithmes de la densité numérique moyenne des bulles (en  $m^{-3}$ ) par série en fonction de la déformation finie.*

Les BND sont globalement comprises en  $10^{9.2}$  et  $10^{10.7} m^{-3}$  (Figure 77). Pour la série à 0% de cristaux, la BND (en log et  $m^{-3}$ ) passe de 10.63 pour l'échantillon non déformé, à 10.61 et 10.54 pour les échantillons déformés respectivement à  $\gamma = 0.6$  et 1.3. Pour la série à 10% de cristaux, on obtient une BND de 9.35 pour l'échantillon non déformé et de 9.23 pour l'échantillon déformé à  $\gamma = 0.6$ . La série à 50% de cristaux montre une forte diminution de la BND, de 10.25 pour l'échantillon non déformé à 10.00 pour l'échantillon déformé à  $\gamma = 0.6$  et 9.54 pour celui déformé à  $\gamma = 1.5$ . Pour la série à 30% de cristaux, on observe dans un premier temps une faible diminution de la BND, de 9.35 pour l'échantillon non déformé à 9.32 pour celui déformé à  $\gamma = 0.6$ , puis une forte augmentation à 9.93 pour l'échantillon déformé à  $\gamma = 1.8$ .



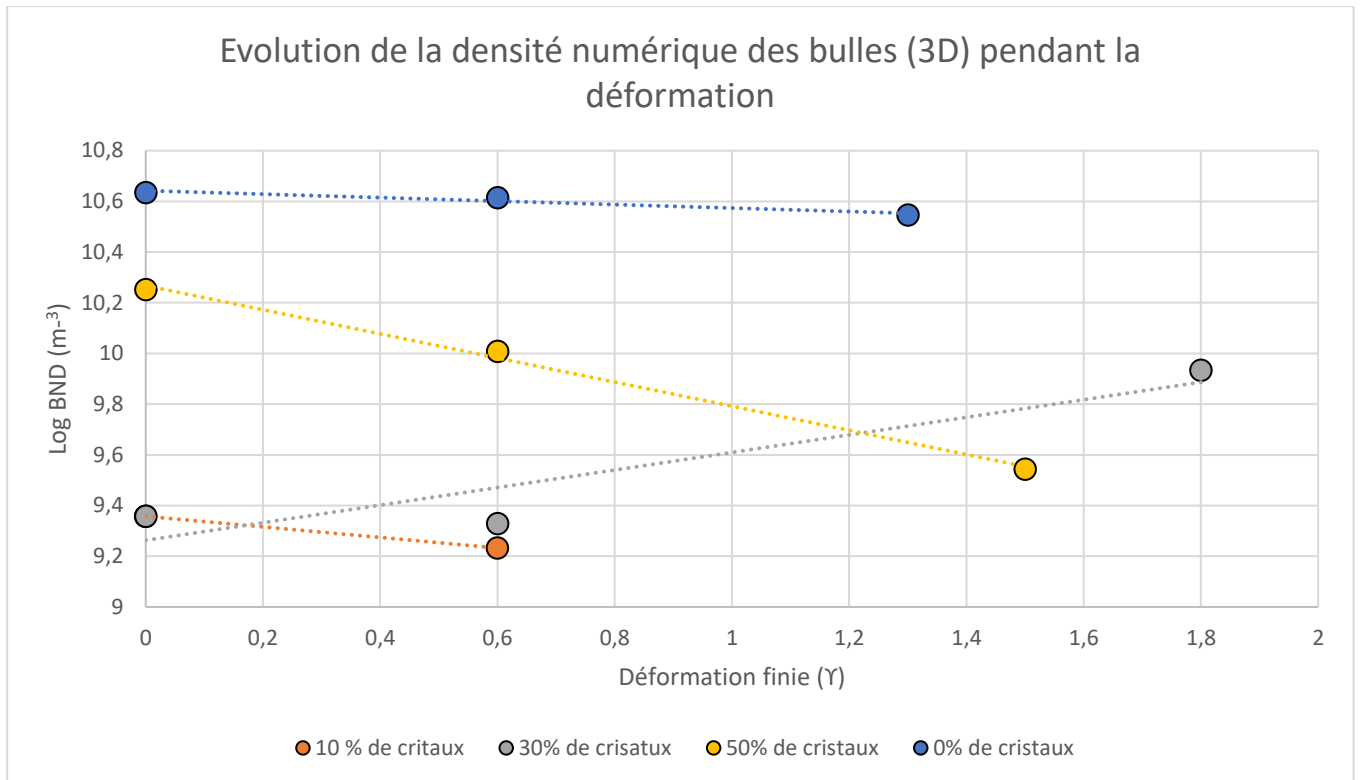


Figure 77 : Graphique montrant l'évolution de la densité numérique des bulles (BND) 3D pendant la déformation.

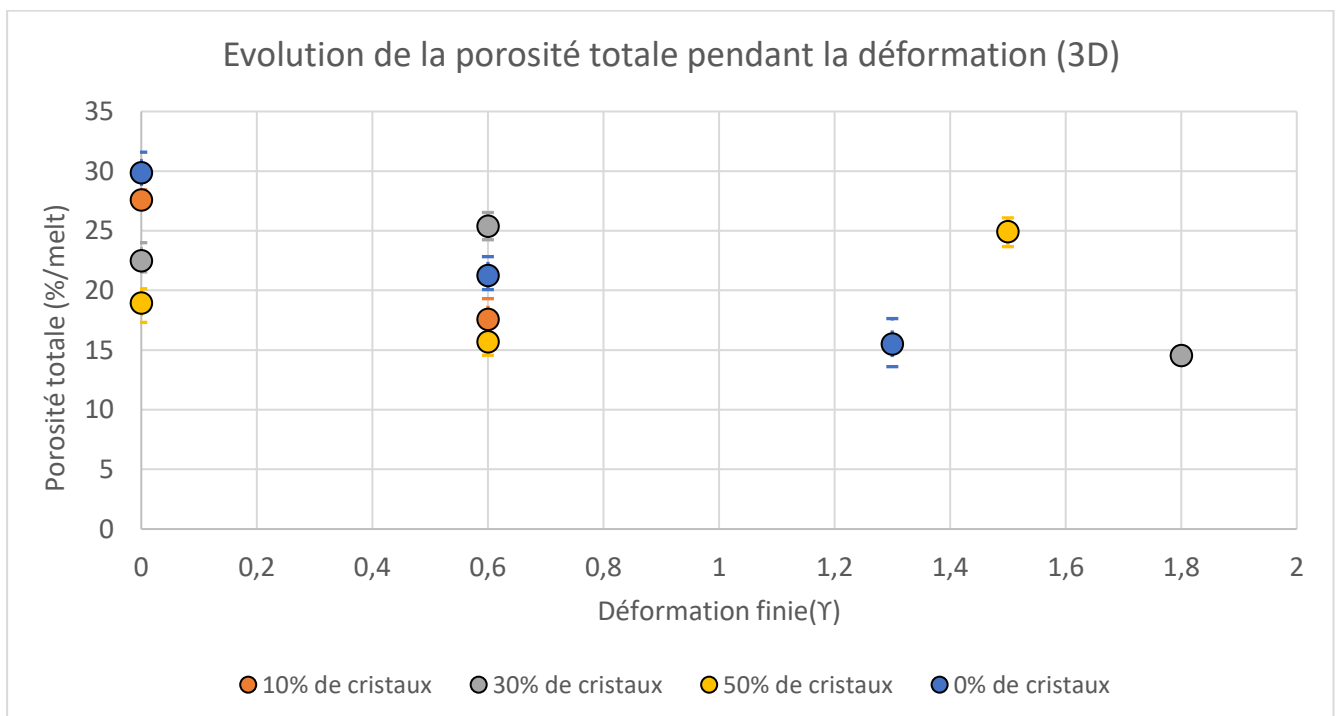
## 2. Quantification de la porosité totale

Afin de quantifier la porosité, une analyse de la fraction de bulles a été réalisée sur le volume de 1.4 mm de côté. Pour cela une segmentation de la phase gazeuse a été effectuée (chapitre méthodes §5.2) afin de l'isoler du reste du volume. Puis le pourcentage volumique des bulles a été calculé en divisant le volume que représente la phase gazeuse par le volume total. Ainsi, le pourcentage volumique obtenu correspond au pourcentage de bulles par rapport au liquide silicaté plus cristaux.

Les résultats obtenus (Tableau 14) mettent en évidence une fraction de bulles entre 18 et 30 vol% pour les échantillons non déformés des quatre séries. Comme les résultats obtenus en 2D, on observe une évolution de la fraction des bulles avec la déformation (Figure 78). Pour les séries à 0 et 10% de cristaux, une diminution du pourcentage de bulles est observée. Pour la série à 30% de cristaux, on observe une légère augmentation du pourcentage de bulles avec la déformation à  $\gamma = 0.6$  puis une forte diminution avec la déformation à  $\gamma = 1.8$ . L'inverse est observé pour la série à 50% de cristaux, avec une légère diminution de la porosité avec la déformation à  $\gamma = 0.6$  et une forte augmentation avec la déformation à  $\gamma = 1.5$ . Les pourcentages obtenus par l'analyse 3D sont en adéquation avec les résultats obtenus par l'analyse 2D.

	Pourcentage volumique obtenu à $\gamma=0$	Pourcentage volumique obtenu à $\gamma=0.6$	Pourcentage volumique obtenu à $1.3 < \gamma < 1.8$
Série 0% de cristaux	29.88 (+/- 1.72)	21.26 (+/- 1.41)	15.54 (+/- 2.01)
Série 10% de cristaux	27.61 (+/- 0.77)	17.60 (+/- 1.55)	-
Série 30% de cristaux	22.51 (+/- 1.30)	25.41 (+/- 1.14)	14.57 (+/- 0.65)
Série 50% de cristaux	18.96 (+/- 1.46)	15.72 (+/- 1.30)	24.94 (+/- 1.21)

**Tableau 14 :** Pourcentage volumique de bulles obtenu pour les échantillons non déformés pour des déformations finies inférieures à  $\gamma=2$ . Les incertitudes entre les parenthèses représentent les incertitudes statistiques des mesures.



**Figure 78 :** Evolution de la porosité totale en fonction de la déformation. Les barres ne correspondent pas à des incertitudes statistiques mais représentent les gammes de valeurs obtenues.

Pour des raisons de taille de fichier à traiter, les analyses individuelles des bulles ont dû être réalisées sur un volume cubique d'environ 1 mm de côté (646 x 643 x 531 voxels ; résolution de 1.4  $\mu\text{m}$ ) situé au centre de la carotte de 3 mm de diamètre. Le pourcentage de la porosité connectée a été obtenu par l'analyse Blob3D en prenant compte de toutes les bulles, entières ou coupées en bordure de l'échantillon. Le pourcentage de bulles connectées avec l'extérieur de l'échantillon correspond au rapport de volume des bulles entières sur le volume total de bulles (Tableau 15).

Série	Déformation finie ( $\gamma$ )	% porosité connectée par rapport à la porosité totale	% porosité totale par rapport au volume analysé
0% de cristaux	0	48.68	28.33
0% de cristaux	0.6	51.68	19.66
0% de cristaux	1.3	50.14	21.50
10% de cristaux	0	59.08	28.63
10% de cristaux	0.6	64.39	22.86
30% de cristaux	0	36.71	22.53
30% de cristaux	0.6	82.82	26.72
30% de cristaux	1.8	79.65	10.11
50% de cristaux	0	87.25	18.84
50% de cristaux	0.6	76.48	15.03
50% de cristaux	1.5	99.04	27.22

Tableau 15 : Pourcentage de la porosité connectée et de la porosité totale pour chaque série, calculé d'après les données obtenues par Blob3D

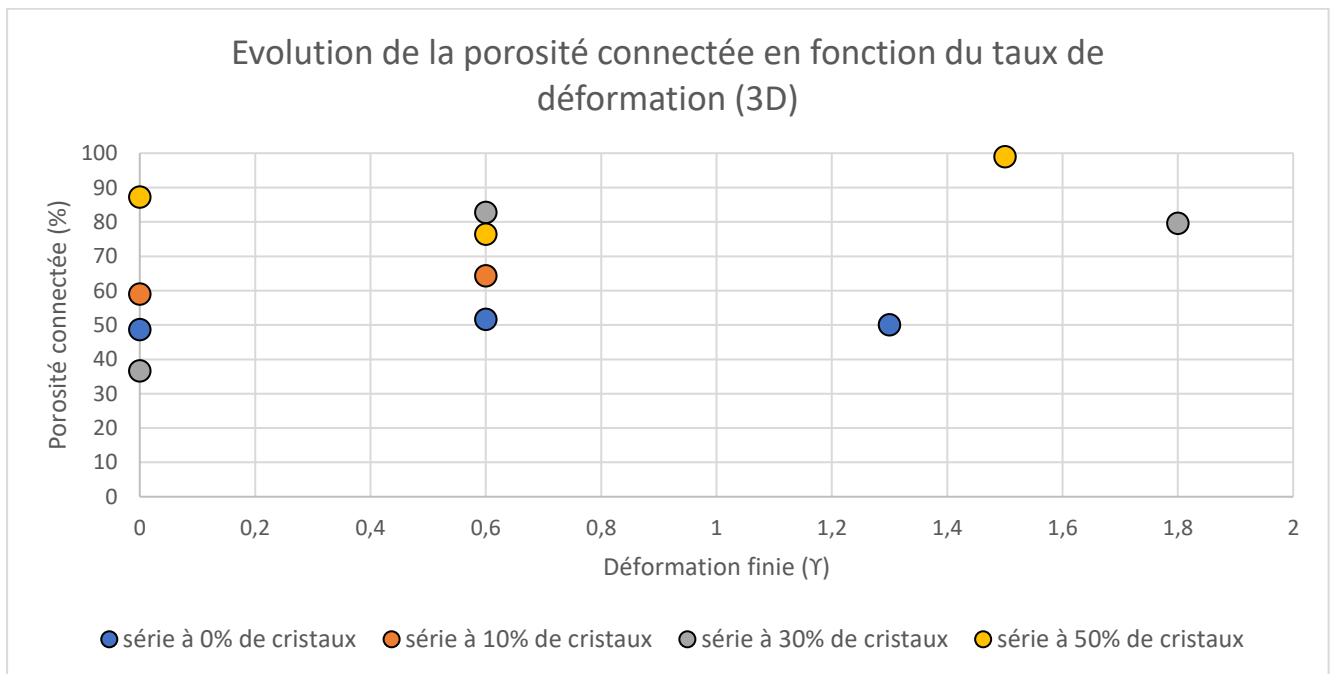


Figure 79 : Evolution de la porosité connectée avec la déformation

La Figure 79 montre l'évolution de la porosité connectée avec la déformation.

Pour la série à 0% de cristaux, la porosité connectée évolue peu avec la déformation. En effet, pour l'ensemble des échantillons (déformés ou non), on observe une porosité connectée d'environ 50% ( $\pm 1.5\%$ ).

Pour la série à 10% de cristaux, on observe une légère augmentation de la porosité connectée avec la déformation. En effet, l'échantillon non déformé présente une porosité connectée de 59% et de 64% pour l'échantillon déformé à  $\gamma=0.6$ .

Pour les séries fortement cristallisées, les variations de la porosité connectée avec la déformation sont plus significatives. Pour la série à 30% de cristaux, on observe une forte augmentation de 36% pour l'échantillon non déformé, à 82% et 80% pour les échantillons déformés à  $\gamma=0.6$  et 1.8. Pour la série à 50% de cristaux, les variations de porosité sont beaucoup plus importantes : dès l'échantillon non déformé, la porosité connectée est de 87%. L'échantillon déformé à  $\gamma=0.6$  a une porosité connectée de 76%, et de 99% lors de la déformation à  $\gamma=1.5$ .

Cette analyse met en évidence une faible évolution de la porosité connectée pour les séries faiblement cristallisées. En effet, on n'observe aucune évolution pour la série à 0% de cristaux et une légère augmentation pour la série à 10% de cristaux. Cette connectivité augmente avec la teneur en cristaux et la déformation, jusqu'à obtenir une porosité entièrement connectée pour les échantillons les plus cristallisés et les plus déformés.

### **III. Comparaison des données qualitatives et quantitatives de porosité connectée**

A l'exception de la série à 0% de cristaux, les porosités connectées déterminées sur les petits volumes de 1 mm de côté sont en accord avec les observations faites sur les carottes de 3 mm de diamètre. Ceci suggère que la porosité dans le petit volume analysé est représentative de celle dans la carotte. Pour les échantillons à 0% de cristaux, 50% de la porosité est connectée à l'échelle du petit volume, alors que l'analyse qualitative effectuée sur la carotte ne montre pas de connectivité de la porosité. Pour cette série, la population de grosses bulles autour de 300  $\mu\text{m}$  de diamètre est plus importante que dans les autres séries, et ce diamètre moyen n'est qu'un tiers plus petit que le côté du cube analysé (1 mm). Nous pensons donc que pour cette série, le volume du cube analysé est probablement trop petit pour être représentatif de la porosité dans la carotte de 3 mm.

De plus, la taille de ce volume pose également problème pour l'analyse de la densité numérique de bulle. En effet, si lors de l'analyse 2D, l'absence de coalescence peut être expliquée par une multitude de coupe en 2D, cette absence en 3D est plus difficile à expliquer dû au fait qu'une porosité connectée

est visible sur les analyses qualitatives et quantitatives. Tout comme précédemment il est donc possible que la taille du volume analysé surestime la population de petites bulles au détriment des plus grosses bulles, ne permettant pas de visualiser d'évolution lors de l'analyse de la BND.

# **Chapitre 6 : Discussion résultats expérimentaux**

## **I. Produits expérimentaux et leurs évolutions avec la déformation**

Les analyses réalisées dans cette étude ont pu être effectuées à la fois en 2D et en 3D. La combinaison de ces deux types d'analyses permet ainsi de caractériser nos produits expérimentaux avant et après déformation.

### **1. Caractéristiques des produits expérimentaux avant déformation**

#### **1.1. Nucléation et croissance des bulles**

Afin d'observer l'évolution du développement de la porosité avec la déformation d'un magma siliceux, nous voulions partir d'un produit de départ contenant environ 30 vol% de bulles, soit juste en dessous du seuil de percolation théorique (Saar and Manga, 1999 ; Blower, 2001), et avec des teneurs croissantes en cristaux de 0, 10, 30 et 50 vol%. Pour faciliter le processus de nucléation, nous avons choisi de partir d'un verre sursaturé en eau à 10 pds%. Les différents tests réalisés en autoclave (chapitre 2 §.II.1.) ont mis en évidence qu'un  $\Delta P_{\text{Nucl}} > 300$  MPa était nécessaire pour déclencher la nucléation. Ce qui est très supérieur aux valeurs définies par la littérature. En effet, des études précédentes ont montré qu'un  $\Delta P_{\text{Nucl}} \approx 25-150$  MPa était suffisant pour déclencher une nucléation pour des teneurs en eau de 4-8 pds% H<sub>2</sub>O (Mangan et Sisson, 2000 ; Mourtada-Bonnefoi et Laporte, 2002 ; Gondé et al., 2011). Néanmoins, en partant des observations faites lors de nos tests, les expériences des séries à 10, 30 et 50% de cristaux ont été réalisées avec un  $\Delta P_{\text{Nucl}} = 350$  MPa en Presse Paterson. Toutefois, les expériences de la série à 0% de cristaux, hydratées à 5 pds% d'H<sub>2</sub>O ont réussi à nucléer avec un  $\Delta P_{\text{Nucl}} = 120$  MPa, ce qui est plus en adéquation avec les données de la littérature. Les expériences des séries à 10, 30 et 50% de cristaux auraient donc pu être réalisées avec des  $\Delta P_{\text{Nucl}}$  beaucoup plus faibles.

Ainsi, les tests réalisés en autoclave présentent un problème de nucléation que l'on ne rencontre pas en Presse Paterson. Nous ne savons pas exactement ce qui a bien pu se produire pour que les tests aient fonctionné en Presse Paterson et pas en autoclave. En effet, les tests ont été réalisés dans les mêmes conditions et seuls le montage et l'assemblage contenant l'échantillon diffèrent. Ainsi, les différences observées peuvent être liées à la taille de l'échantillon, puisque pour les tests en Paterson les capsules présentent un diamètre plus important (15mm) que pour les tests en autoclave (2,5 mm). De plus, en autoclave nous avons utilisé des capsules en or alors qu'en Presse Paterson nous avons

utilisé des capsules en cuivre. Ce changement peut influencer la nucléation au niveau des bords de la capsule, soit par création de sites préférentiels de nucléation, soit par des échanges chimiques entre le liquide silicaté et la capsule. Une autre différence entre les tests en autoclaves et en Presse Paterson peut également expliquer les problèmes de nucléation rencontrés : en plus du montage et de l'assemblage de l'échantillon, la nature des cristaux de nos échantillons diffère également. En effet, comme expliqué dans le chapitre 2 ( § II. 3.2.), les tests en autoclaves ont été réalisés sans ou avec des cristaux de feldspaths sodiques (qui disparaissent aux conditions expérimentales choisies), alors que les tests en Presse Paterson ont été réalisés avec des cristaux de feldspaths de type labradorite (plus riche en calcium) et pouvant contenir des cristaux ferromagnésiens pouvant jouer le rôle de site préférentiel de nucléation et donc faciliter la nucléation.

#### *1.1.1. Pourcentage de bulle mesuré vs calculé*

Pour un dégazage à l'équilibre d'un liquide silicaté saturé en H<sub>2</sub>O par décompression jusqu'à 50 MPa à 750 °C, l'équation de [Jaupart et Allègre. \(1991\)](#) calcule un pourcentage volumique de bulles pour les échantillons non déformés des 4 séries expérimentales compris entre 30 et 60% ((la variabilité dépendant de la teneur en eau initiale du liquide silicaté). Les pourcentages de bulles mesurés pour les 4 séries sont de 20-30%. Ces pourcentages sont inférieurs à ceux calculés, sauf pour la série à 0% de cristaux. Ce 'déficit' en bulles peut-être expliqué par un excès d'eau dans le verre résiduel par rapport à la solubilité à 50 MPa pour les séries à 10, 30 et 50% de cristaux ([Figure 50](#)). Ce qui veut dire que pour ces trois séries, toute l'eau n'est pas sortie du verre pendant la décompression. Toutefois, il a été montré que toute l'eau qui sort du verre, sort sous forme de bulles ( $\pm 10\%$ ).

Ainsi, pour les 4 séries expérimentales, le volume initial de bulles avant déformation est identique (20-30%) et les densités numériques de bulles sont similaires ( $\pm 0.5$ ), ce qui indique une certaine reproductibilité de nos expériences. Ainsi, l'écart entre les pourcentages théoriques calculés et les pourcentages mesurés n'est pas lié à un problème de nucléation, mais plutôt à un problème de croissance des bulles.

#### *1.1.2. Influence de la croissance des bulles sur le pourcentage de bulles mesuré*

Ces 4 séries ont été réalisées à partir de deux verres hydratés : l'un à 5 pds% et l'autre à 10 pds% d'H<sub>2</sub>O. La série hydratée à 5 pds% d'H<sub>2</sub>O, à 0% de cristaux, a perdu toute son eau sous forme de bulles et le volume de bulles mesuré correspond au volume calculé. Pour les séries hydratées à 10 pds% d'H<sub>2</sub>O, à 10, 30 et 50% de cristaux, une grande partie de l'eau reste piégée dans le verre mais l'eau qui en sort, sort sous forme de bulles ([Figure 50](#), [Chapitre 4. I.2.](#)). La première hypothèse est que l'eau retenue dans le verre peut résulter d'un volume de capsule trop petit par rapport au volume requis si toute l'eau sort sous forme de bulles. Dans ce cas deux possibilités, soit toute l'eau sort du liquide sous

forme de bulles ce qui entraîne un éclatement de la capsule, soit l'eau est contrainte de rester dans le verre sous forme dissoute. Cependant, les volumes des capsules diffèrent pour les 4 échantillons alors que le volume de bulles reste le même. En effet, pour l'échantillon non déformé à 10% de cristaux, le volume de la capsule est plus petit que celui de l'échantillon non déformés à 50% de cristaux et pourtant dans les deux cas on obtient un volume de bulle de 20-30%.

La seconde hypothèse est un effet de la teneur en cristaux. En effet, on constate que l'échantillon à 0% de cristaux présente un volume de bulle mesuré cohérent avec le volume théorique alors que les échantillons contenant des cristaux présentent un écart significatif. On peut donc penser qu'une teneur en cristaux d'au moins 10%, peut influencer la croissance des bulles, car ces dernières doivent repousser les cristaux pour grossir. Ainsi, plus il y a de cristaux et plus les bulles ont dû mal à croître. Pour nos échantillons, on constate que pour les séries à 30 et 50% de cristaux, le pourcentage de bulle est légèrement inférieur au pourcentage de bulles de la série à 10% de cristaux (20% contre 30%). Donc théoriquement, les séries à 30 et 50% de cristaux doivent avoir une teneur en eau finale dans le verre plus importante que pour la série à 10% de cristaux. Or, les résultats obtenus montrent que la teneur en eau finale pour la série à 10% de cristaux est supérieur à celle de la série à 50% de cristaux (pas de données pour la série à 30% de cristaux) (Figure 50). Cependant, l'écart entre les teneurs en eau de ces deux séries est de 1.4 pds% et en prenant en compte l'incertitude de  $\pm 0.5$  pds% liée à la mesure, on peut considérer que ces différences sont peu significatives.

Une autre hypothèse peut également être émise sur l'effet des cristaux sur le temps de diffusion de l'eau dans le verre silicaté. En effet, lorsque l'on calcule le temps de diffusion de l'eau selon les conditions expérimentales (850°C, 50 MPa et 6 pds% d'H<sub>2</sub>O), le coefficient de diffusion calculé par Nowak et Behrens, 1997 est de  $8.71 \times 10^{-11}$  m<sup>2</sup>/s. Pour ces conditions et une distance moyenne entre les bulles de 100  $\mu$ m, on obtient un temps de diffusion de 3 min, ce qui est relativement rapide par rapport à la durée de nos expériences (Tableau 3). Cependant, les échantillons présentant cette forte sursaturation en H<sub>2</sub>O sont des échantillons contenant entre 10 et 50 vol% de cristaux (Figure 50), on peut donc penser que la présence de cette structure cristalline peut ralentir la diffusion de l'eau. De plus on voit que pour ces échantillons déformés, la saturation en eau tend à se rapprocher de la solubilité, pouvant ainsi indiquer qu'avec un temps plus long l'eau arrive à diffuser jusqu'à l'équilibre.

Afin de conclure sur l'impact des cristaux sur la croissance des bulles, il serait intéressant de refaire une expérience à 0% de cristaux dans les mêmes conditions expérimentales mais avec un verre hydraté à 10 pds% d'H<sub>2</sub>O. En effet, si toute l'eau sort du verre sous forme de bulles lors de la décompression cela veut dire que les cristaux ont un impact sur la croissance des bulles. Au contraire, si le volume de



bulle mesuré est inférieur au volume de bulles calculé cela signifie qu'un autre processus intervient et empêche la croissance des bulles en retenant l'eau dans le liquide silicaté.

### *1.1.3. Description de la population de bulle initiale*

Les échantillons non déformés montrent des densités numériques de bulles (BND) relativement comparables, indiquant un processus de nucléation similaire pour l'ensemble des échantillons. La plupart des échantillons non déformés montre une distribution plurimodale de taille de bulles (analyses 3D réalisées sur des petits volumes de 900 x 900 x 750  $\mu\text{m}$ ). Pour l'ensemble des échantillons (à l'exception de la série à 10%), on distingue la présence d'une population de bulles de tailles inférieures à 20  $\mu\text{m}$  (comme indiqué par l'analyse 2D), la présence d'une population de taille beaucoup plus dispersée autour de 100  $\mu\text{m}$ , ainsi qu'une population plus distincte entre 200 et 300  $\mu\text{m}$ . Cette dernière population est principalement composée de bulles tronquées par un des côtés du volume analysé ce qui veut dire que le volume mesuré peut être potentiellement plus important et donc que la taille de ces bulles peut être supérieure à 200-300  $\mu\text{m}$ . La population de bulles < 20  $\mu\text{m}$ , la plus nombreuse (et donc contrôlant la BND) peut être considérée comme nos bulles de décompression, qui notamment pour les séries les plus cristallisées, peuvent coalescer aidées par la structure cristalline pour former des bulles de plus gros diamètre et de plus grand rapport de forme.

Pour la série à 10% de cristaux, la BND est similaire aux autres échantillons, mais la population de bulles de taille inférieure à 20  $\mu\text{m}$  est peu visible, contrairement à la forte population de taille entre 200 et 240  $\mu\text{m}$ . Cette différence entre la série à 10% de cristaux et les autres peut être liée au temps post-décompression. En effet, si l'ensemble des échantillons a subi une décompression entre 15 et 20 min, suivie d'un palier de 15 min avant la déformation, l'échantillon de la série à 10% de cristaux non déformé a subi un palier de 4h ([Tableau 6](#)). En effet, cet échantillon a été réalisé dans la continuité de la phase de test, car nous voulions voir comment les bulles se comportaient si nous les laissions plus longtemps après décompression. Pendant ce palier, les bulles ont eu le temps de croître jusqu'à des tailles > 20  $\mu\text{m}$  ([Martel and Iacono-Marziano, 2015](#)).

### *1.2. Viscosité du produit de départ*

Nous venons de voir que la teneur finale en eau dans le verre varie d'un échantillon à l'autre et peut impacter le volume de bulles mesuré. Cette teneur en eau influence également la viscosité du liquide silicaté. En effet, la présence d' $\text{H}_2\text{O}$  peut fortement diminuer la viscosité des liquides silicatés ([Dingwell et al., 1996](#) ; [Richet et al., 1996](#) ; [Hess et Dingwell, 1996](#) ; [Schulze et al., 1996](#)). Dans [le chapitre 2](#), nous avons calculé la viscosité apparente théorique ([Truby et al., 2017](#)) de nos produits de départ avec bulles et cristaux en prenant comme teneur en eau finale la solubilité calculée par le modèle de [Newmann et Lowenstern \(2002\)](#). Cependant, lorsque l'on refait le calcul avec la teneur en eau finale mesurée par

microsonde on observe une diminution de la viscosité apparente des produits de départ (Tableau 16). Cependant au cours de la déformation, la teneur en eau dans le liquide se rapprochant des valeurs théoriques de solubilité, la viscosité apparente de l'échantillon se rapproche des valeurs calculées.

	$\Phi_b$ (%)	$\Phi_c$ (%)	Teneur en eau final (Newman et Lowenstern 2002) (pds%)	Teneur en eau final mesuré (microsonde) (pds%)	Log $\eta$ app (H2Of calculé) Pa.s	Log $\eta$ app (H2Of mesuré) Pa.s
Pp17*	30	0	3.2	3.6	7.4	7.1
Pp5	30	10	2.8	6.1	6.6	5.1
Pp12	20	50	2.8	4.8	7.9	6.9

Tableau 16 : Viscosités apparentes des produits de départ calculées (Truby et al., 2017) pour des suspensions contenant 20-30% de bulles et 0, 10 et 50% de cristaux à 50 MPa, 750°C et 650°C\* avec les teneurs en eau finale calculées (2.8 et 3.2 pds%) par Newmann et Lowenstern (2002) et mesurées par microsonde

## 2. Evolution des produits expérimentaux avec la déformation

### 2.1. Evolution du pourcentage de bulles avec la déformation

Nous venons de voir que pour chacune des séries expérimentales, le volume initial de bulles est le même. Avec la déformation, nous observons peu d'évolution de ce volume de bulles (Tableau 17). En effet, pour les séries à 0, 10 et 30% de cristaux on observe une diminution de 5-10% avec la déformation alors que pour la série à 50% de cristaux on observe plutôt une augmentation de 8%. En considérant une barre d'erreur de  $\pm 10\%$  lors de l'analyse sur les images MEB, ces variations sont peu significatives et indiquent donc peu d'évolution du volume de bulles pendant la déformation.

	$\Upsilon=0$	$\Upsilon=0.6$	$1.3 < \Upsilon < 1.8$
Série à 0% de cristaux	30.8 ( $\pm 2.5$ )	23.8 ( $\pm 2.2$ )	21.3 ( $\pm 3.5$ )
Série à 10% de cristaux	31.5 ( $\pm 3.4$ )	25.5 ( $\pm 3$ )	-
Série à 30% de cristaux	20.4 ( $\pm 3$ )	26.4 ( $\pm 2.9$ )	15.2 ( $\pm 11.8$ )
Série à 50% de cristaux	20.2 ( $\pm 2.2$ )	23.6 ( $\pm 10.3$ )	28.3 ( $\pm 17.3$ )

Tableau 17 : Synthèse des pourcentages de bulles mesurés pour les échantillons non déformés et déformés pour les 4 séries expérimentales

Pour les séries à 0 et 10% de cristaux, cette stabilité du volume de bulles est cohérente avec la teneur en eau finale qui n'évolue pas avec la déformation. Pour la série à 50% de cristaux, la faible augmentation observée du pourcentage de bulles est liée à l'exsolution de l'eau continue pendant la déformation. Cependant, le pourcentage final mesuré après déformation reste très inférieur à celui

calculé pour les teneurs en eau libérées, tout comme pour la série à 30% de cristaux. Cet écart indique que seule une partie de l'eau exsolvée pendant la déformation contribue à la croissance des bulles (Figure 50.).

Toutefois, les images MEB des échantillons déformés mettent en évidence la présence de « poches » pouvant témoigner de la présence de grosses bulles au sommet des capsules (Figure 85). Ces « poches » n'avaient pas initialement été prises en compte lors de l'analyse de la fraction de bulles, mais en les prenant en compte, on constate une augmentation significative du pourcentage de bulle mesuré (Tableau 18).

	Sans les « poches » de gaz	Avec les « poches » de gaz
Série à 0% de cristaux	21.3	30.5
Série à 10% de cristaux	25.5*	–
Série à 30% de cristaux	15.2	26.1
Série à 50% de cristaux	28.3	43.7

*Tableau 18 : Pourcentage moyen de bulles mesuré (%) avec et sans les « poches » de gaz pour les échantillons déformés à un  $\gamma > 2$  (\*  $\gamma = 0.6$ )*

Pour la série à 0% de cristaux, en prenant en compte la « poche » situé au sommet de la capsule, le pourcentage de bulles mesuré est de 30.5% contre 21.3%. On observe donc une augmentation de 9% et une fraction de bulles similaire à celle mesurée pour l'échantillon non déformé. Ce qui confirme que pour la série à 0% de cristaux le pourcentage de bulles n'évolue pas ; il n'y a donc pas de perte de bulles avec la déformation. Ce pourcentage de bulles mesuré est éloigné du pourcentage de bulles calculé pour la quantité d'eau finale mesurée dans le verre de l'échantillon non déformé (excès d'eau dissoute), mais se rapproche du pourcentage de bulles calculées pour la solubilité d'eau à pression finale (Figure 80).

Pour la série à 10% de cristaux, l'échantillon déformé analysé ne présente pas de « poches » de gaz.

Pour les séries à 30 et 50% de cristaux, en prenant en compte les « poches », le volume de bulles augmente de plus de 10 à 15%. Pour la série à 30% de cristaux, on passe de 15 à 26%, soit une augmentation de 6% par rapport au volume de bulles de l'échantillon non déformé, ce qui est peu significatif. Ainsi pour cette série, comme pour les séries à 0 et 10% de cristaux, il y a peu d'évolution du volume de bulles même lorsque l'on prend en compte les poches. Pour la série à 50% de cristaux, on passe de 28 à 42%, soit une augmentation de 20% par rapport au volume de bulles de l'échantillon non déformé. Néanmoins, pour ces deux séries à 30 et 50% de cristaux, le volume de bulles mesuré

pour l'échantillon déformé reste très insuffisant par rapport à celui calculé avec la quantité d'eau finale mesurée dans le verre (Figure 80).

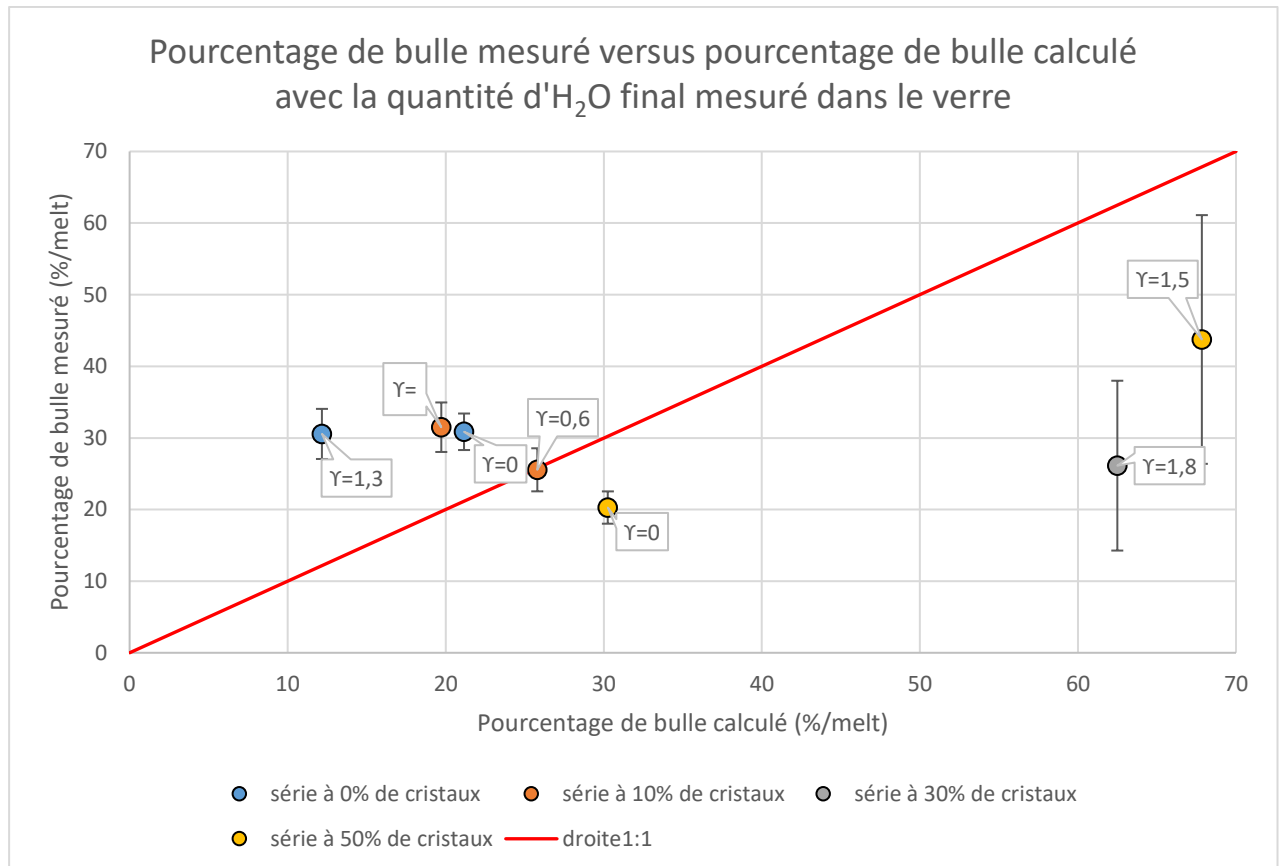


Figure 80 : Evolution du pourcentage de bulles mesuré, en tenant compte des « poches » pour les échantillons déformés, en fonction du pourcentage de bulles calculé pour les teneurs en eau finale mesurées par microsonde. Pour chaque point, l'étiquette indique le taux de déformation subi par l'échantillon.

La différence de volume de bulles entre ce qui est mesuré (en tenant compte des poches) et ce qui est calculé pour les séries à 30 et 50% de cristaux peut être liée soit à une analyse partielle des poches de gaz (on ne voit pas tout le sommet de la capsule en 2D), soit à la rétractation du gaz lors du refroidissement (donc à un volume gazeux inférieur à celui qu'il était à 750°C).

## 2.2. Evolution de la fraction cristalline avec la déformation

Les cristaux utilisés pour cette étude ont été tamisés entre 50 et 90  $\mu\text{m}$ . Or, l'analyse de la distribution de taille 2D de ces cristaux dans les échantillons non déformés met en évidence la présence de tailles inférieures à 50  $\mu\text{m}$  et supérieures à 90  $\mu\text{m}$ . Cette dernière population pouvant aller jusqu'à des tailles de 180  $\mu\text{m}$  pour les séries les cristallisées, et pouvant résulter d'un effet électrostatique lors du mélange avec le verre silicaté. Il se peut également que la présence de cette population dans les séries les plus cristallisées soit liée à un biais d'analyse des images MEB dû à la correction manuelle des contours cristallins dans les agrégats.

La population de taille inférieure à 50  $\mu\text{m}$  mise en évidence par la CSD peut dans un premier temps être liée à un effet de coupe puisque l'analyse a été réalisée en 2D. Cependant, certaines images MEB, notamment pour les séries les plus cristallisées ont mis en évidence un mécanisme de fragmentation cristalline dès les échantillons non déformés. Cette fragmentation s'intensifie avec la teneur en cristaux et la déformation et est liée à l'augmentation des contacts entre les cristaux. En effet, plus on augmente la fraction cristalline et plus les contacts entre cristaux sont favorisés, créant un réseau capable de propager les contraintes. Avec la déformation, un phénomène de cataclase agit sur les plus gros cristaux pouvant ainsi donner naissance à une population de cristaux de tailles plus petites (Forien et al., 2011). Cependant, malgré cette fragmentation cristalline visible, la densité numérique des cristaux (CND) n'augmente pas de manière significative (Figure 68), suggérant que l'ampleur de ce processus est faible.

### 2.3. Evolution de la viscosité avec la déformation

Avec la déformation, nous avons mis en évidence que pour les séries à 30 et 50% de cristaux, la teneur en eau finale évolue (diminue avec le temps de déformation), augmentant ainsi la viscosité du liquide silicaté. Pour les séries à 0 et 10% de cristaux, il y a peu d'évolution de la viscosité apparente avec la déformation (Figure 81).

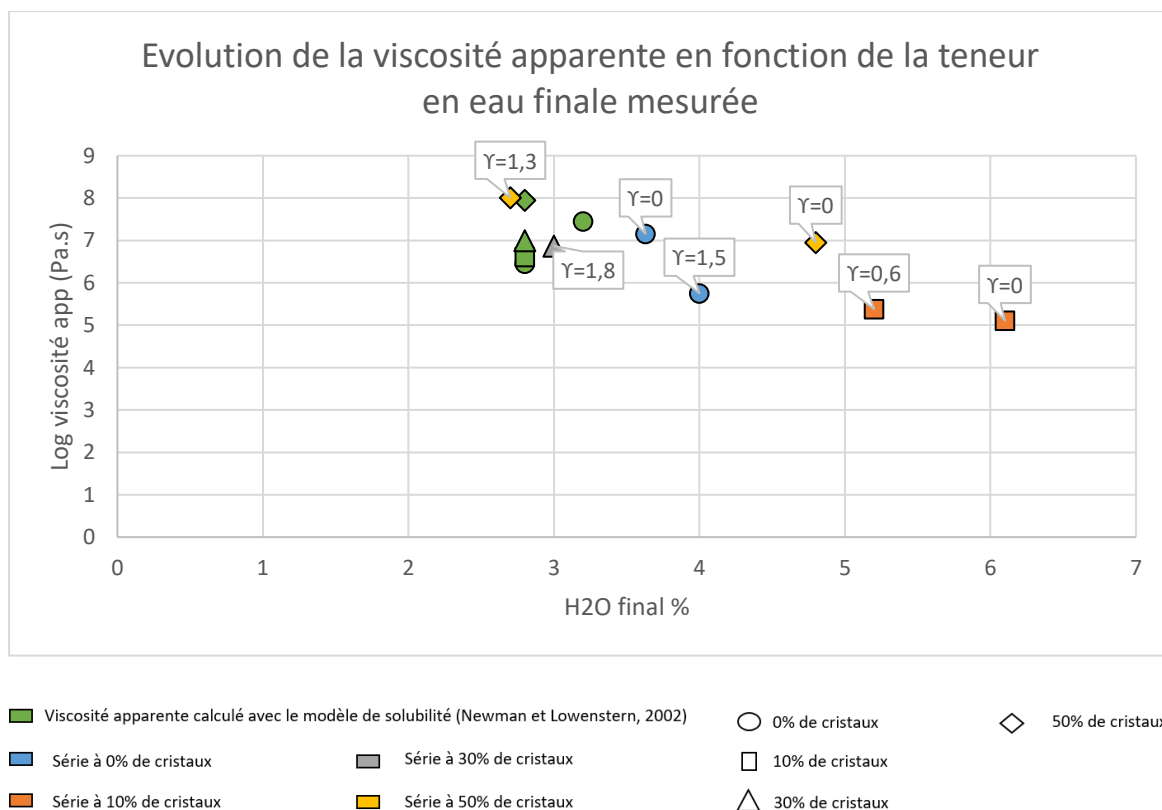


Figure 81 : Comparaison des viscosités apparentes calculées avec Truby et al. (2015) pour les solubilités établies par Newman et Lowenstern (2002) à 50 MPa et 750/650°C et celles calculées avec les teneurs en eau mesurées pour les produits de départ et les échantillons déformés ( $0.6 < Y < 1.8$ ) des 4 séries expérimentales

## II. Effet de la fraction cristalline sur le comportement des bulles sous une faible déformation cisailante ( $\gamma < 2$ )

### 1. Comportement passif des bulles dans les échantillons aphyriques

Les analyses des échantillons sans cristaux montrent un allongement des bulles avec notamment une excentricité moyenne passant de 1.1 à 2.5 avec la déformation, augmentant ainsi l'anisotropie de la fabrication de bulles (Figure 82). On observe également la mise en place d'une orientation préférentielle moyenne aux alentours de 22° par rapport à la direction du cisaillement pour les échantillons déformés à  $\gamma=0.6$  et 1.3.

L'évolution de l'orientation de ces bulles avec la déformation suit relativement bien le modèle théorique de March (1932), c'est-à-dire que l'angle  $\alpha$  entre l'axe majeur de l'ellipse de déformation et la direction du cisaillement tend à se rapprocher de cette direction avec l'augmentation de la déformation (Figure 60). L'analyse des échantillons non déformés montre une absence d'orientation préférentielle pré-déformation, puisque ces dernières sont théoriquement sphériques, sauf localement le long de la capsule (effets de bords). L'orientation des bulles suivant la théorie de March (1932) met en évidence une déformation passive des bulles avec la déformation.

Lorsque l'on calcule le nombre capillaire  $C_a$  (Llewellyn et al., 2002b), qui représente le rapport entre les forces visqueuses et la tension superficielle, en prenant  $10^{7.1}$  Pa.s comme viscosité apparente du liquide silicaté et un diamètre moyen de la population principale de bulles de 12  $\mu\text{m}$ , on obtient  $C_a=0.021$ .  $C_a$  est inférieur à 1, ce qui indique une faible déformation des bulles. Si  $C_a$  est calculé avec un diamètre moyen de bulles de 139  $\mu\text{m}$  et de 275  $\mu\text{m}$ , on obtient respectivement  $C_a=0.17$  et 0.34. Ces  $C_a$  restent inférieurs à 1 (faible déformation), mais montrent que les bulles de plus gros diamètre se déforment davantage.

### Evolution de la fabrique des bulles pendant la déformation

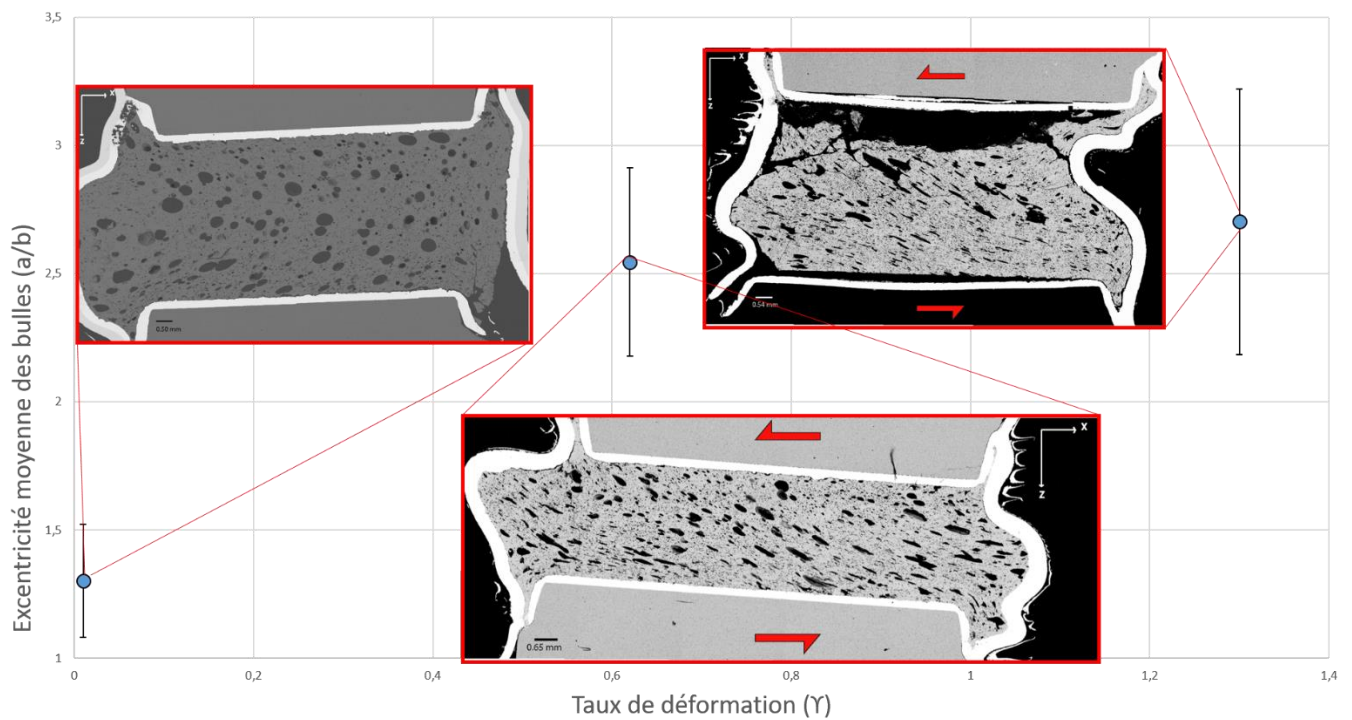


Figure 82 : Evolution de la fabrique de bulle pour la série à 0% de cristaux avec la déformation

## 2. Comportement des bulles sous l'effet de la structure cristalline dans un magma non déformé

Pour les échantillons à 0, 10 et 30% de cristaux, les bulles sont relativement sphériques. A partir de 50% de cristaux, on observe une déformation des bulles impactée par les contours des cristaux.

La teneur en cristaux va également impacter l'excentricité des bulles. Nous venons de voir dans le paragraphe ci-dessus que l'échantillon à 0% de cristaux non déformé présentait une certaine anisotropie de la fabrique des bulles, essentiellement liée à l'effet de la capsule. Lorsque l'on augmente la teneur en cristaux, la fabrique de bulles tend vers l'isotropie (rapport de forme proche de 1.0 ; Figure 83). On observe toutefois, pour l'échantillon à 50% de cristaux, une légère augmentation de ce rapport par rapport aux échantillons à 10 et 30% de cristaux, qui pourrait être due à la déformation des bulles par la structure cristalline (Figure 84).



Evolution de la fabrique de bulle avec la teneur en cristaux

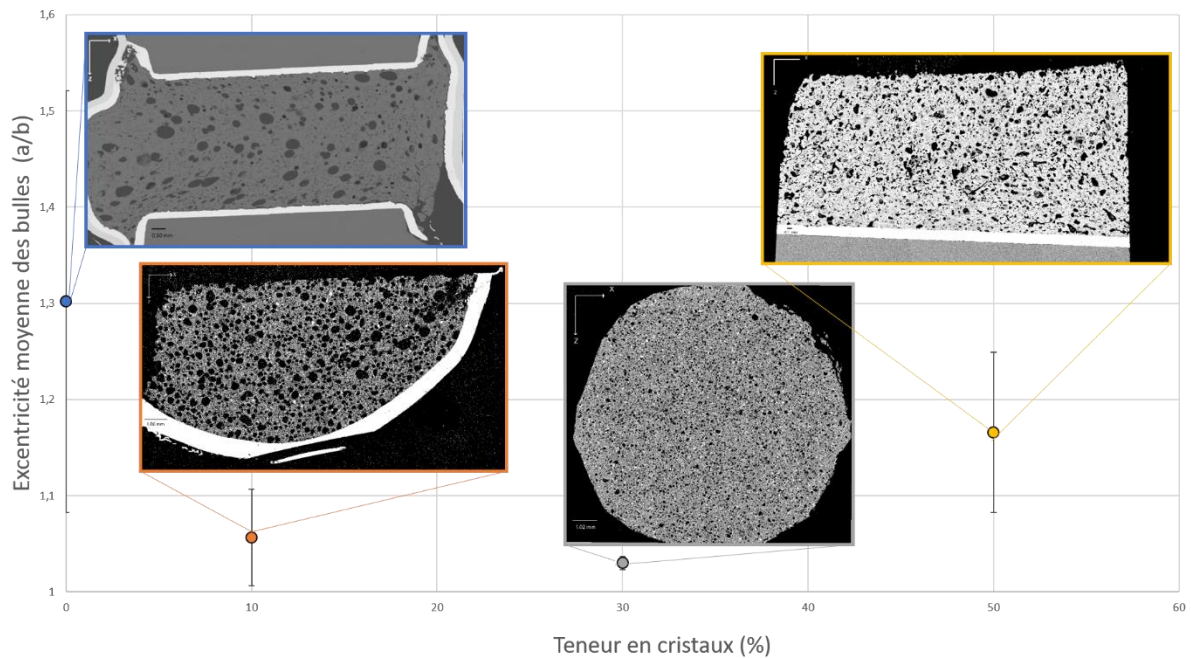


Figure 83 : Evolution de la fabrique de bulles en fonction de la teneur en cristaux des échantillons non déformés

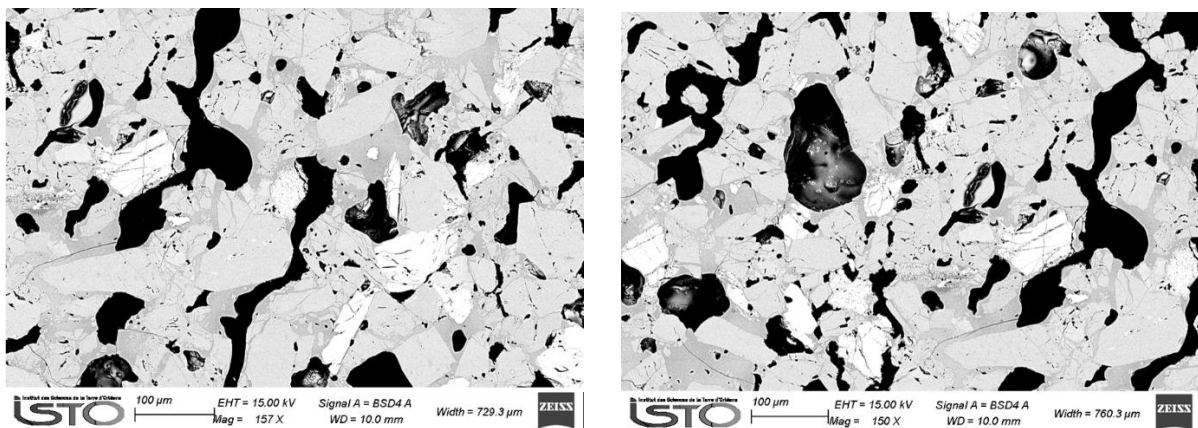


Figure 84 : Déformation des bulles par la structure cristalline pour l'échantillon non déformé à 50% de cristaux

Ainsi, l'augmentation de la teneur en cristaux (> 30%) influence fortement le comportement des bulles même sans déformation. En effet, la charpente cristalline contraint la croissance et l'évolution des bulles.

### 3. Effet combiné de la structure cristalline et de la déformation sur le comportement des bulles

Nous venons de voir que la déformation et la teneur en cristaux étaient des paramètres indépendants pouvant influencer le comportement des bulles. Il est donc intéressant de voir l'influence de ces deux paramètres simultanément.



### 3.1. Réorganisation spatiale des bulles

La déformation des séries contenant des cristaux met en évidence une réorganisation de la distribution spatiale des bulles, notamment pour les séries à 30 et 50% de cristaux. Ce réagencement n'est pas visible pour la série à 10% de cristaux, dont les bulles tendent à se comporter comme celles de la série à 0% de cristaux, c'est-à-dire à se déformer et à s'orienter dans la direction du cisaillement. Pour les séries à 30 et 50% de cristaux, on observe avec la déformation une réorganisation spatiale des bulles avec la création de zones riches et de zones pauvres en bulles (Figure 85). Cette localisation des bulles est favorisée par la forte teneur en cristaux et s'intensifie avec la déformation, ce qui confirme les observations faites par Laumonier et al. (2011). De plus, cette distribution hétérogène impacte fortement les mesures de porosité de l'échantillon en créant des zones à forte porosité et grosses bulles et des zones à faible porosité et petites bulles (Figure 54). Cette répartition de taille est principalement liée à la réorganisation spatiale des bulles, localisant ses dernières et permettant leur coalescence. Néanmoins, avec l'augmentation de la déformation, la BSD ne met pas en évidence d'augmentation significative de taille des bulles, et la BND en 2D évolue peu (notamment pour les séries les plus cristallisées), ce qui témoigne d'une faible coalescence des bulles avec la déformation. Cependant, l'observation en 3D montre clairement la formation de réseaux de bulles connectées qui pour l'échantillon le plus déformé et le plus cristallisé, peut entraîner une connexion quasi-totale de la porosité.

Cette apparente contradiction (réseau connecté versus peu de coalescence des bulles) reflète les inconvénients respectifs des méthodes d'analyses : en 2D, il peut être difficile d'observer les connexions entre bulles, alors qu'en 3D, le faible volume analysé renvoie une image partielle de l'échantillon. En particulier, il est difficile en 3D d'analyser séparément les parties très déformées et moins déformées d'un échantillon. En 3D sur des petits échantillons (Chapitre 5), il semble aussi que le réseau de bulles à petite échelle (bulles individuelles) soit plus visible que le réseau à grande échelle (bulles connectées). De fait, la réorganisation spatiale des bulles est qualitativement bien visible sur la section de l'échantillon en 2D, mais les données quantitatives (BND et tailles de bulles) en 3D peuvent être incorrectes dans le cas d'échantillons aux microtextures très hétérogènes.

### 3.2. Déformation des bulles

On observe un impact important de la teneur en cristaux et de la déformation sur l'excentricité et l'orientation des bulles. En effet, nous venons de voir que sans cristaux, les échantillons déformés présentent une fabrique de bulles fortement anisotrope avec la mise en place d'une orientation préférentielle principale de 22° par rapport à la direction de cisaillement. On retrouve également une certaine anisotropie de fabrique des bulles pour les échantillons déformés de la série à 10% de cristaux,

avec également une orientation préférentielle des bulles de 35° au centre de l'échantillon et de 11° de part et d'autre par rapport à la direction de cisaillement.

Lorsque l'on augmente la teneur en cristaux à 30 et 50% de cristaux, la fabrication de bulles tend vers l'isotropie (cf. [Chapitre 4 §.1.3.](#)). On observe également la mise en place d'une orientation préférentielle des bulles par zone uniquement pour les échantillons les plus déformés à  $\gamma = 1.5$  et  $1.8$ . En effet, la réorganisation spatiale des bulles s'intensifie avec la teneur en cristaux et la déformation. Toutefois, la déformation à  $\gamma = 0.6$  n'est pas suffisante pour générer une forte répartition des bulles ou pour mettre en évidence une orientation préférentielle des bulles par zone. De plus, cette orientation préférentielle des bulles par zone est plus marquée pour la série à 30% de cristaux que pour la série à 50% de cristaux.

Ainsi, l'augmentation de la teneur en cristaux va fortement influencer l'excentricité des bulles, puisque ces dernières vont se retrouver coincées dans la charpente cristalline. L'augmentation de la déformation va quant à elle permettre une orientation préférentielle des bulles pour les séries faiblement cristallisées. Pour les séries fortement cristallisées ( $> 30\%$ ), une réorganisation spatiale des bulles se produit et s'intensifie avec la déformation. Un taux de déformation  $\gamma > 0.6$  permet de mettre en place des zones pauvres et riches en bulles au niveau desquelles une orientation préférentielle des bulles est visible.

L'orientation des bulles des séries contenant des cristaux montre une répartition assez dispersée de part et d'autre de la courbe théorique du modèle de [March \(1932; Figure 60\)](#). Pour la série à 0 et 10% de cristaux, l'ensemble des points suit relativement bien la courbe, témoignant d'une déformation passive des bulles. Pour la série à 30% de cristaux, la distribution des points sur le graphique est beaucoup plus importante de part et d'autre de la courbe, liée à la réorganisation spatiale des bulles. On observe une forte diminution de l'angle  $\alpha$  avec la déformation (l'angle  $\alpha$  se rapproche de la direction de cisaillement), signifiant que dès une fraction cristalline de 30%, l'orientation des bulles ne suit plus le modèle de [March \(1932\)](#) et que la déformation des bulles est fortement influencée par les cristaux. Pour la série à 50% de cristaux, on observe la même répartition dispersée des points de part et d'autre de la courbe théorique. Cependant, pour l'échantillon le plus déformé, la plupart des points est située au-dessus de la courbe théorique. Ainsi, pour des fractions cristallines  $> 30\%$  de cristaux et un taux de déformation  $\gamma > 0.6$ , les bulles ne se déforment plus de façon passive. On peut donc penser qu'au-delà de 30% de cristaux, la déformation des bulles est en partie contrôlée par la fraction cristalline elle-même, ce qui peut expliquer pourquoi l'échantillon le plus déformé de la série à 50% de cristaux présente une orientation préférentielle par zone beaucoup moins marquée que celui de la série à 30% de cristaux.

De plus, le nombre capillaire  $C_a$  pour ces séries est relativement similaire à celui calculé précédemment pour la série à 0% de cristaux ( $C_a < 1$ ), ce qui indique que les bulles se déforment difficilement. Cependant, les images 2D et 3D des séries les plus cristallisées montrent des bulles très déformées formant des réseaux connectés. Ainsi, malgré un nombre capillaire faible, la présence d'une structure cristalline importante ( $> 30\%$ ), accompagnée d'une faible déformation ( $\gamma < 2$ ) permet de faciliter la mise en réseau des bulles.

Ces observations montrent ainsi que pour de faibles teneurs en cristaux (0 et 10%) et pour de faibles déformations ( $\gamma < 2$ ), les bulles peuvent s'allonger et s'orienter, malgré un  $C_a$  faible, marquant ainsi une certaine anisotropie de fabrication. Leur comportement est donc principalement contrôlé par la déformation elle-même et la présence des cristaux impacte peu (Ildefonse et al., 1992 ; Arbaret et al., 2007). Pour de fortes teneurs en cristaux ( $> 30\%$ ) et faible déformation, la croissance et la distribution spatiale des bulles est contrôlée par la charpente cristalline, qui malgré un  $C_a$  faible, entraîne une forte déformation des bulles. Ainsi, la structure cristalline facilite la déformation des bulles.

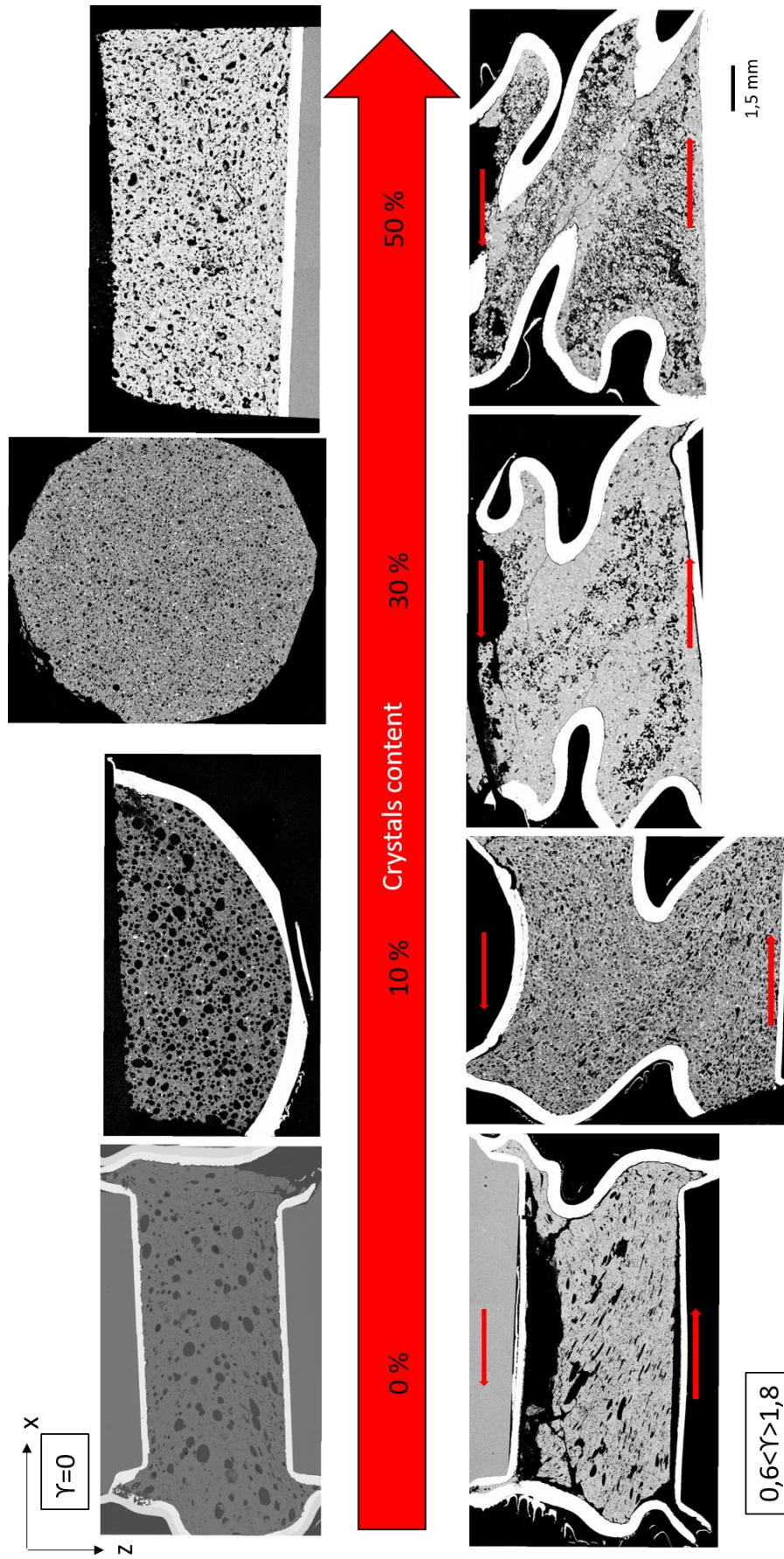


Figure 85 : Réorganisation spatiale des bulles avec la teneur en cristaux et la déformation.

### **III. Effet de la fraction cristalline sur le développement de la porosité sous une faible déformation cisailante ( $\gamma < 2$ )**

#### **1. Développement d'une porosité connectée sous une faible déformation ( $\gamma < 2$ )**

##### **1.1. Connectivité des bulles dans les échantillons aphyriques**

Nous avons vu précédemment que la déformation ( $\gamma < 2$ ) entraîne une déformation passive des bulles, avec un allongement et une orientation dans la direction de cisaillement pour les échantillons contenant peu ou pas de cristaux. Les images obtenues au microtomographe montrent une certaine connectivité des bulles dans les échantillons non déformés. Cette connectivité est principalement observée sous forme de chainettes de bulles (connexion de quelques bulles de tailles différentes). Avec la déformation, on observe très peu d'évolution de cette connectivité (Figure 86), suggérant qu'une faible déformation  $\gamma < 2$  a peu d'influence sur le développement de la connectivité des bulles.

##### **1.2. Connectivité des bulles dans les échantillons non-déformés**

L'augmentation de la fraction cristalline favorise le développement de la porosité connectée. En effet, pour les échantillons non déformés contenant 0 et 10 vol% de cristaux (porosité totale de 30 vol%), la porosité connectée est respectivement de 49 et 59% pour les échantillons à 0 et 10 vol% de cristaux (Figure 86).

Pour la série à 30 vol% de cristaux (porosité totale mesurée de 20 vol%), seulement 36% des bulles sont connectées (Figure 86). Pour la série à 50 vol% de cristaux, on observe le développement d'une forte porosité connectée pouvant atteindre 87%, alors que la porosité totale est identique à celle de la série à 30 vol% de cristaux.

Ainsi, une porosité totale de 30 vol% de bulles permet le développement d'une porosité connectée de 50-60% pour des magmas pauvres en cristaux ( $< 30$  vol%), en accord avec les résultats de Saar et Manga (1999) et Blower (2001). Pour de plus faibles porosités totales,  $\sim 20$  vol%, la porosité connectée est  $< 40\%$  pour des magmas contenant jusqu'à 30 vol% de cristaux, et augmente significativement avec l'augmentation de la fraction cristalline ( $> 30$  vol%).

### 1.3. Effet combiné de la fraction cristalline et de la faible déformation sur la porosité connectée

Nous venons de mettre en évidence que la déformation d'échantillons aphyriques contenant 20-30 vol% de bulles a peu d'influence sur le développement d'une porosité connectée et que l'augmentation de la fraction cristalline (>30 vol%) favorise la connectivité des bulles. Ces deux paramètres peuvent donc simultanément augmenter fortement la connectivité entre les bulles (Figure 86).

En effet, pour les séries à 0 et 10 vol% de cristaux, nous observons une certaine connectivité des bulles, sous forme de « chainettes » mais qui évolue peu avec la déformation. Pour la série à 30 vol% de cristaux, il n'y a pas de connectivité des bulles pour l'échantillon non déformé, mais avec la déformation, on voit se développer plusieurs « réseaux » indépendants de bulles connectées et quelques bulles isolées. Ainsi, dès 30 vol% de cristaux, la déformation influence fortement la connectivité des bulles. Cette intensification de la connectivité des bulles avec la déformation pour les échantillons fortement cristallisés est observée pour la série à 50 vol% de cristaux, pour laquelle nous obtenons une porosité entièrement connectée pour l'échantillon déformés à  $\gamma=1.3$  avec également quelques bulles isolées.

Ainsi, pour des échantillons contenant 20-30 vol% de bulles, une connectivité des bulles peut se développer sous une faible déformation, favorisée par l'augmentation de la fraction cristalline. En effet, elle peut atteindre une porosité connectée de 87% pour les échantillons les plus déformés et les plus cristallisés (>50 vol%). Ces résultats sont en désaccord avec ceux de Okumura et al. (2012) qui montrent un effet non significatif de la fraction cristalline sur le degré de coalescence et de connectivité des bulles en dessous d'une fraction gazeuse de 68 vol%. Cet écart avec notre étude peut être expliqué par une différence au niveau de la texture des bulles. En effet, dans leur étude, les échantillons contenant 20-30 vol% de bulles présentent une BND ( $10^{12} \text{ m}^{-3}$ ) plus importante et une taille de bulle plus faible que celle de notre étude, ces deux facteurs limitant la coalescence.



**20-30 vol% Bulles**  
**P= 500 bars**  
**T= 750/650°C**

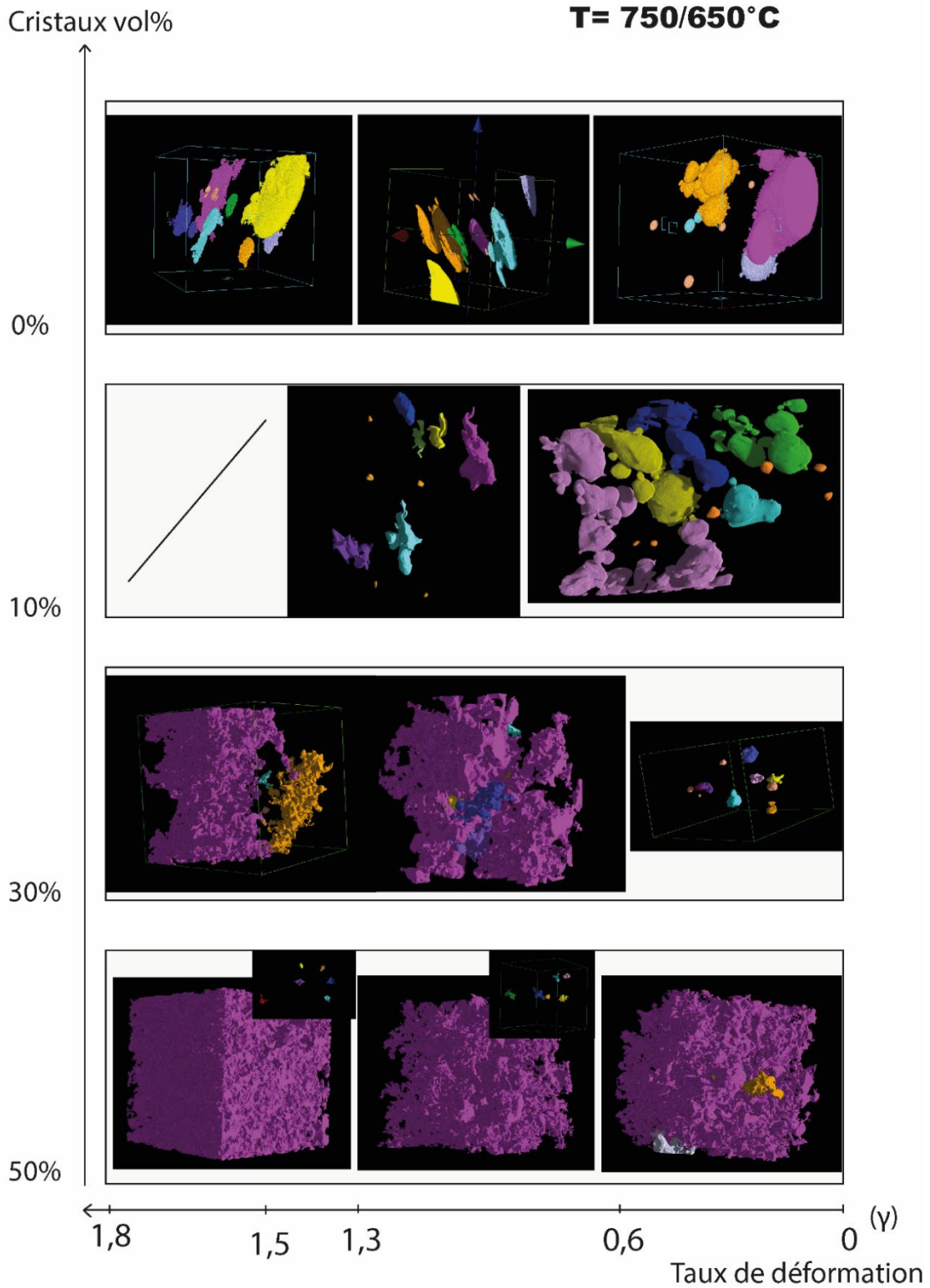


Figure 86 : Evolution de la connectivité des bulles en fonction de la teneur en cristaux et du taux de déformation ( $\gamma$ ) ; code couleur : une couleur par réseau de bulles connectées

## 2. Développement d'une perméabilité potentielle pour des échantillons faiblement déformé ( $\gamma < 2$ )

Nous venons de voir que la connectivité des bulles augmente avec la teneur en cristaux et la déformation jusqu'à former un seul et même « réseau » de bulles pour les échantillons les plus cristallisés et déformés. L'analyse 3D a permis de visualiser cette connectivité (Chapitre 5 §.I.) et d'estimer le potentiel perméable des échantillons par connexion des bulles d'une face à l'autre du volume d'échantillon analysé. Bien que le volume analysé ne représente pas la totalité de l'échantillon, on peut penser que si les bulles sont connectées de haut en bas à cette petite échelle, la connexion des bulles devrait être effective à l'échelle de l'échantillon expérimental (Figure 87).

Ainsi, pour la série à 0% de cristaux, aucune connexion de bulles avec l'extérieur n'est observée hormis en périphérie du volume analysé, où quelques bulles isolées sont en contact avec l'extérieur de l'échantillon. Seule une connectivité interne des bulles de 50% sur une porosité totale de 30 vol% est visible comme détaillé ci-dessus. Cependant, cette porosité connectée reste insuffisante pour permettre une connexion avec l'extérieur de l'échantillon et met donc en évidence un très faible potentiel perméable de l'échantillon, même déformé.

Pour la série contenant 10% de cristaux, on observe une connectivité des bulles avec l'extérieur de l'échantillon sans déformation, présente essentiellement sous forme de chainettes et en périphérie. Dans l'échantillon non déformé, la porosité connectée est de 60% (pour une porosité totale de 30 vol%), et augmente légèrement avec la déformation pour atteindre 64%, notamment par la localisation des bulles au niveau d'une fracture (Figure 88). Ainsi, pour cette série, le potentiel perméable est plus élevé que celui de la série sans cristaux, mais reste partiel, puisque seules les bulles en périphérie présentent une connexion avec l'extérieur qui évolue peu avec la déformation.

Pour la série à 30 vol% de cristaux, nous avons vu précédemment que la connectivité des bulles pour l'échantillon non déformé est relativement faible, ce qui explique que seulement 30% de la porosité soit connectée (porosité totale de 20 vol%) et uniquement en périphérie de l'échantillon. Avec la déformation, la connectivité entre les bulles augmente pour former des réseaux de bulles permettant d'augmenter la connexion avec l'extérieur de l'échantillon et d'atteindre 80% de porosité connectée. Ainsi, l'échantillon non déformé présente un potentiel perméable relativement faible, mais ce dernier augmente fortement avec la déformation.

Pour la série à 50 vol% de cristaux, l'échantillon non déformé montre des réseaux de bulles permettant d'atteindre une porosité connectée de 87% (porosité totale de 30 vol%), suggérant un fort potentiel perméable. Ces observations confirment le modèle théorique de [Parmigiani et al. \(2017\)](#) qui montre



un dégazage efficace pour une porosité connectée de 40-50% pour un magma très riche en cristaux (40-70 vol%). Avec la déformation, ces réseaux de bulles se multiplient pour n'en faire plus qu'un et former une porosité connectée de 99%, soit une porosité quasiment entièrement connectée avec l'extérieur de l'échantillon, rendant l'échantillon complètement perméable aux gaz.

Cette étude met en évidence une augmentation du potentiel perméable avec la fraction cristalline pour des déformations faibles ( $\gamma < 2$ ). En effet, les échantillons contenant peu ou pas de cristaux (<10 vol%) présentent un faible potentiel perméable qui évolue peu avec la déformation, alors que les échantillons fortement cristallisés (>30 vol%) sont vraisemblablement déjà perméables sans déformation, et la perméabilité augmente avec la déformation.

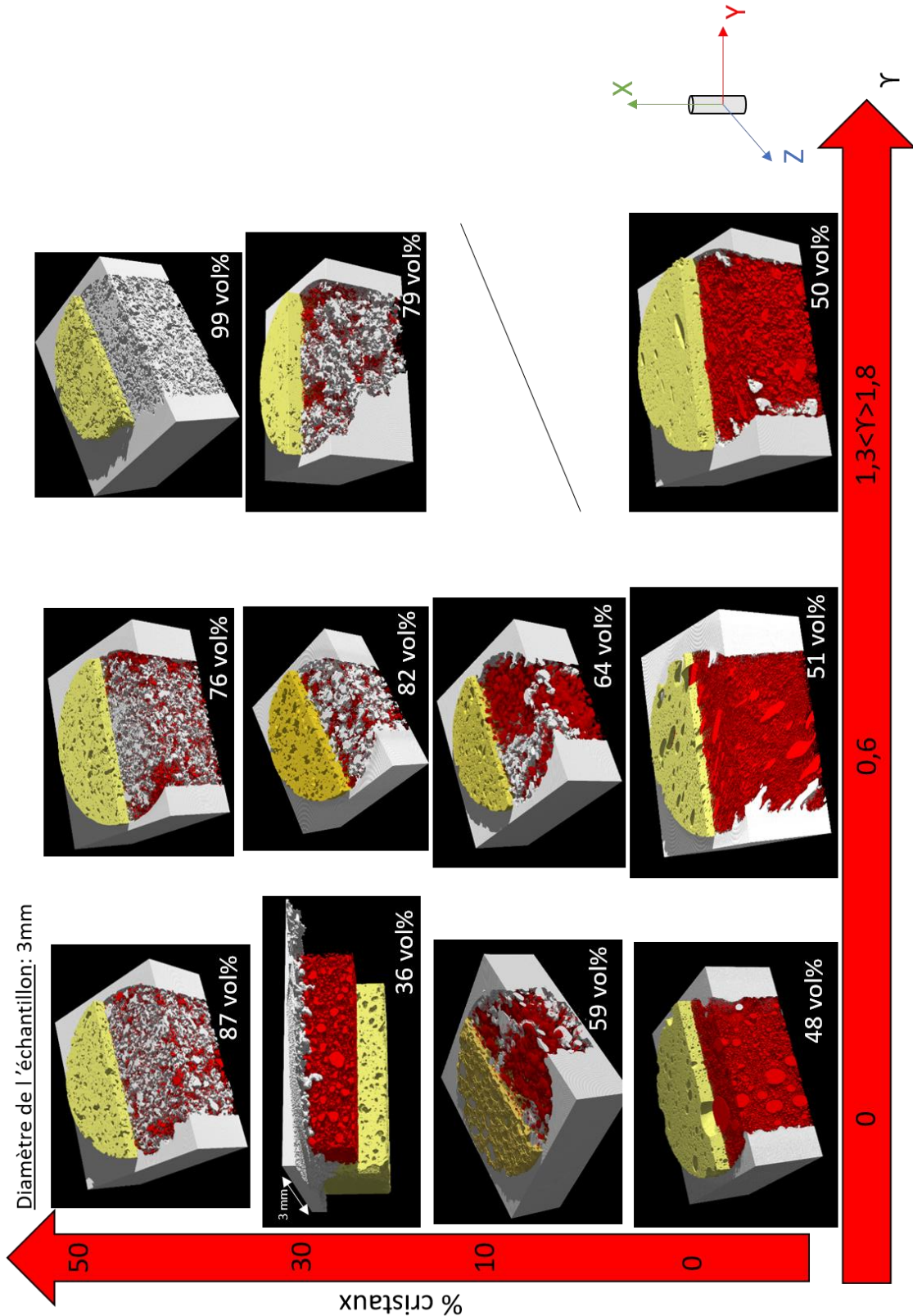


Figure 87 : Evolution du développement de la porosité connectée avec l'extérieur de l'échantillon en fonction de la teneur en cristaux et de la déformation ( $\gamma$ ). Les pourcentages représentent la porosité connectée par rapport à la porosité totale de chaque échantillon calculé sur un petit volume (646x643x531 voxels) de résolution 1.4  $\mu\text{m}$  par Blob 3D ; code couleur : gris = extérieur de l'échantillon, jaune = verre et cristaux, rouge = bulles non connectées avec l'extérieur et gris = bulles connectées avec l'extérieur.

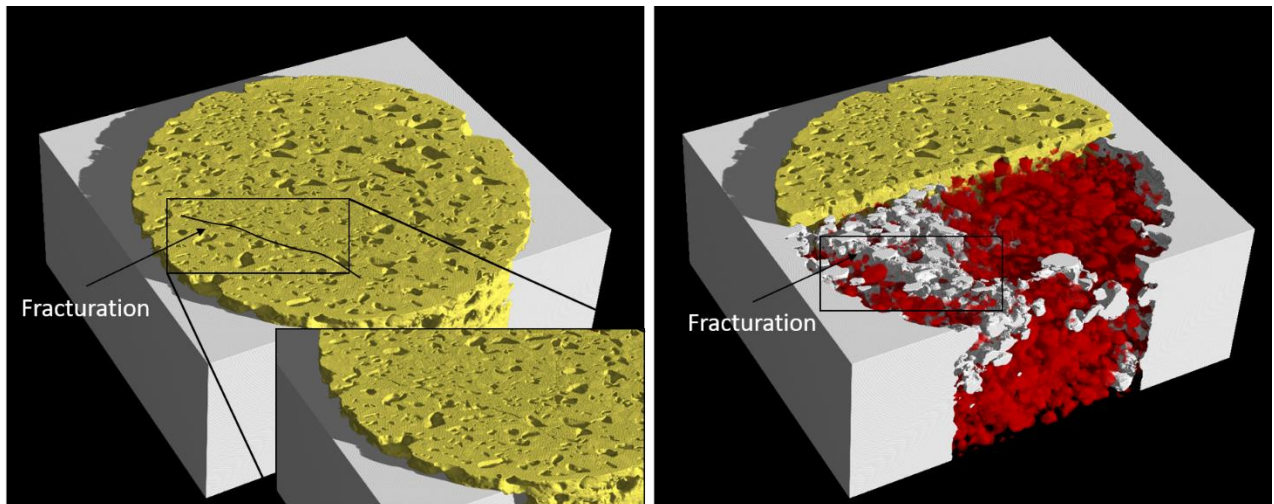


Figure 88 : Localisation de la porosité connectée au niveau d'une fracture pour l'échantillon de la série à 10 vol% de cristaux et déformé à  $\gamma=0.6$

## IV. Comparaison de notre étude avec les études expérimentales précédentes

L'étude présentée ici a pour objectif de mettre en évidence le développement de la porosité pour un magma siliceux faiblement déformé contenant des bulles et des cristaux. Cette étude apporte ainsi de nouveaux éléments permettant de mieux comprendre les processus de mise en place de la porosité pour ces magmas dans les conditions de conduit volcanique.

### 1. Seuil de percolation

Dans un premier temps, cette étude met en évidence l'obtention d'une porosité initiale de 20-30 vol%, soit en dessous du seuil de percolation théorique défini de 30 vol% (Blower et al., 2001) jusqu'à 80 vol% (Lindoo et al., 2016 ; Takeuchi et al., 2008 ; Westrich et Eichelberger, 1994). L'échantillon aphyrique montre une certaine connectivité, mais elle paraît insuffisante pour rendre l'échantillon perméable. Lorsque l'on ajoute 10 vol% de cristaux, on observe une augmentation de la connectivité permettant un dégazage partiel en périphérie de l'échantillon. Cependant, pour 20 vol% de bulles et 30 vol% de cristaux, le seuil de percolation n'est toujours pas atteint. A 20 vol% de bulles et 50 vol% de cristaux, l'échantillon développe une connectivité pouvant permettre une perte suffisante du gaz de l'échantillon. Cette observation confirme les résultats obtenus par DeGraffenried et al. (2019) qui montrent que l'ajout d'au moins 20 vol% de cristaux permet d'atteindre le seuil de percolation.

## 2. Développement d'une porosité par connexion de bulles et non par fractures

Notre étude met en évidence le développement d'une porosité par connexion des bulles, alors que les études précédentes réalisées par [Okumura et al. \(2010\)](#), [Shield et al. \(2014\)](#) et [Kuhnsir et al. \(2017\)](#) ont mis en évidence le développement de la porosité par ouverture de fractures. Les études précédentes ont été réalisées dans des conditions expérimentales similaires de pression de confinement (50 MPa), de température (750°C) et vitesse de déformation ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ), ce qui nous amène à expliquer les différences de développement de porosité par des différences de taux de déformation. En effet, dans notre étude, nous appliquons un taux de déformation faible  $\dot{\gamma} < 2$ , permettant une déformation de nos échantillons sans ouverture de fractures, alors que des  $\dot{\gamma} > 2$  conduisent à la rupture fragile du liquide silicaté. Cependant, il est peu probable que seul le taux de déformation puisse être à l'origine de ces différences de porosité. En effet, la présence de bulles et de cristaux dans nos échantillons, et donc la réponse rhéologique du magma par rapport à la vitesse de déformation appliquée, peut avoir un impact important sur l'ouverture ou non de fractures.

## 3. Effet de la déformation dans le développement de la porosité de magmas aphyriques

### 3.1. Coalescence des bulles

Nous avons montré qu'un faible taux de déformation influence peu la déformation des bulles dans un liquide avec peu ou pas de cristaux. Au contraire, [Okumura et al. \(2006, 2008, 2009\)](#) ont montré que la déformation favorise la coalescence des bulles ainsi que la formation d'un réseau perméable pour de faible vésicularité de 20 vol%. Cependant, ces expériences ont été réalisées pour des taux de déformation inférieurs à  $\dot{\gamma}=2$ , mais pour des vitesses de déformation plus rapides de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Ceci indique donc que pour de faibles vitesses et taux de déformation, la déformation influence peu la connectivité des bulles, contrairement aux observations à forte vitesse de déformation.

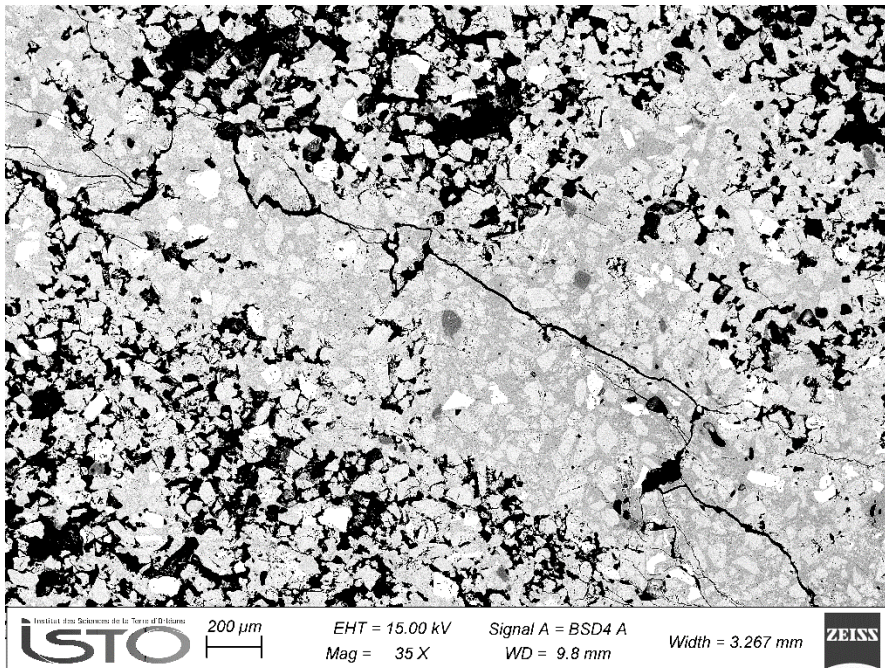
### 3.2. Redistribution spatiale de la porosité avec la fraction cristalline

Pour de fortes teneurs en cristaux (>30 vol%) et une vésicularité de 20-30 vol%, on observe une redistribution de la porosité qui s'intensifie avec la déformation. Cette redistribution est induite par la localisation de la déformation favorisée par l'augmentation de la teneur en cristaux, créant ainsi des bandes de cisaillement au niveau desquelles les bulles sont concentrées et peuvent coalescer. Nos résultats sont en accord avec les redistributions mises en évidence pour de faible à moyenne vésicularités (11-36 vol%) et de fortes teneurs en cristaux (> 40 vol% ; [Laumonier et al., 2011](#) ; [Pistone](#)



et al., 2012 ; Shield et al., 2014). Pour des teneurs en cristaux plus faibles (<30 vol%) et une vésicularité de 20-30 vol%, les bulles s'étirent sous la déformation mais coalescent peu, contrairement à ce qui est mis en évidence par Pistone et al. (2012). En effet, leur étude montre que pour de faible teneur en cristaux (24 vol%) et une faible vésicularité (12 vol%), la déformation engendre une diminution locale de la pression au niveau de laquelle les bulles vont se localiser et grossir favorisant la coalescence. Cette coalescence permet la formation d'un réseau perméable conduisant à la perte du gaz. Nos expériences à faible teneur en cristaux montrent peu de coalescence entre les bulles et aucune perte de gaz avec la déformation. Il faut toutefois noter que l'étude de Pistone et al. (2012) a été réalisée en faisant varier la vitesse de déformation de  $10^{-3}$  à  $10^{-5} s^{-1}$  et pour des gammes de déformation allant jusqu'à  $\gamma=8$ , soit des conditions de déformations plus importantes que celle de notre étude.

De part et d'autre de ces bandes où se localisent les bulles, on observe des zones riches en cristaux au niveau desquelles la taille des bulles diminue et les cristaux se fragmentent sous l'effet de l'intense localisation des contraintes au niveau des contacts entre grains entraînant une cataclase des plus gros cristaux en cristaux de plus petite taille (Forien et al., 2011). Cette fragmentation a aussi été mise en évidence par Pistone et al. (2012) dans des magmas faiblement vésiculés (12 vol%) et de teneur en cristaux intermédiaire (44 vol%), permettant la formation de zone de cisaillement en favorisant la migration du liquide silicaté. En effet, cette fragmentation est particulièrement visible dans nos échantillons les plus déformés et les plus cristallisés, notamment au niveau des bandes pauvres en bulles là où se localise le liquide silicaté (Figure 89).



*Figure 89 : Image MEB de l'échantillon de la série à 50% de cristaux et déformé à  $\gamma=1.3$  montrant la fragmentation des cristaux au niveau d'une bande de cisaillement*

## V. Implication pour les systèmes volcaniques naturels

Les échantillons expérimentaux présentés ci-dessus sont constitués de liquide riche en silice, contenant 20-30 vol% de bulles et entre 0 et 50 vol% de cristaux de plagioclase, couvrant ainsi la gamme de produits naturels allant des obsidiennes aux magmas rhyolitiques riches en cristaux. La fraction cristalline introduite présente une taille de 50-90  $\mu\text{m}$  pouvant ainsi être considérée comme des microlites et/ou de microphénocristaux (Hammer et al., 1999 ; Martel and Poussineau., 2007). Les expériences sont réalisées à une pression de confinement de 50 MPa, c'est-à-dire à faible profondeur telle qu'en haut d'un conduit volcanique ou en base de dôme. Les taux de déformation cisailante sont relativement faibles ( $\dot{\gamma} < 2$ ) et simulent une déformation peu intense, c'est-à-dire probablement loin des bordures de conduit. Notre étude peut être ainsi représentative des processus de dégazage lors d'une éruption vulcanienne ou d'une éruption liée à un dôme de lave, au niveau desquelles le magma dégaze et cristallise des microlites à faible profondeur. Dans les deux cas, les éruptions qui en découlent peuvent être effusives (mise en place de dôme ou de bouchon magmatique) ou explosives (panache volcanique et déferlante), en fonction de la capacité du magma à perdre ses gaz. Les résultats de l'étude présentée ci-dessus peuvent ainsi apporter des éléments supplémentaires à la compréhension des processus impliqués dans le développement de la perméabilité des magmas et ainsi mieux comprendre les différents dynamismes éruptifs de ces systèmes volcaniques.

### 1. Implication dans les processus de dégazage de conduit volcanique

Le dégazage du magma est le mécanisme principal contrôlant le caractère explosif ou effusif d'une éruption volcanique et a fait l'objet de nombreuses études de terrains, expérimentales et numériques. Il a ainsi été montré que les bords de conduit sont les principales zones permettant aux gaz de s'échapper, car elles sont soumises à de fortes contraintes cisailantes liées à la résistance de l'écoulement visqueux du magma (Spark, 1997 ; Beauducel et al., 2000). Ainsi l'augmentation des contraintes cisailantes et de la vitesse de déformation le long des bords de conduit favorise la formation de fractures et de bandes de cisaillement par lesquelles le gaz peut sortir (Rust et al., 2004 ; Tuffen and Dingwell, 2005 ; Lavallée et al., 2013 ; Gaunt et al., 2014).

Plusieurs processus permettant de dégazer le magma lors de son ascension dans un conduit volcanique ont été mis en évidence. Tous d'abord, la formation d'un réseau de bulles interconnectées créant un chemin perméable par lequel le gaz peut s'échapper (Eichelberger et al., 1986). La mise en place de ce réseau est fortement influencée par la déformation et se développe proche des parois du conduit à des profondeurs de plusieurs centaines à quelques milliers de mètres (Okumura et al., 2006, 2008,

2009). L'aplatissement et la coalescence de bulles le long des parois du conduit dus à une augmentation de la contrainte cisailante peut créer un réseau perméable de bulles (Caricchi et al., 2011 ; Llewellyn and Manga, 2005). Le dégazage du magma lors de son ascension peut également se faire par l'ouverture de fractures (Kushnir et al., 2017 ; Shield et al., 2014 ; Okumura et al., 2010) liées à la localisation de la contrainte avec l'augmentation de la déformation au niveau des bords de conduit, permettant la transition visqueuse/fragile. Les particularités de ce réseau de fractures conditionnent l'efficacité de la perte du gaz (Kushnir et al., 2017). De nombreuses évidences de terrains viennent étayer le développement de ce type de porosité (Stasiuk et al., 1996, Tuffen et al., 2003 ; Tuffen and Dingwell, 2005). Lorsque la pression de gaz est trop grande par rapport à la pression de confinement, la pression au niveau des bords du conduit augmente pouvant engendrer l'ouverture de fractures (Terzaghi et al., 1945).

De manière générale, ces études des processus de dégazage mettent en jeu des déformations ou vitesses de déformation importantes, typiquement localisées en bordure de conduit. Néanmoins, les processus de dégazage dans la partie centrale du conduit ou dans les dômes, là où la déformation est moins importante, sont peu documentés. Pourtant, si le magma peut devenir perméable sous de faibles déformations en profondeur, il peut déjà contribuer à la perte du potentiel explosif du magma. Il a été récemment montré qu'un magma faiblement vésiculé (< 20 vol%) et fortement cristallisé (>40 vol%) pouvait dégazer en profondeur par la mise en place d'une chenalisation par connexion de bulles favorisée par la structure cristalline (Parmigiani et al., 2017; Collombet et al., 2021). Notre étude apporte des évidences expérimentales au processus de chenalisation par connexion des bulles pour des taux de déformation faibles ( $\dot{\gamma} < 2$ ) dans des magmas cristallisés contenant 20-30 vol% de bulles. Nous avons montré une très faible connectivité des bulles pour des magmas faiblement cristallisés (0 à 10 vol%) et une connectivité très importante pour des magmas fortement cristallisés (>30 vol%) (Figure 90). Notre étude met donc en évidence pour des magmas riches en cristaux (> 30 vol%) peu ou pas déformés, un possible dégazage par chenalisation au centre du conduit. Ceci constitue une alternative aux études précédentes qui suggéraient un dégazage uniquement en bordures de conduit (là où la déformation est la plus importante) par coalescence ou ouverture de fractures (Laumonier et al., 2011 ; Piston et al., 2012 ; Shield et al., 2014 ou encore Kushnir et al., 2017).

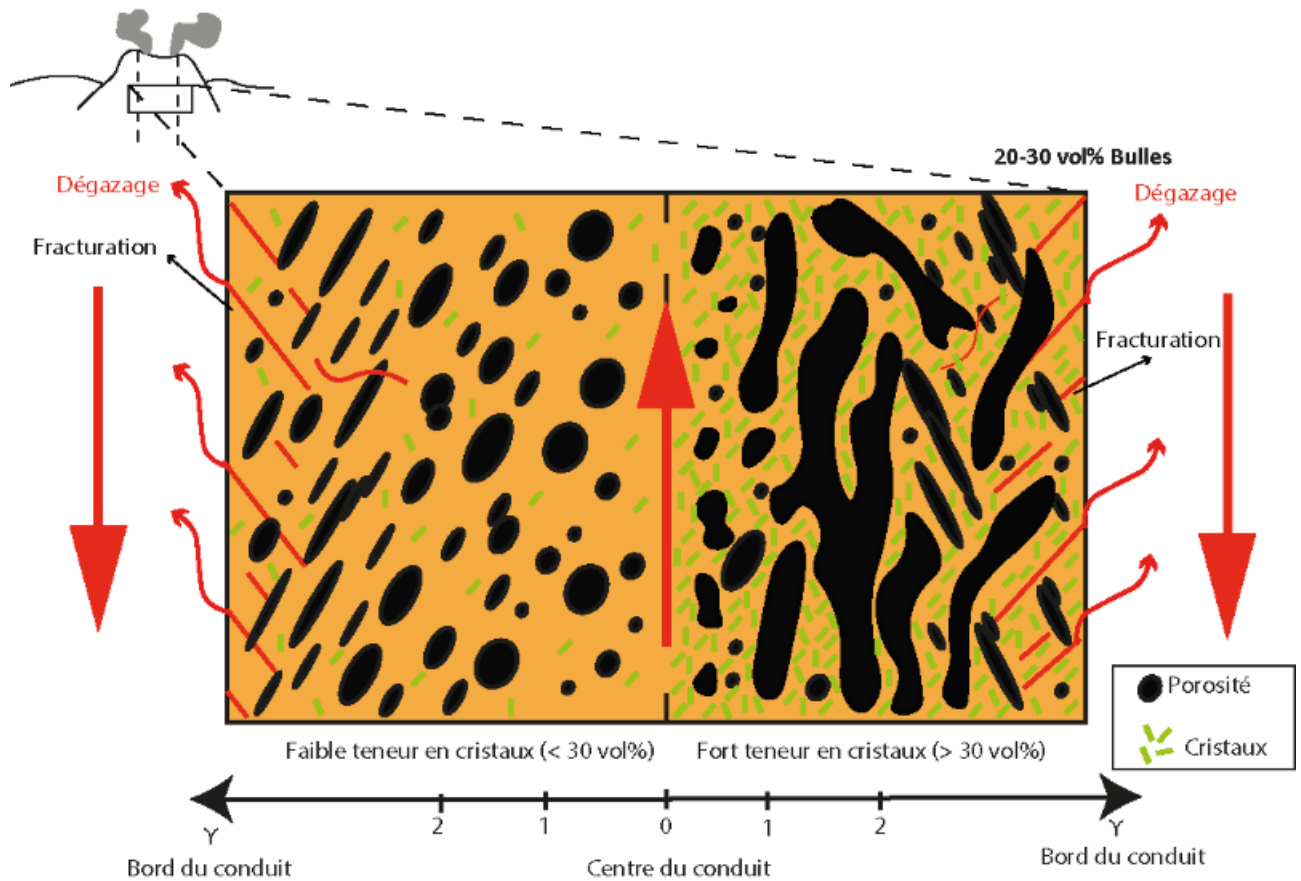


Figure 90 : Schéma mettant en évidence les processus de dégazage d'un conduit volcanique en fonction du taux de déformation et de la teneur en cristaux.

## 2. Implication pour les dynamismes éruptifs : transition effusive/explosive

Le caractère explosif d'une éruption réside principalement dans sa capacité à perdre ou à conserver son gaz lors de l'ascension dans le conduit volcanique. Cette capacité est dépendante de nombreux paramètres tels que la viscosité du liquide, sa teneur en bulles et en cristaux ou encore sa vitesse d'ascension/déformation. Notre étude a mis en évidence le rôle important de la structure cristalline sur le potentiel perméable pour des magmas dont la viscosité est comprise entre  $10^5$  et  $10^8$  Pa.s, en montrant qu'une fraction cristalline de 30-50 vol% facilite le développement d'un réseau de bulles connectées pour un magma contenant 20-30 vol% de bulles, en accord avec les modèles de [Parmigiani et al. \(2017\)](#) et [Collombet et al. \(2021\)](#). De plus, les observations faites pour les magmas pauvres en cristaux (<10 vol%) sont également en adéquation avec certaines observations de terrain. En effet, notre étude montre que ce type de magma présente un potentiel explosif important, pouvant donc être un paramètre clé expliquant une éruption explosive tel que celle de Chaitén en 2008 ou de Cordon Caulle en 2011 au Chili ([Castro et al, 2009 ; 2012 ; 2013](#)).



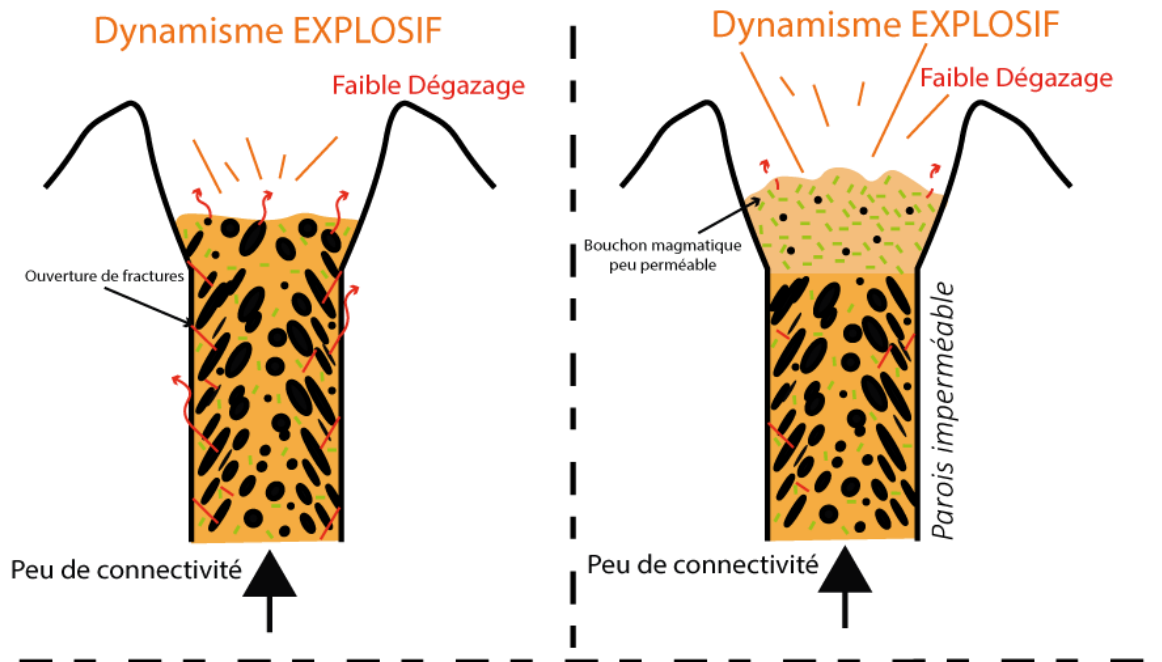
De fait, si les magmas très cristallisés deviennent facilement perméables malgré de faibles porosités et de faibles déformations, des processus supplémentaires doivent être invoqués afin d'expliquer l'origine des éruptions explosives qui mettent en jeu de fortes surpressions gazeuses dans des dômes de lave très cristallisés. Ces processus peuvent être le déclenchement d'un second évènement de nucléation de bulles lié à la cristallisation tardive de microlites (Sparks, 1997) ou encore la réduction du volume de gaz par le dépôt de phases siliceuses (cristobalite) dans les bulles (Boudon et al., 2015).

D'autres paramètres peuvent limiter la perte en gaz d'un magma, comme un encaissant imperméable ou un bouchon de magma plus dense ('plug') surmontant la colonne magmatique. En effet, la présence de fractures scellées par précipitation minérale (Kolzenburg et al., 2012) et par pressage à chaud (Taran et al., 2001 ; Horwell et al., 2013 ; Schipper et al., 2015) peuvent réduire la perméabilité de l'encaissant entre deux périodes d'activité volcanique. De même, une déformation par compaction des roches encaissantes en profondeur ( $\geq 1$  km) engendre une diminution de la porosité par un effondrement cataclastique des pores et par l'écrasement des grains (Wong and Baud, 2012 ; Heap et al., 2015a), créant des bandes de faible porosité (Kennedy et al., 2010 ; Kendrick et al., 2013 ; Heap et al., 2015a ; 2015b, 2017 ; Schaubroth et al., 2016). Cette réduction de la porosité peut donc conduire à une imperméabilité des parois du conduit, empêchant l'évacuation des gaz et augmentant fortement le potentiel explosif du magma. Le développement d'un bouchon magmatique plus dense (dégazé et cristallisé ; Bain et al., 2019) peut également impacter la perméabilité du magma sous-jacent en limitant sa perte en gaz. Le potentiel explosif de l'éruption dépend par conséquent de la perméabilité du bouchon magmatique.

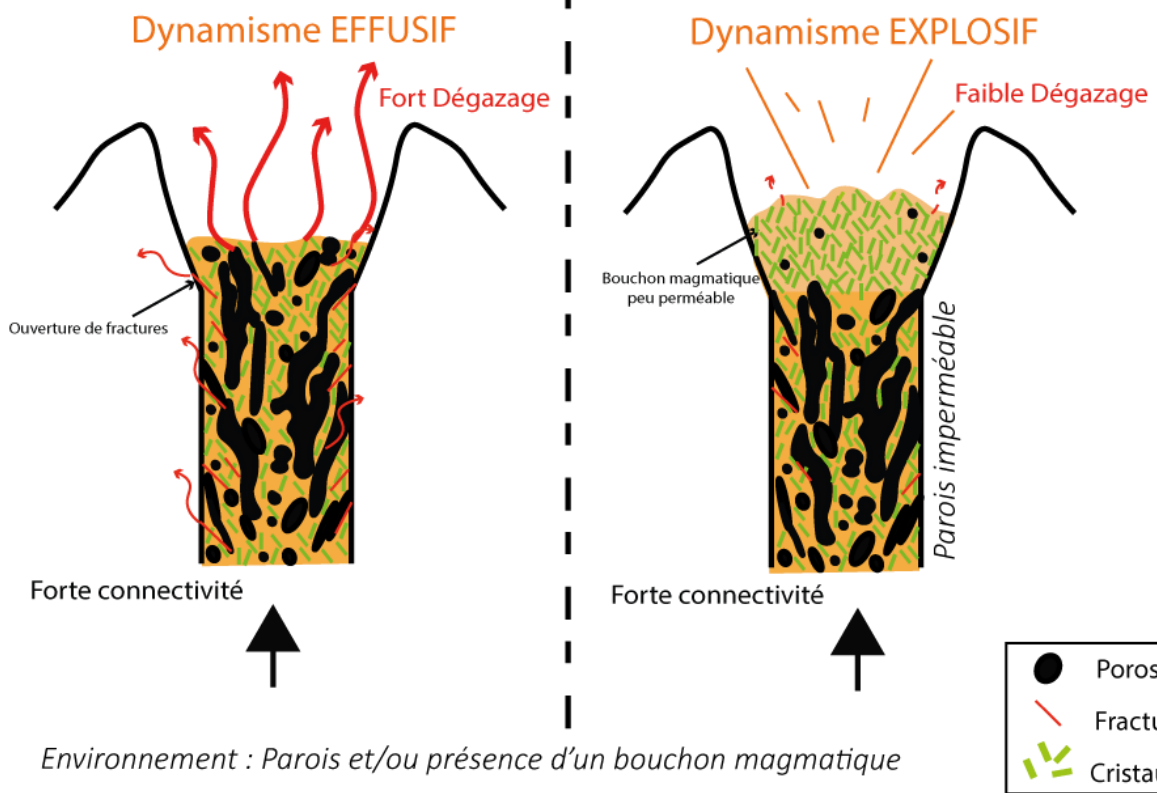
La transition effusive/explosive d'une éruption volcanique ne dépend donc pas uniquement de la capacité du magma à perdre ses gaz par coalescence de bulles formant un réseau perméable (Eichelberger et al., 1986) ou par l'ouverture de fractures (Kushnir et al., 2017 ; Shield et al., 2014, Okumura et al., 2010), mais dépend également de l'évolution de la perméabilité de l'environnement qui l'entoure. Ces facteurs internes (perméabilité du magma) et externes (perméabilité de l'encaissant et/ou du bouchon magmatique) définissent l'évolution du mode de dégazage du magma, comme illustré sur la [Figure 91](#).

Environnement Perméable | Environnement Imperméable

Pauvre en cristaux (< 30 vol%)



Riche en cristaux (> 30 vol%)



Environnement : Parois et/ou présence d'un bouchon magmatique

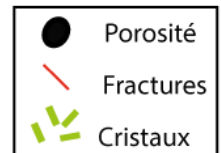


Figure 91 : Schéma synthétique de l'évolution du dynamisme éruptif d'une éruption volcanique en fonction du mode de dégazage pour des magmas pauvres et riches en cristaux. A gauche le cas d'un encaissant perméable sans bouchon magmatique et à droite le cas d'un encaissant et/ou bouchon magmatique imperméables aux gaz.

## **VI. Perspectives**

Les travaux présentés dans cette étude ont été réalisés à partir de suspensions magmatiques triphasées afin de voir comment les différentes phases d'un magma interagissaient pour permettre le développement d'une porosité connectée sous une faible déformation ( $\gamma < 2$ ). Ainsi, en plus d'une porosité initiale de 20-30 vol%, les échantillons comportaient des teneurs en cristaux de 0, 10, 30 et 50%. Cette gamme de teneur en cristaux permet ainsi de simuler une large gamme de produits naturels allant des obsidiennes aux produits rhyolitiques riches en cristaux. Cependant pour être plus exhaustif en termes de représentabilité des produits naturels et de leurs conditions de dégazage, de nouvelles investigations seraient nécessaires. Celles qui nous semblent les plus intéressantes sont présentées ci-dessous.

### **Variation de la taille des cristaux**

La taille des cristaux dans cette étude est comprise entre 50 et 90  $\mu\text{m}$ , représentant ainsi une population de microlites et/ou de microphénocristaux typiquement formés pendant l'ascension du magma vers la surface et dans les dômes de lave.

Cependant, dans la nature, la distribution de taille des cristaux des produits naturels est généralement plurimodale, allant des phénocristaux (formés dans les réservoirs magmatiques) de taille millimétrique à centimétrique jusqu'aux microlites de taille micrométrique.

La présence d'une telle structure cristalline hétérogène en taille et en forme peut ainsi avoir une influence sur le développement de la perméabilité des magmas. En effet, notre étude montre que la présence d'une forte population de microlites/microphénocristaux favorise la formation d'une porosité connectée et augmente le potentiel perméable du magma. [DeGraffenried et al. \(2019\)](#) mettent également en évidence que la présence d'au moins 20 vol% de phénocristaux permettant d'abaisser le seuil de percolation pour des porosités plus faibles. Il serait donc intéressant de voir dans les mêmes conditions expérimentales comment une population de cristaux hétérogène en taille et forme peut influencer le développement de la perméabilité des magmas.

### **Variation de la teneur en bulles de gaz**

Nos expériences ont été réalisées en fixant le volume initial de bulles à 20-30 vol%, c'est à dire juste sous le seuil de percolation théorique. Cependant, des simulations numériques en décompression ([Parmigiani et al., 2017](#) ; [Collombet et al., 2021](#)) ont mis en évidence le développement d'une chenalisation des bulles entre la structure cristalline pouvant permettre la perte du gaz pour des magmas pauvres en bulles (<10 vol%) et très riches en cristaux (>50 vol%). Il serait donc intéressant de simuler expérimentalement ces observations afin de compléter notre étude. De plus, il serait

intéressant de diminuer la teneur en bulle initiale, notamment de nos échantillons les plus cristallisés (>30 vol%), afin de visualiser la mise en place d'une porosité connectée sur des échantillons riches en cristaux et dont la porosité n'est pas connectée dès le départ.

### **Mesure in-situ de la perméabilité**

L'un des objectifs initiaux de ce travail était de pouvoir réaliser des mesures in-situ des seuils de percolation grâce aux volumomètres de la presse Paterson, comme réalisé par [Kushnir et al. \(2017\)](#). Nous avons malheureusement rencontré de nombreux problèmes liés notamment à la trop grande quantité d'eau présente dans nos échantillons, nécessitant de confiner l'échantillon dans des capsules étanches. Pour cela, il faudrait faire les expériences en partant d'un verre beaucoup moins hydraté (comme celui de la série à 0% de cristaux) et sans capsule fermée, ce qui permettrait une mesure in-situ des seuils de percolation via les volumomètres de la Presse Paterson. Néanmoins, deux possibilités de mesure post-expérience (non disponibles à l'ISTO) ont été envisagées : une première par l'utilisation d'un porosimètre et/ou d'un perméamètre et une deuxième par la modélisation de la perméabilité à partir des images 3D de nos échantillons via le module de calcul de perméabilité du logiciel VGStudiomax. Cependant, ce calcul ne prend pas en compte la petite porosité (nanoporosité), qui peut être relativement importante (comme identifié dans le chapitre suivant sur les produits naturels) et avoir des conséquences majeures sur le processus de dégazage et du potentiel explosif.

### **Comparaison avec des produits naturels**

L'étude présentée ci-dessus est une étude essentiellement expérimentale permettant de simuler les processus de développement de la porosité pour des magmas siliceux peu déformés. Afin de comparer les résultats obtenus avec ce qui se produit réellement dans la nature, une étude de produits naturels dont les conditions de mise de place se rapprochent de nos conditions expérimentales serait intéressante pour valider les processus. Une telle étude a été envisagée au cours de ce travail, mais par manque de temps, elle n'a pu être aboutie. Cependant, le choix des produits naturels et quelques analyses ont été réalisées, dont les résultats sont présentés dans le chapitre suivant.



## Chapitre 7 : Conclusion

Le développement de la perméabilité dans un magma siliceux est un paramètre important permettant la transition explosive/effusive d'une éruption volcanique. Comprendre quels sont les paramètres favorisant ou non son développement est donc primordial. Le développement de cette perméabilité est lié à la mise en place d'une porosité connectée permettant aux gaz de pouvoir s'échapper du magma. Le développement de cette porosité connectée est dépendant des fractions gazeuse et cristalline et de la vitesse d'ascension ou de déformation que peut subir le magma dans le conduit volcanique. La plupart des études réalisées sur le développement de cette perméabilité ont été effectuées principalement en décompression sur des magmas biphasés (bulles/liquide ; cristaux/liquide) (Eichelberger et al., 1986 ; Sparks et al., 2003), mais également en déformation (Okumura et al., 2006 ; 2008 ; 2009 ; 2010 ; Carrichi et al., 2011 ; Kushnir et al., 2017). Toutefois, peu d'études ont été réalisées sur des magmas triphasés et déformés (Laumonier et al., 2011 ; Pistone et al., 2012 ; Shield et al., 2014). Pour des magmas riches en cristaux contenant moins de 20 vol% de bulles et déformés à des vitesses comprises entre  $10^{-4}$  et  $10^{-5} s^{-1}$  pour des taux de déformation pouvant atteindre  $\dot{\gamma}=10$ , ces études mettent en évidence un développement de la perméabilité selon deux mécanismes : Le premier mécanisme est la formation d'un réseau de bulles par coalescence par lequel le gaz peut sortir (Eichelberger et al., 1986). Cette coalescence est facilitée par la localisation de la déformation contrôlée par la structure cristalline dans les magmas riches en cristaux (Laumonier et al., 2011). Le deuxième mécanisme est la mise en place d'un réseau par ouverture de fractures (Shields et al., 2014 ; Kushnir et al., 2017) par lequel le gaz peut également sortir du magma. Ce mécanisme impliquant un comportement cassant est efficace pour de fortes vitesses de décompression ou de déformation et/ou pour des magmas aux températures proches de la transition vitreuse. Le réseau de fractures connectant rarement toute la colonne magmatique, il permet principalement un dégazage partiel et localisé du magma.

Les travaux présentés dans cette étude sur des magmas faiblement déformés contenant 20-30 vol% de bulle et des proportions cristallines variées ont permis de mettre en évidence que la fraction cristalline est un facteur influençant fortement la mise en place d'une porosité connectée. En effet, plus la fraction cristalline est importante et plus le comportement des bulles sera contraint par cette structure qui favorise la localisation des bulles et leur coalescence. Nous avons également mis en évidence qu'une faible déformation ( $\dot{\gamma}<2$ ) impacte peu le développement d'une porosité connectée dans le cas de magmas pauvres en cristaux ( $< 10$  vol%). A contrario, les magmas fortement cristallisés ( $> 30$  vol%) peuvent développer une porosité quasiment entièrement connectée dès l'initiation de la

déformation. Le potentiel perméable d'un magma siliceux dépend donc fortement de son réseau cristallin et de la déformation.

Cependant, le caractère explosif ou effusif de l'éruption ne dépend pas seulement du potentiel perméable du magma mais également de la capacité du système à pouvoir faire sortir le gaz à l'extérieur de la colonne magmatique. En effet, un magma fortement perméable mais évoluant dans un environnement imperméable, notamment par des parois de conduit imperméables ou par la présence d'un bouchon magmatique au sommet de la colonne, conservera ses gaz sous pression et par conséquent son fort potentiel explosif.

C'est en combinant des études naturalistes, expérimentales et numériques de plus en plus réalistes (en termes de composition, texture et conditions de mise en place), que l'on arrivera à retracer l'évolution du dégazage d'un magma dans son encaissant, afin de prédire le caractère effusif ou explosif d'une éruption volcanique.



# **Chapitre 8 : Etude des produits naturels : cas de Santorin (Grèce)**

Les résultats présentés dans les chapitres précédents sont purement expérimentaux. Afin de pouvoir les relier à des processus naturels observables, une étude sur des produits naturels a été réalisée.

## **I. Problématique**

L'objectif de ce travail était de comparer la porosité de nos échantillons expérimentaux avec celle de magmas naturels déformés, afin de contraindre les conditions de mise en place de ces magmas à partir des expériences. Nous voulions caractériser la porosité de différents produits volcaniques de composition acide et riches en cristaux, provenant de mise en place différentes impliquant différentes conditions de déformation et de temps de dégazage.

Au cours d'une mission de terrain d'une semaine en Juin 2019, nous avons donc échantillonné trois structures différentes : un dôme-coulé, une coulée de lave et un dyke, dont les conditions de pression et de température de mise en place pouvaient être comparées à nos conditions expérimentales, soit des pressions faibles (<50 MPa) et des températures inférieures à 1000°C (Yokoyama, 2005). Les dômes présentent des gammes de vitesse de déformation très larges pouvant aller de quelques jours à plusieurs mois (Lacroix, 1904 ; Huppert et al., 1982 ; Swanson et al., 1987 ; Navarro-Ochoa, 2002 ; Watts et al., 2002 ; Yokoyama, 2004). A l'exception des bords du dôme où la déformation est plus importante, les taux de déformations appliqués peuvent être assez faibles. La coulée de lave présente également une gamme de déformation assez large, car certaines parties de la coulée peuvent être extrêmement déformées, alors que d'autres parties ne subissent aucune ou très peu de déformation. Les dykes se mettent en place sous des pressions de confinement plus importantes, avec des taux variables du centre à la bordure du dyke.

Malheureusement par manque de temps (en partie à cause de la pandémie), une grande partie des analyses qui devaient être faites sur ces produits naturels n'ont pu être réalisées. Ainsi, seul un premier travail descriptif des structures et des textures a été réalisé, et sera poursuivie par des analyses des fabriques et leurs interactions, ou encore la caractérisation de la nanoporosité qui n'a pas pu être mise en évidence par les premières observations MEB.

## II. Contexte géologique et choix des produits naturels étudiés

### 1. Le choix de Santorin

Nous avons choisi Santorin comme terrain d'étude, pour la grande variabilité de mise en place de ses dépôts au sein d'un même système volcanique. Santorin est une île Grecque faisant partie des îles des Cyclades en mer Egée. Elle présente une superficie de 76.19 km<sup>2</sup> et est aujourd'hui composée de 5 îles : Thera, Therassia et Aspronisi qui sont disposées en demi-cercle autour d'une caldera submergée, dans laquelle se trouvent les îles de Palea Kamini et Nea Kamini (Figure 92.b).

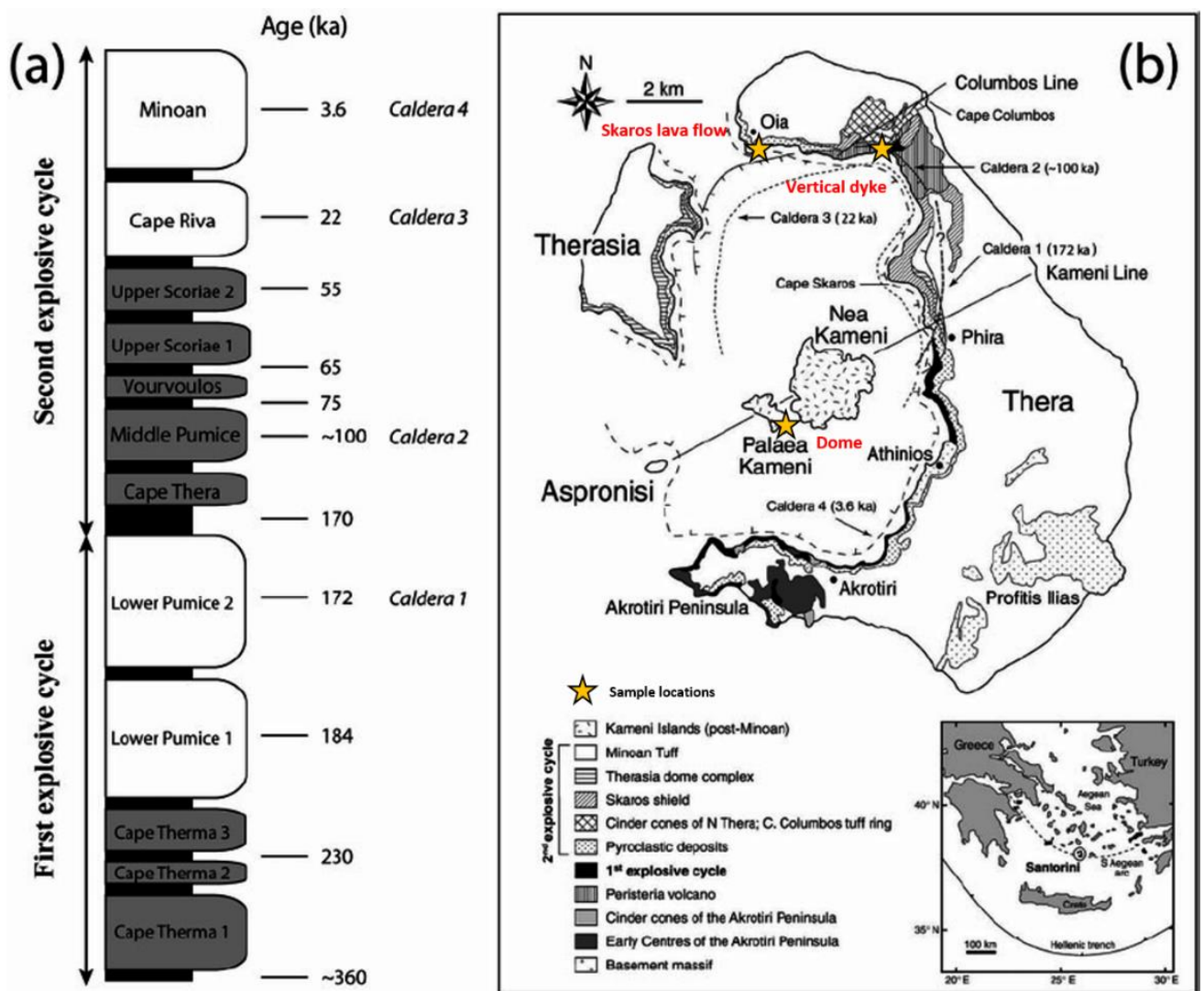


Figure 92 : (a) Séquence des 12 éruptions explosives majeures de Santorin divisés en 2 cycles (modifié d'après [Druitt et al., 1999](#)), avec en blanc les éruptions siliceuses dominantes et en gris les éruptions andésitiques dominantes ([Cadoux et al., 2014](#)) ; (b) Carte géologique simplifiée de Santorin (modifié d'après [Gertisser et al., 2009](#)) avec les trois sites de prélèvement de cette étude.

Santorin est l'une des calderas volcaniques les plus spectaculaires dans le monde. Elle est la résultante de l'ensemble des phases explosives des deux cycles, se terminant par l'éruption minoenne qui a eu lieu à l'âge de bronze et qui a détruit la cité minoenne d'Akrotiri. Cette éruption a façonné le paysage de l'île tel que l'on peut le voir aujourd'hui et a permis de rafraîchir les bords de la caldera et de mettre en évidence des séquences de laves et des dépôts pyroclastiques qui témoignent de l'évolution du volcan au cours du temps.

Le volcan a connu au cours du temps 12 éruptions explosives majeures (Figure 92.a) et l'ensemble des dépôts pyroclastiques des 12 éruptions explosives est appelé *pyroclastes de Thera*. Deux cycles d'activité explosive ont été mis en évidence dans ces *Pyroclastes* par l'étude de la composition des magmas (Druitt et al., 1989). Chaque cycle explosif commence par des éruptions de magmas mafiques à intermédiaires et se termine par des éruptions majeures siliceuses et des effondrements caldériques. La mise en évidence de ces deux cycles éruptifs a permis de diviser la stratification des *pyroclastes de Thera* en deux parties. Les trois îles composant la périphérie de Santorin : Thera, Therasia et Aspronisi sont chacune constituées de l'ensemble des dépôts des deux cycles, dont la visibilité diffère en fonction de la position géographique. Le sommet de ces dépôts, marquant le paysage actuel, est essentiellement composé par des couches continues de tuff blanc issu de l'éruption minoenne. Les îles de Palea et Nea Kamini, situées proche du centre de la caldera, sont l'expression aérienne d'un large volcan sous-marin postérieur à l'éruption minoenne.

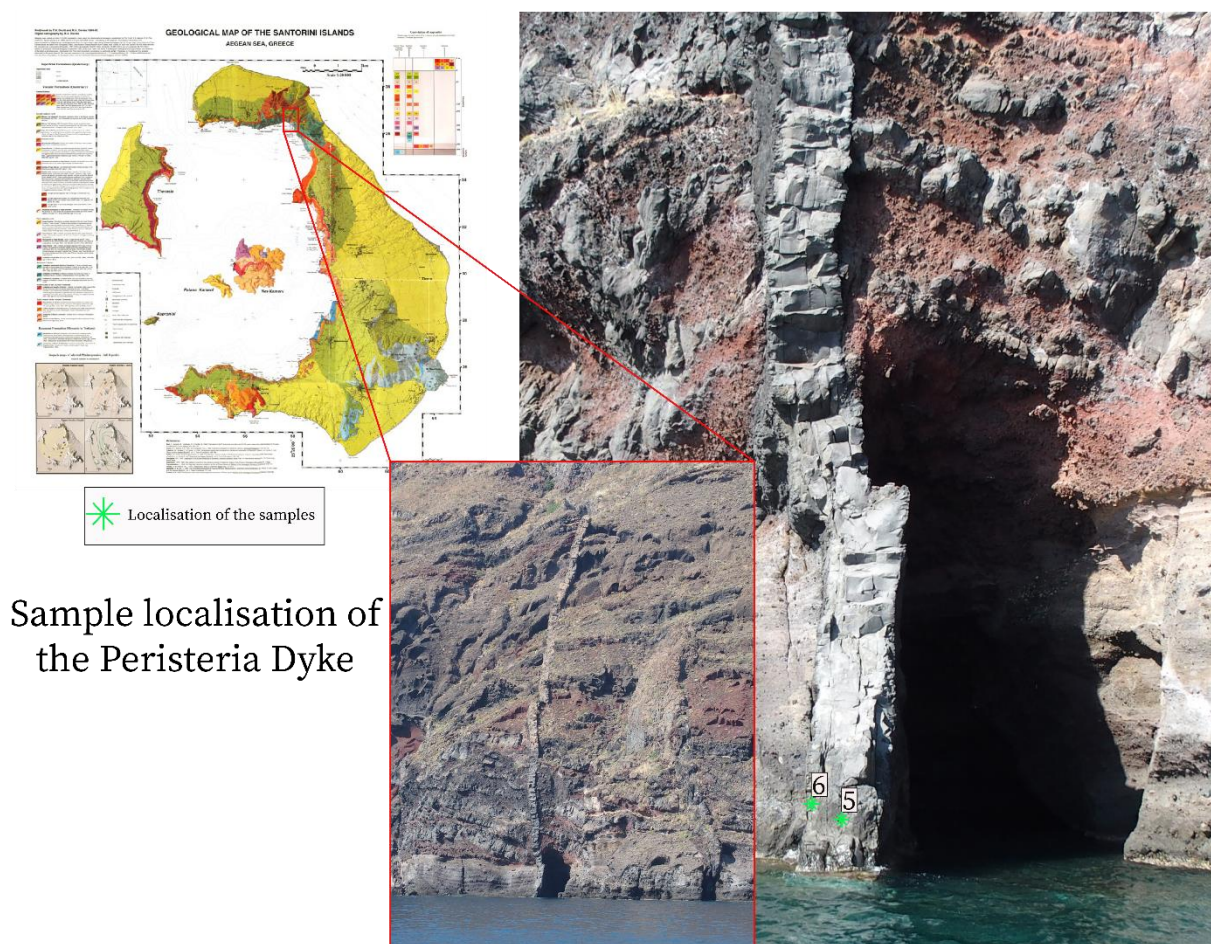
L'existence de plusieurs centres éruptifs dispersés sur l'ensemble de l'île montre que Santorin peut être considéré comme un champ volcanique. Les différentes traces d'éruptions explosives répétées ayant permis la formation de plusieurs larges calderas constituant aujourd'hui le complexe calderique actuel (Druitt and Francaviglia, 1992) montrent que Santorin est potentiellement un des volcans européens les plus dangereux.

Au cours de son histoire, le volcan de Santorin a fait l'objet de nombreuses éruptions alternant les dynamismes effusifs et explosifs. Nous avons échantillonné trois objets provenant de dynamismes effusifs, mais de mise en place différente : un dôme-coulé, une coulée de lave et un dyke. Ces trois objets présentent des compositions d'andésite à dacite, avec des âges de mise en place différents.

## 2. Les sites d'échantillonnage

### 2.1. Le dyke

Le dyke échantillonné pour cette étude est un dyke de composition andésitique prélevé au nord de la caldera, entre les villages d'Oia et d'Imerovigli (Figure 93). Deux échantillons ont été prélevés, un à l'extérieur du dyke et un en son cœur.



Sample localisation of the Peristeria Dyke

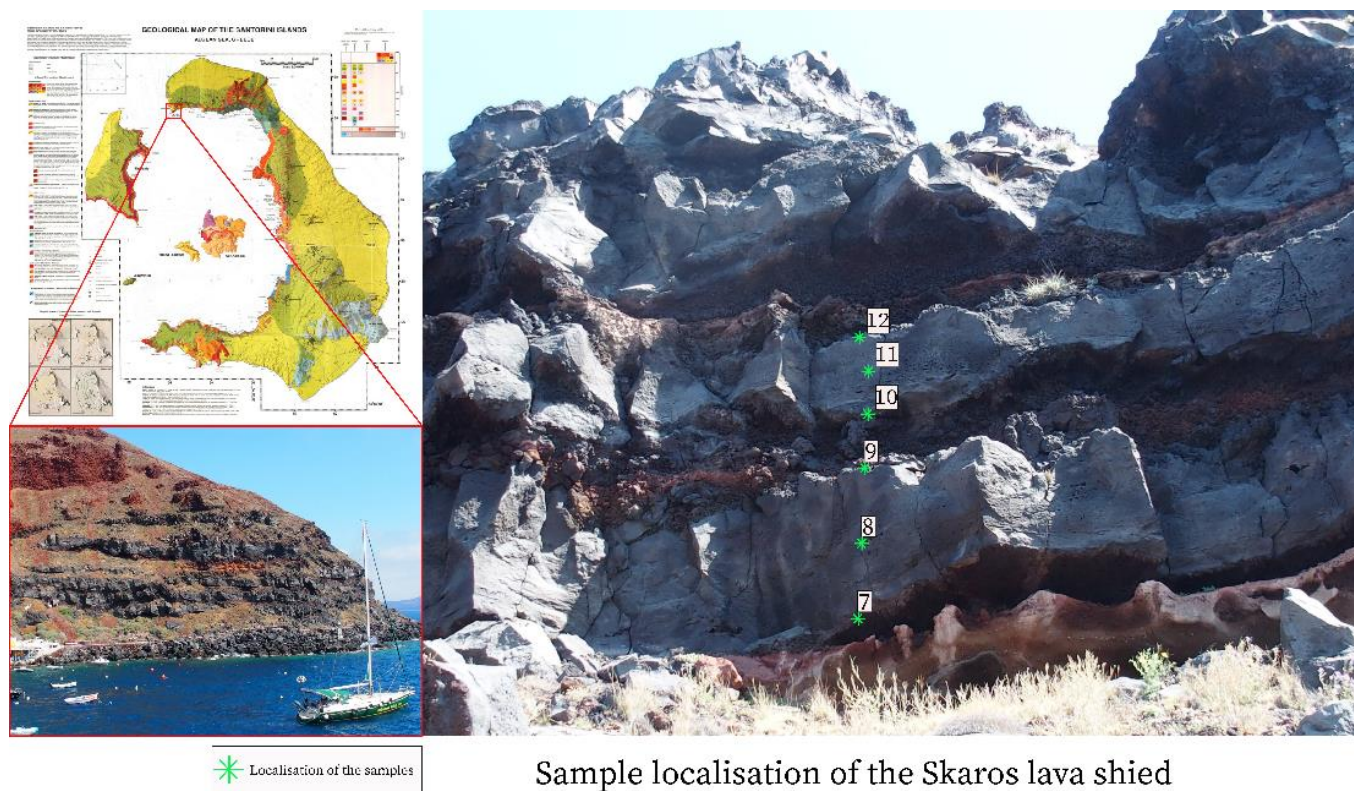
Figure 93 : Carte de localisation du dyke échantillonné

Il fait partie d'un ensemble de dykes injectés dans une roche encaissante composée des dépôts du plus ancien stratocône, le volcan Peristeria, dont la construction s'est étalée de 530 à 430 ka (Druitt et al., 1999). Ces dépôts sont composés principalement de coulées de laves andésitiques, mais également de coulées de laves basaltiques et siliceuses, de tuffs et de brèches. Ces dykes ne traversent pas les produits éruptifs du premier cycle éruptif (224-72 ka), principalement composé de rhyodacite, ni les dépôts minoens tardif (21-3.6 ka) (Drymoni et al., 2020).

## 2.2. Les coulées de Skaros Shield

Deux coulées de laves ont été échantillonnées au nord de la caldera au niveau du village d'Oia (Figure 94). Pour chacune d'elle, 3 échantillons ont été prélevés : un à la base, un au cœur et un au sommet de la coulée.





Sample localisation of the Skaros lava shield

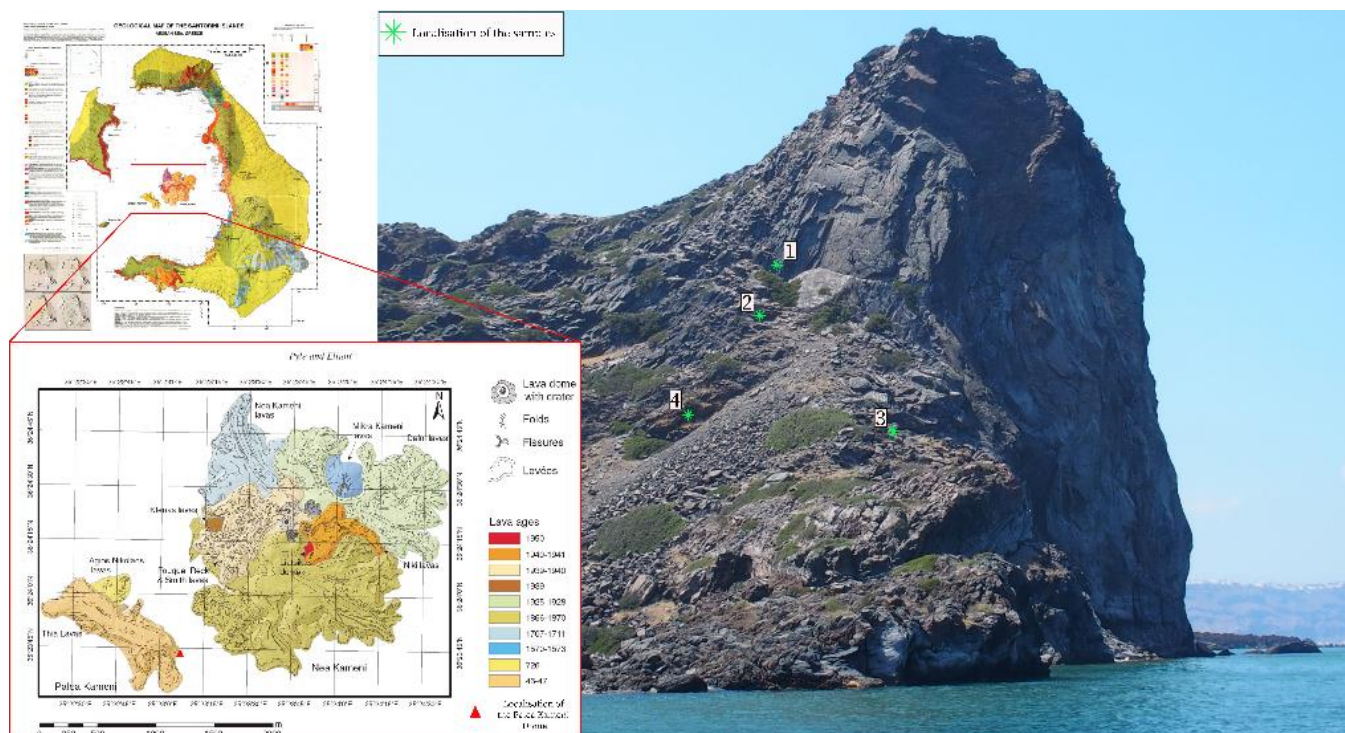
Figure 94 : Carte de localisation des coulées de lave échantillonnées

Ces laves proviennent du centre éruptif de Skaros, actif pendant une période inter-plinienne entre 67 et 54 ka (Druitt et al., 1999 ; Fabbro et al., 2013 ; Vespa et al., 2006). Les produits de Skaros sont principalement exposés au niveau de la rive ouest de l'île de Thera. Une large séquence de laves et de dépôts pyroclastiques s'étend sur toute la section verticale des falaises, du niveau de la mer jusqu'au sommet de l'île, puis elle est recouverte au sommet par des ponces issues de l'éruption minoenne. La composition de ces laves varie de basaltique à dacitique (Huijsmans and Barton, 1989).

### 2.3. Le Dôme-coulé de Palea Kameni

L'activité volcanique la plus récente de Santorin se situe au niveau des îles Kameni (Figure 95). Ces îles sont l'expression subaérienne d'un volcan intra-caldérique dont la construction a probablement débuté quelques temps après l'éruption minoenne. Le volcan a fait surface il y a 197 BC et la dernière éruption date de 1950 ; entre ces deux dates 9 éruptions subaériennes ont été identifiées. Les produits subaériens sont uniformément dacitiques (Barton and Huijsman, 1986 ; Conticelli et al., 1998 ; Francalanci et al., 1998).

Les échantillons prélevés pour cette étude sont issus du dôme-coulé de Palea Kameni (Figure 95), formé il y a 46-47 AD. Quatre échantillons ont été prélevés allant du cœur vers la périphérie du dôme coulé.



Sample localisation of the Palea kameni dome

Figure 95 : Carte de localisation du dôme-coulé de Palea Kameni et des échantillons prélevés

### III. Résultats de l'analyse texturale de la porosité

L'ensemble des méthodes et des techniques analytiques réalisées sur les produits naturels sont détaillés dans le chapitre 3.

Nous allons donc principalement présenter ici, le travail d'analyse texturale de la porosité réalisé en 2D sur l'ensemble des échantillons, ainsi que quelques analyses 3D. Ce travail est essentiellement qualitatif, même si quelques mesures de porosité 2D et 3D ont pu être réalisées à différentes échelles (Tableau 19). La porosité générale des échantillons a été mesurée sur des images MEB 2D de résolution 2048\*1536 pixels et de largeur 12 à 15 mm, la macroporosité (structures de porosité de taille > 200 µm) a été analysée à partir d'images de résolution 2048\*1536 pixels et de largeur 3 mm, et la microporosité (porosité de taille < 200 µm) a été analysée sur des images de résolution 8192\*6144 pixels et de largeur 300 µm. Les porosités 2D présentées ci-dessous sont des porosités moyennes, et d'autres mesures doivent être réalisées afin de quantifier et d'avoir une bonne représentativité de ces différentes porosités. Les mesures de porosité ont été réalisées en 3D seulement pour les échantillons du dôme, et sur des volumes de résolution identique aux images MEB afin de pouvoir comparer les porosités 2D et 3D. Ainsi, dans un premier temps, deux volumes de 1000 pixels de côté ont été analysés, l'un de résolution 12 µm et l'autre de 3 µm par voxel afin de visualiser et mesurer respectivement la macroporosité et la microporosité. Des volumes plus petits de 500 et 100 voxels

(résolution 3  $\mu\text{m}$ ) ont également été réalisés afin de mettre en évidence de façon plus précise la microporosité.

Echantillons	taille image MEB	analyse 2D (% moyen)	taille volume 3D	analyse 3D (%)
Dôme cœur	3 mm	4,90 ( $\pm 1.4$ )	12 $\mu\text{m}$	2,95
	300 $\mu\text{m}$	5,93 ( $\pm 2$ )	3 $\mu\text{m}$	4,34
Dôme milieu	3 mm	2,95 ( $\pm 1$ )	12 $\mu\text{m}$	1,70
	300 $\mu\text{m}$	5,45 ( $\pm 2.8$ )	3 $\mu\text{m}$	2,26
Dôme ext	3 mm	1,67 ( $\pm 0.2$ )	12 $\mu\text{m}$	—
	300 $\mu\text{m}$	5,13 ( $\pm 2.2$ )	3 $\mu\text{m}$	2,15
Dyke ext	3 mm	1,80 ( $\pm 1.1$ )	—	—
	300 $\mu\text{m}$	3,30	—	—
Dyke int	3 mm	1,97 ( $\pm 0.8$ )	—	—
	300 $\mu\text{m}$	3,85 ( $\pm 0.7$ )	—	—
coulée Base	3 mm	10,84 ( $\pm 7.9$ )	—	—
	300 $\mu\text{m}$	2,00	—	—
Coulée milieu	3 mm	13,27 ( $\pm 2$ )	—	—
	300 $\mu\text{m}$	0,90	—	—
Coulée sommet	3 mm	19,90	—	—
	300 $\mu\text{m}$	0,60	—	—

*Tableau 19 : Porosités mesurées en 2D et en 3D pour les échantillons naturels provenant des trois sites d'échantillonnages. Pour certains échantillons 2D, seule une mesure de porosité a été réalisée (ne permettant pas de calculer un écart type).*

## 1. Le Dyke

Le dyke est composé de phénocristaux baignant dans une mésostase entièrement cristallisée, témoignant d'une mise en place lente permettant un refroidissement progressif et la cristallisation du verre. Certains phénocristaux présentent une fracturation pouvant notamment être liée à la forte altération des échantillons par l'eau de mer. La porosité générale observée et mesurée dans ces échantillons est relativement faible : 0.7 vol% pour l'échantillon prélevé au cœur du dyke (Figure 96.a) et 0.5 vol% pour celui le plus en périphérie (Figure 96.e). Pour l'échantillon situé au cœur du dyke, la macroporosité est de 1.9 vol% et est principalement composée de quelques bulles de diamètre supérieur à 200  $\mu\text{m}$  réparties de façon hétérogène (Figure 96.b) et la microporosité est de 3.8 vol%, essentiellement localisée entre les cristaux (Figure 96.c et d). Pour l'échantillon situé le plus en périphérie du dyke, on observe une localisation de cette porosité, qui associée avec la microporosité (1.8 vol%) forme des bandes au sommet de l'échantillon (Figure 96.e). De part et d'autre de ces bandes, on observe une microporosité moyenne de 3.3 vol%, similaire à celle observée pour l'échantillon précédent (Figure 96.g), qui semble correspondre au dernier stade de refroidissement du dyke (et non à sa porosité initiale).



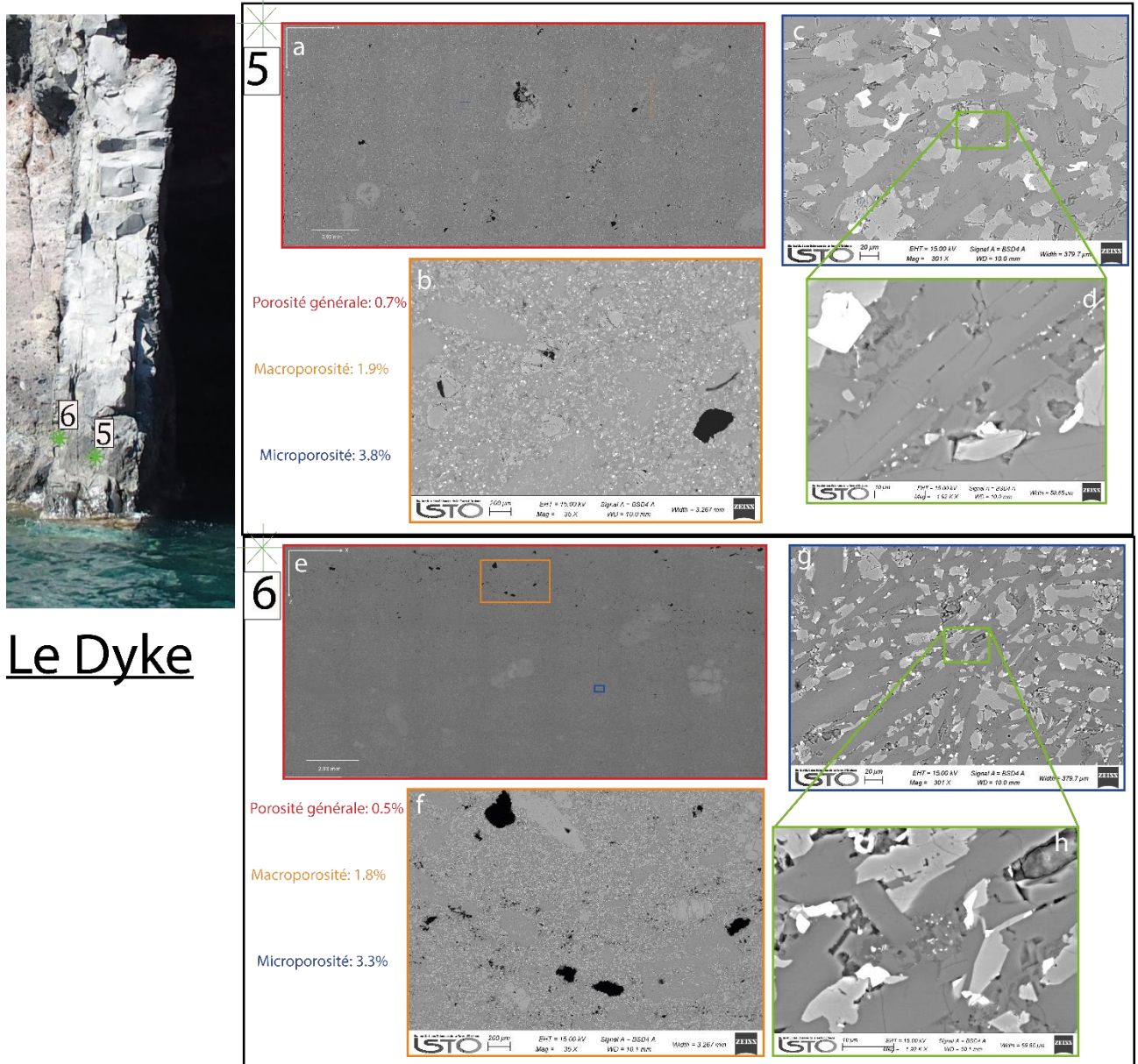


Figure 96 : Image MEB montrant la porosité générale, la macroporosité et la microporosité moyennes mesurées pour les échantillons du dyke

## 2. Les coulées de Skaros Shield

Deux coulées ont été échantillonnées mais une seule (échantillons 7, 8 et 9) sera présentée ci-dessous. La base de cette coulée présente une porosité générale relativement faible de 2.2 vol% (Figure 97.a) avec toutefois une forte macroporosité (contrairement au dyke). Cette macroporosité contribue fortement à la porosité de l'échantillon avec un pourcentage moyen de 10.8 vol% et est composée de bulles isolées et relativement allongées de tailles millimétriques (Figure 97.b). La microporosité, présentant un pourcentage moyen de 2 vol%, est localisée (Figure 97.c), créant des zones très poreuses ( $\approx 13$  vol%) et des zones peu poreuses ( $\approx 2$  vol%) fortement cristallisées (Figure 97.d et e). Dans les zones

très poreuses, la microporosité présente une texture diktytaxitique où la vésicularité se forme dans les sites interstitiels de la masse cristalline (Philpotts, 1989 ; p120). On observe également une fracturation au niveau de laquelle la porosité se localise dans la matrice mais également dans les phénocristaux.

Au centre de la coulée, la porosité générale est de 10 vol%, donc plus importante qu'à la base de la coulée (Figure 97.f). La macroporosité moyenne est de 13.2 vol% et forme des bandes parallèles au niveau desquelles les bulles sont allongées et déformées permettant leurs connexions (Figure 97.f et g). La microporosité moyenne de 0.9 vol% est relativement faible par rapport à celle observée en base de coulée (Figure 97.h), également localisée et créant des zones très poreuses et des zones peu poreuses fortement cristallisées.

Au sommet de la coulée, la porosité générale est beaucoup plus importante, 20.4 vol% (Figure 97.i). La macroporosité moyenne obtenue est de 19.9 vol% et est principalement composée par de grosses bulles de taille millimétrique (Figure 97.j). Ces dernières ne forment plus les bandes observées au centre de la coulée. La microporosité moyenne est de 0.6 vol% (Figure 97.k).

On observe donc une certaine évolution de la porosité entre la base et le sommet de la coulée, avec une porosité plus importante au sommet qu'à la base.

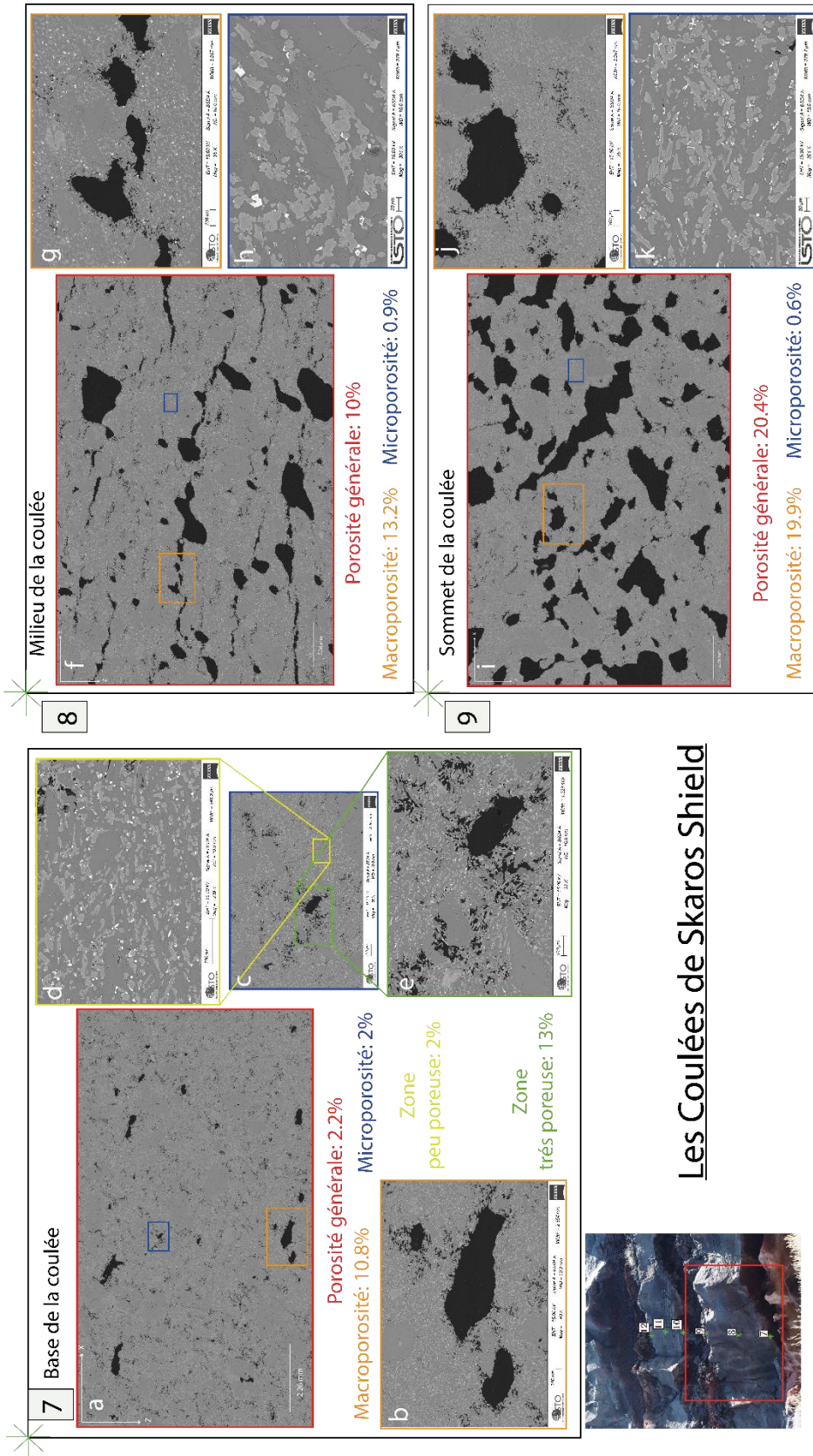


Figure 97 : Image MEB montrant la porosité générale, la macroporosité et la microporosité moyenne mesurées pour les échantillons de la coulée



### 3. Le Dôme-coulé de Palea Kameni

L'analyse du dôme a été réalisée en partant de l'échantillon le plus au centre vers l'extérieur du dôme. Contrairement aux échantillons précédents, ceux du dôme ont pu faire l'objet, en plus de l'analyse 2D, d'une analyse 3D au micro-tomographe. Cette analyse est principalement qualitative et permet de mettre en évidence les différentes structures de la porosité. Elle a donc été réalisée à plusieurs échelles afin de visualiser les deux types de porosité.

L'échantillon situé le plus au centre du dôme présente une porosité de 1.3 vol%, relativement proche de celle observée en base de coulée (Figure 99.b). Comme le dyke et la coulée, deux types de porosité sont observés : la macroporosité et la microporosité (Figure 99.a). Cependant, la macroporosité moyenne de 4.9 vol% n'est pas présente sous forme de bulles isolées (Figure 99.c), mais se situe principalement aux niveaux de structures sigmoïdales verticales et parallèles les unes aux autres (Figure 99.a). La porosité à l'intérieur de ces structures présente une texture diktytaxitique (Figure 99.g). On observe également la présence de structures de type S/C' (Figure 99.e) marquées par l'alignement de la fabrique de cristaux témoignant d'une forte déformation. Cette déformation met en place des zones de cisaillement au niveau desquelles peuvent s'effectuer des déplacements significatifs et où les plans de schistosité S et de cisaillement C sont confondus et permettent l'apparition d'autres plans de cisaillement appelés C' (Figure 98). On retrouve également ces structures sous forme de relais notamment en bordure de l'échantillon (Figure 99.f). La microporosité moyenne de 5.9 vol%, est quant à elle moins visible et plus dispersée que pour la coulée et le dyke (Figure 99.d).

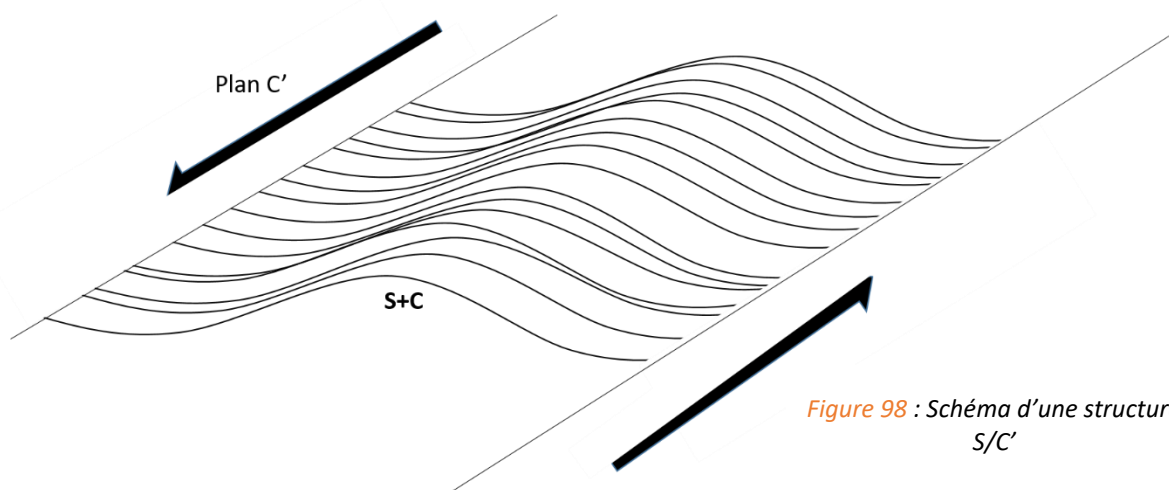


Figure 98 : Schéma d'une structure S/C'

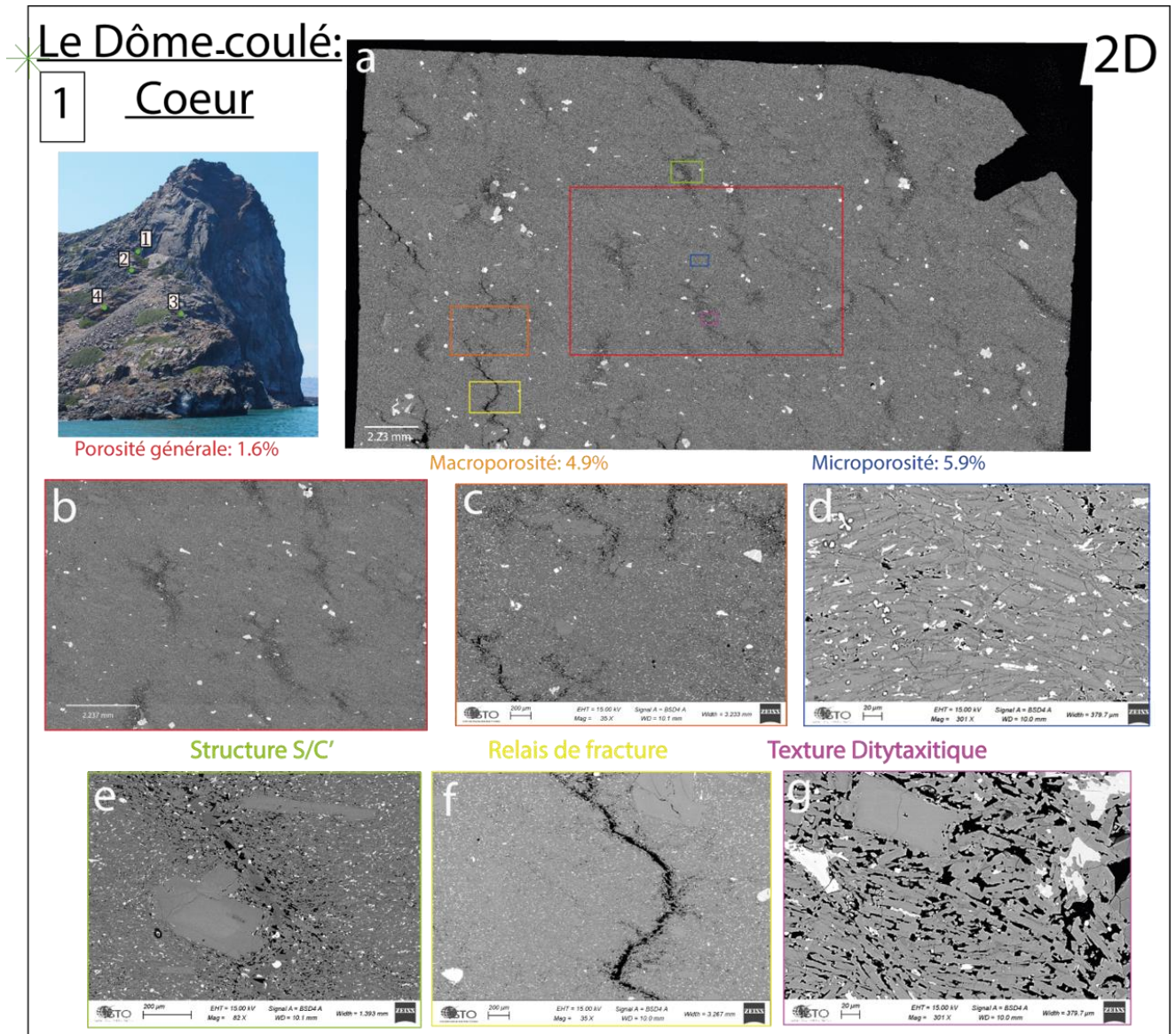


Figure 99 : Image MEB montrant la porosité générale, la macroporosité et la microporosité moyenne mesurées pour les échantillons situés le plus au centre du dôme-coulé

L'analyse 3D du volume de résolution 12  $\mu\text{m}$  met en évidence une porosité générale de  $\approx 3$  vol%, légèrement supérieure à celle mesurée en 2D, et non connectée (Figure 100.a). Le volume de résolution 3  $\mu\text{m}$  montre une microporosité importante de  $\approx 4$  vol% entre ces structures. La microporosité mesurée en 3D, similaire à celle obtenue en 2D, semble être essentiellement isolée et ne forme pas de structures particulières (Figure 100.b). Les images réalisées sur les volumes de 500 et 100 voxels de côté ne permettent pas de visualiser cette microporosité correctement, car les dimensions du volume sont inférieures à la résolution (3  $\mu\text{m}$ ) de l'image. Néanmoins, cela met en évidence la présence d'une forte microporosité invisible lors de l'analyse 2D. L'analyse 3D permet également de visualiser le comportement de cristaux, mettant notamment en avant une certaine orientation des cristaux (Figure 100.c).



## Le Dôme-Coulé: Coeur

3D

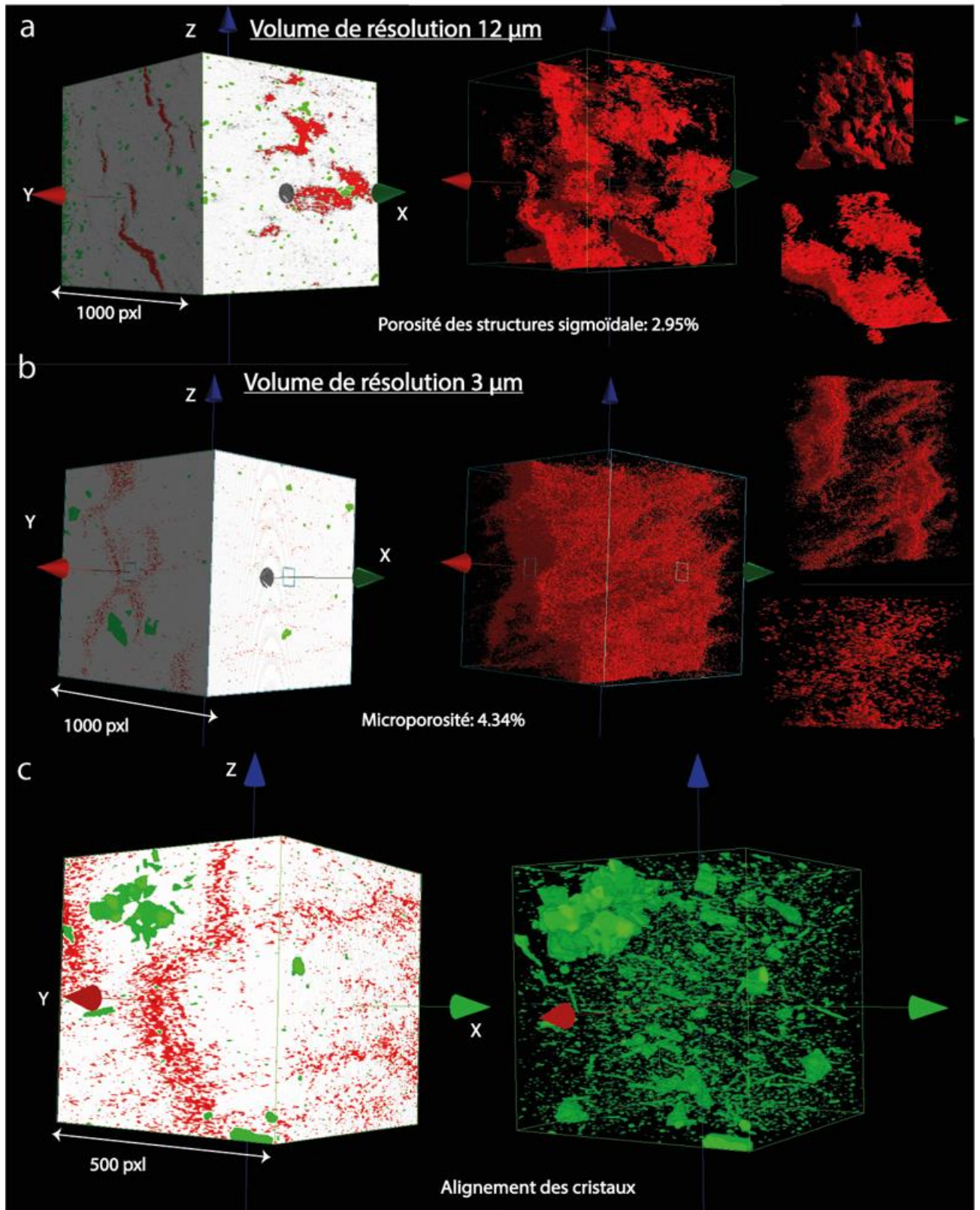


Figure 100 : Volume 3D montrant la porosité générale, la macroporosité et la microporosité mesurées au microtomographe pour les échantillons situés le plus au centre du dôme-coulé ; en rouge la porosité et en vert les phénocristaux ferromagnésiens

A l'extérieur du dôme, la porosité générale est de 1.6 vol% (Figure 101.b) et reste proche de celle observée précédemment. On constate une certaine zonation de la macroporosité (Figure 101.a), avec une valeur moyenne de 2.9 vol% (Figure 101.c). Au bas de l'échantillon, on observe les mêmes structures sigmoïdales verticales que précédemment, toutefois ces dernières semblent plus larges. En remontant vers le haut de l'échantillon, ces structures s'horizontalisent avec notamment l'ouverture de fentes de tension suivant les structures S/C' et des fractures en relais (Figure 101.e) contribuant à augmenter la porosité localement. Au niveau des structures sigmoïdes, on retrouve comme précédemment des structures type S/C' (Figure 101.i) ainsi que la présence d'une texture diktytaxitique. On observe également de la cataclase le long de certains phénocristaux (Figure 101.f et g). On constate également que les cristaux au niveau des fentes de tension ne sont pas fracturés mais séparés les uns des autres, soit un démembrement de la charpente cristalline, également observable dans la plus large structure sigmoïde située en bas de l'échantillon. La microporosité est également visible mais très dispersée, avec une porosité moyenne de 5.4 vol% (Figure 101.d) créant des zones plus ou moins poreuses (Figure 101.h et j). On observe également un certain alignement des phénocristaux notamment en haut de l'échantillon, parallèlement aux structures sigmoïdes horizontales et aux fentes de tension. Cependant l'analyse de la fabrication des cristaux n'a pas pu être réalisée.



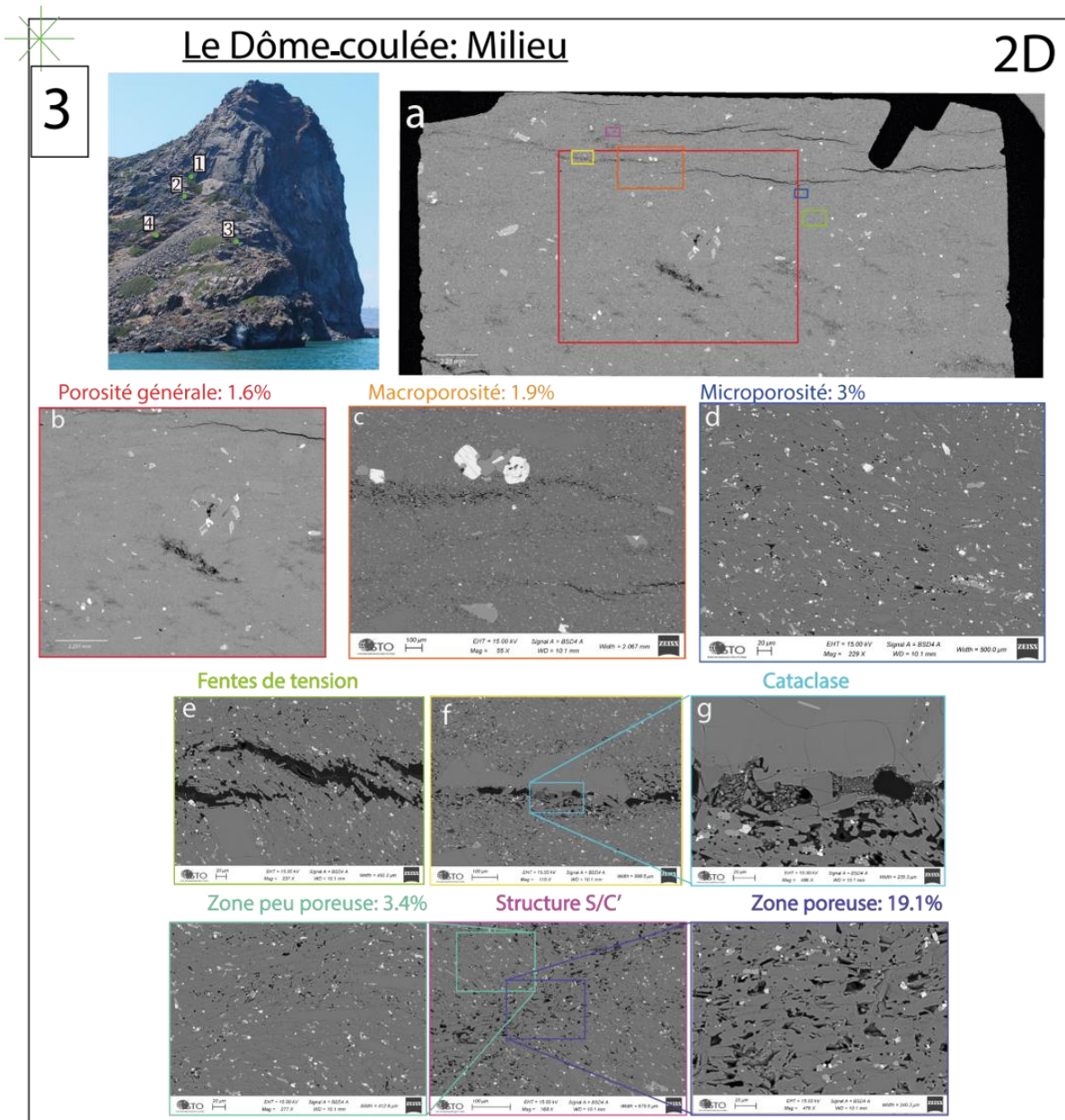


Figure 101 : Image MEB montrant la porosité générale, la macroporosité et la microporosité moyenne mesurées pour les échantillons situés légèrement à l'extérieur du dôme-coulé

L'analyse 3D du volume de résolution 12  $\mu\text{m}$  indique une porosité générale de 1.7 vol%, ce qui est similaire à celle mesurée en 2D. Cette analyse permet également de mettre en évidence ces grandes structures sigmoïdes. Comme précédemment, ces structures ne semblent pas reliées les unes aux autres (Figure 102.a). L'analyse du volume de résolution 3  $\mu\text{m}$ , permet de mettre en avant la présence d'une microporosité ( $\approx 2.2$  vol%) entre les structures de la macroporosité (Figure 102.b). L'analyse à plus petite échelle ne permet pas de visualiser de façon plus précise la forme et la disposition de cette porosité. Ainsi comme pour l'échantillon précédent, nous ne pouvons pas préciser si cette porosité est connectée ou isolée. Cette porosité semble néanmoins constituée de bulles isolées qui se rassemblent pour former des amas. L'analyse du volume de résolution 3  $\mu\text{m}$  met également en évidence une

orientation préférentielle des cristaux, confirmant les observations faites en 2D. Cette orientation des cristaux est également très visible sur le volume de 500 voxels de côté, mettant notamment en évidence une orientation similaire des phénocristaux et des microlites favorisés par leur allongement (Figure 102.c).

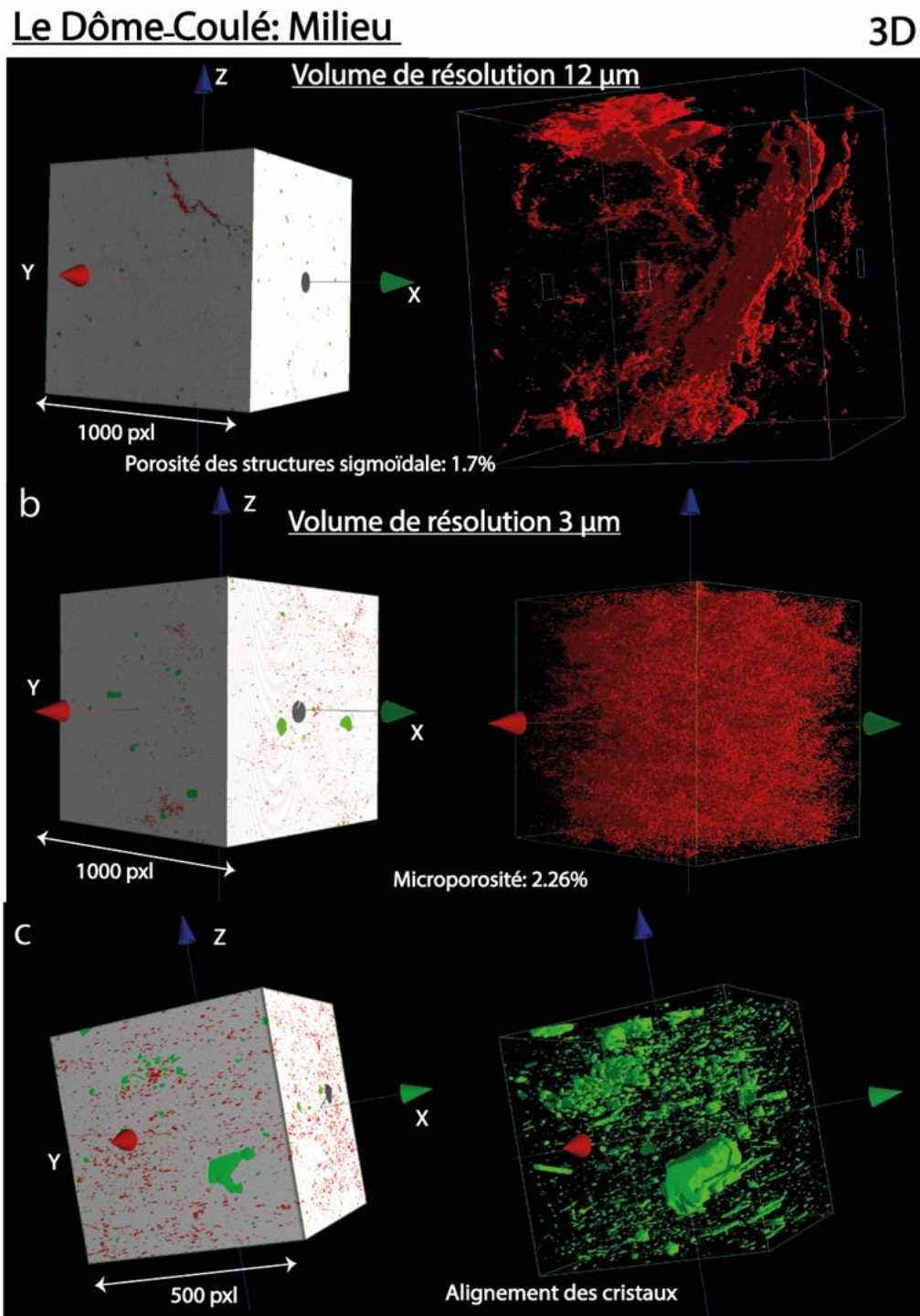


Figure 102 : Volume 3D montrant la porosité générale, la macroporosité et la microporosité mesurées au microtomographe pour les échantillons situés légèrement à l'extérieur du dôme-coulé



Contrairement aux 2 échantillons précédents, l'échantillon situé le plus en périphérie du dôme présente une faible porosité de 0.9 vol% (Figure 103.b). On n'observe aucune structure sigmoïdale, fentes de tension ou fractures (Figure 103.a). La macroporosité moyenne est de 1.6 vol% et est peu visible, contrairement à la microporosité ( $\approx 5.1$  vol%) (Figure 103.c et e). Cette dernière, comme pour les échantillons précédents, est relativement dispersée, créant des zones plus ou moins poreuses (Figure 103.d et f).

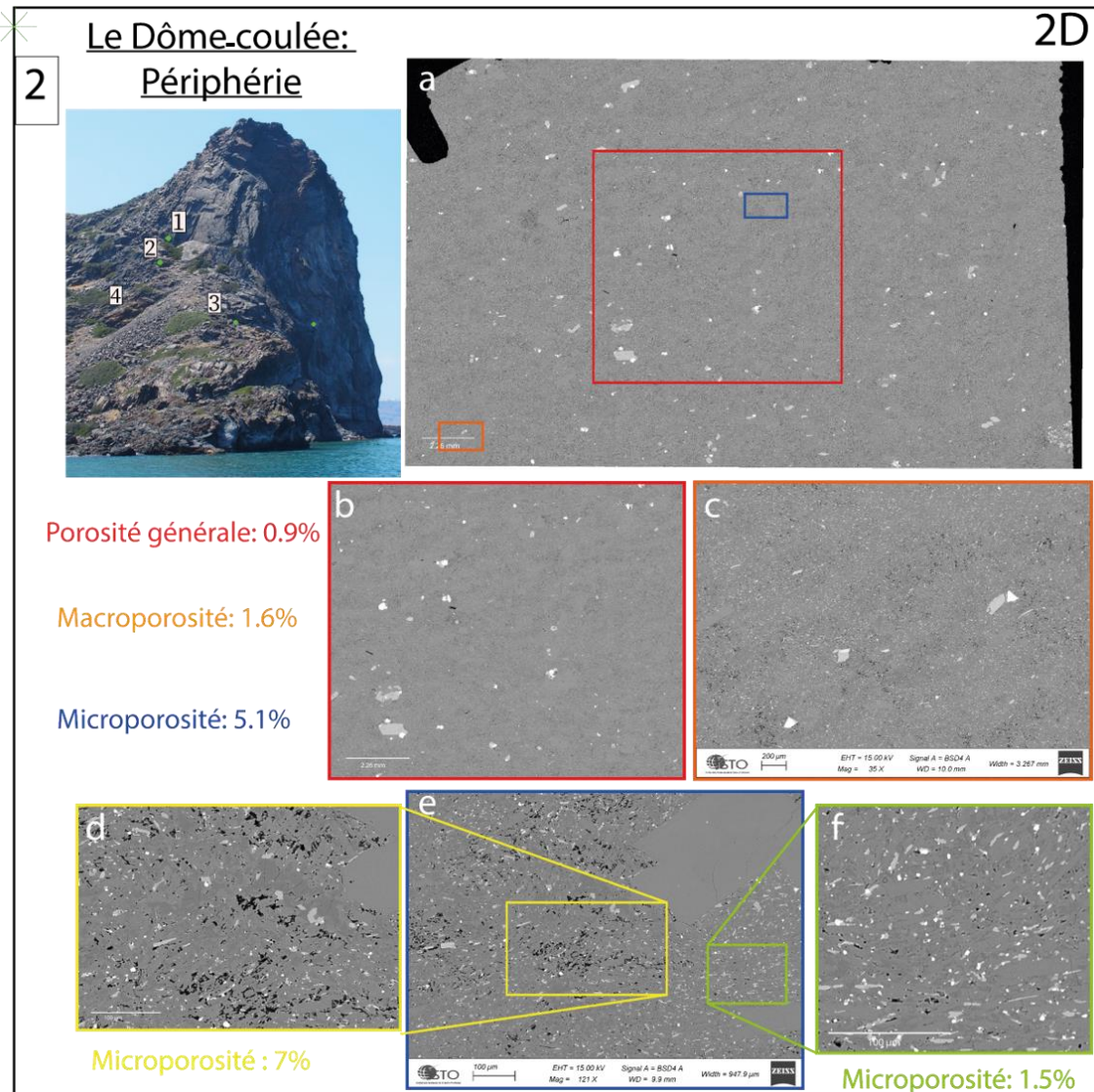


Figure 103 : Image MEB montrant la porosité générale, la macroporosité et la microporosité moyenne mesurées pour les échantillons situés le plus à l'extérieur du dôme-coulé

Lors de l'analyse 3D sur le volume de résolution 12  $\mu\text{m}$ , une erreur s'est produite lors de l'acquisition des images, permettant de ne visualiser que la porosité centrale de l'échantillon. L'analyse du volume de résolution 3  $\mu\text{m}$  montre cependant la présence d'une microporosité ( $\approx 2$  vol%) ainsi qu'une certaine orientation des microlites (Figure 104.d et c). Les images réalisées pour cet échantillon sont de

mauvaise qualité et nécessiteraient de nouvelles acquisitions afin d'obtenir la porosité globale de l'échantillon.

## Le Dôme-Coulé: Périphérie

3D

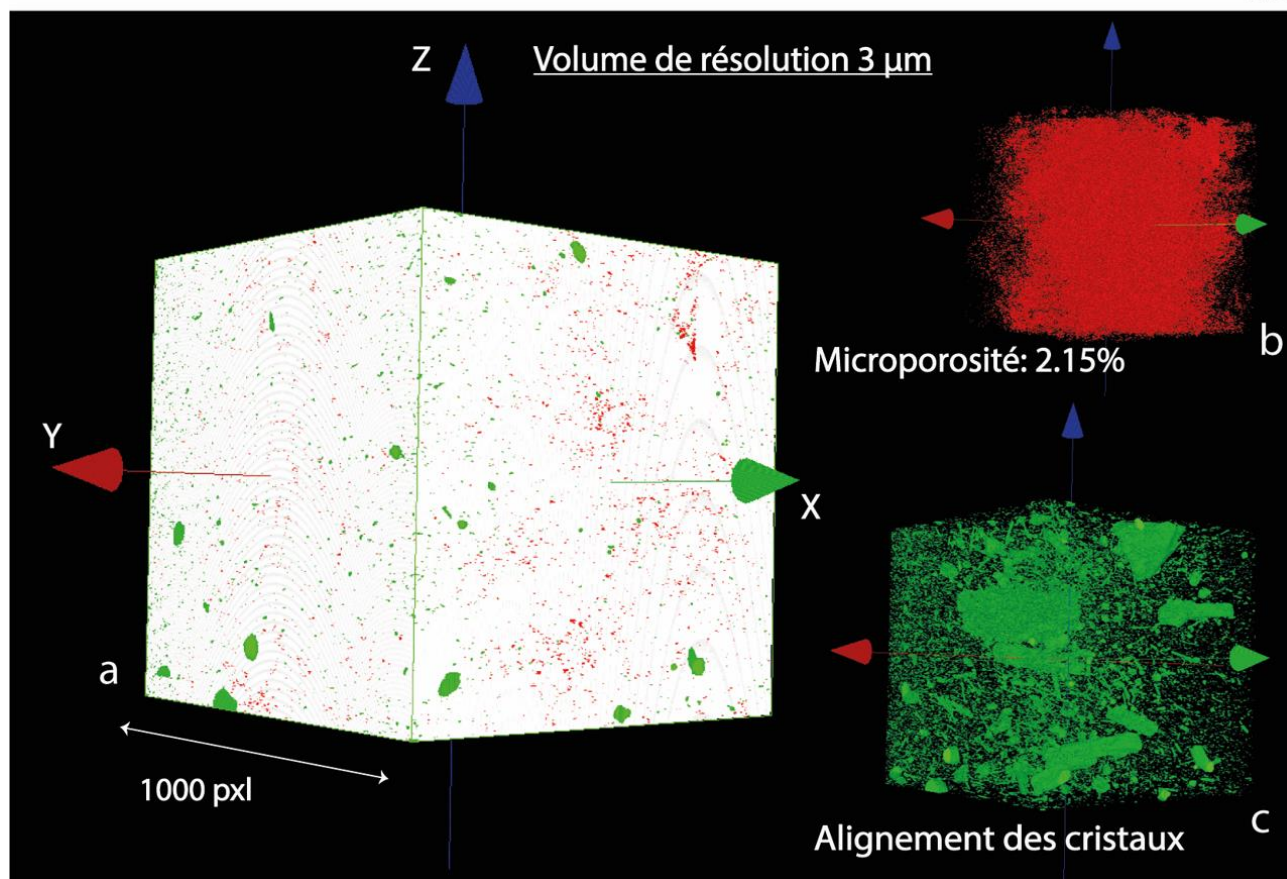


Figure 104 : Volume 3D montrant la porosité générale, la macroporosité et la microporosité mesurées au microtomographe pour les échantillons situés le plus à l'extérieur du dôme-coulé

## IV. Discussion

Ces premières analyses de la porosité ont permis de mettre en évidence le développement d'une porosité différente en fonction de la mise en place du magma. En effet, la porosité observée au niveau de la coulée de lave est beaucoup plus importante que celle observée au niveau du dôme, qui elle-même est plus importante que celle du dyke. Nous attribuons cette différence essentiellement à la contribution de la microporosité qui pourrait correspondre à un dernier événement de nucléation dû au refroidissement du magma et à sa cristallisation. Une microporosité plus faible pouvant témoigner d'un refroidissement plus lent est constatée : pour le dyke (qui n'atteint pas la surface) par rapport au dôme ou la coulée, pour la base de la coulée par rapport au sommet, et au cœur du dôme par rapport au bord.

Pour le dôme, l'analyse permet de mettre également en évidence une diminution de la macroporosité du centre à la périphérie du dôme, avec notamment une disparition des structures sigmoïdes et des fentes de tensions. L'observation de structure de déformation sigmoïdale, de fentes de tensions ou encore de fractures en relai perpendiculaires à la direction de l'écoulement, indique une formation à un stade tardif de l'écoulement ductile, par création de cavités dans des bandes où le seuil rhéologique visqueux/cassant est localement atteint sous l'effet de l'étirement (Smith et al., 2001). Ces structures, que l'on retrouve également autour des phénocristaux, mettent donc en avant des déformations à l'état visqueux au cœur du dôme, qui ne se retrouvent pas en périphérie.

Comme évoqué au début de ce chapitre, le travail sur ces échantillons est encore en cours et de nombreuses analyses doivent être réalisées notamment au niveau des fabriques de cristaux. Il serait intéressant d'étudier la contribution de la nanoporosité mise en évidence par les analyses 3D.

Néanmoins, ces premières analyses montrent une différence de porosité avec nos échantillons expérimentaux (20-30 vol%), notamment pour les échantillons du dôme (~5 vol%) dont on pourrait penser que les conditions de mise en place sont proches de nos conditions expérimentales. Cette différence peut être liée à des différences de dégazage dues i) à la présence de bulles de tailles différentes qui favorisent la coalescence (Lin et Lin, 2009), ii) à la présence d'une population cristalline polymodale présentant à la fois des phénocristaux et des microlites (l'effet d'une distribution polymodale de cristaux sur la connectivité des bulles n'est pas connue), ou/et iii) à un taux de déformation appliqué sur le dôme plus important que celui appliqué sur nos échantillons, puisque les échantillons de produit naturel ont été prélevés en bordure de dôme. Ainsi, ces observations montrent que d'autres paramètres que ceux utilisés dans nos expériences peuvent influencer le développement de la porosité dans les produits naturels. Il serait donc intéressant, dans un futur travail de faire varier les tailles de bulles et de cristaux afin de simuler une population plus réaliste, ainsi que d'augmenter le taux de déformation.



## Références Bibliographiques

### A

- X Arbaret, L. (1995)**, Orientations préférentielles de forme dans les magmas : modélisation analogique 3D en cisaillement simple, *Thèse*, pp.262, Université de Clermont-Ferrand II, Clermont-Ferrand, France.
- X Arbaret, L. Bystricky, M. and Champallier, R. (2007)**, Microstructures and rheology of hydrous synthetic magmatic suspensions deformed in torsion at high pressure, *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 112 (B10), doi: 10.1029/2006jb004856.
- X Arzi, A. A. (1978)**, Critical phenomena in the rheology of partially melted rocks, *Tectonophysics*, 44, 1-4, 173-184.
- X Auker, M. R., Sparks, R. S. J., Siebert, L., Crosweller, H. S. and Ewert, J. (2013)**, A statistical analysis of the global historical volcanic fatalities record, *Journal of Applied Volcanology*, 3, 3.

### B

- X Bain, A. A., Lamur, A., Kendrick, J. E. et al (2019)**, Constraints on the porosity, permeability and porous micro-structure of highly-crystalline andesitic magma during plug formation, *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 379, 72-89, doi.org/10.1016/j.jvolgeores.2019.05.001.
- X Bagdassarov, N. S. and Dingwell, D. B. (1992)**, A rheological investigation of vesicular rhyolite, *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 50, 3, 307-322.
- X Bagdassarov, N. S. and Dingwell, D. B. (1993)**, Frequency dependent rheology of vesicular rhyolite, *Journal of Geophysical Research*, 98, 6477-6487.
- X Bagdassarov, N. S., Dorfman, A., and Dingwell, D. B. (2000)**, Effect of alkalis, phosphorus, and water on the surface tension of haplogranite melt, *American Mineralogist*, 85, 33-40, doi:0003-004X/00/0001-0033\$05.00.
- X Bagdassarov, N. S. and Pinkerton, H. (2004)**, Transient phenomena in vesicular lava flows based on laboratory experiments with analogue materials, *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 132, 115-136.
- X Barton, M. and Huijsmans, J. P. P. (1986)**, Post-caldera dacites from the Santorini volcanic complex, Aegean Sea, Greece: an example of the eruption of lavas of near-constant



composition over a 2,200 year period, *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 94, 472-495.

**X Beauducel, F., Cornet, F. H., Suhanto, E., Duquesnoy, T. and Kasser, M. (2000)**, Constraints on magma flux from displacements data at Merapi volcano, Java, Indonesia, *Journal of Geophysical Research*, 105, 8192–8203.

**X Bergantz, G. W., Schmeicher, J. M. and Burgisser, A. (2017)**, On the kinematics and dynamics of crystal-rich systems, *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 122, 6131–6159, doi:10.1002/2017JB014218.

**X Best, M. G. (2003)**, *Igneous and Metamorphic Petrology*, 2nd ed. xxi+729 pp, Oxford Blackwell Science, ISBN 1 405 10588 7. *Geological Magazine*, 142, 1, 140-141. doi:10.1017/S0016756805360432.

**X Blower, J. D. (2001)**, Factors controlling permeability-porosity relationships in magma, *Bulletin of Volcanology*, 63, 7, 497-504.

**X Bottinga, Y. and Richet, P. (1995)**, Silicate melts: The “anomalous” pressure dependence of the viscosity, *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, 59, 3, 2725-2731.

**X Bouchez, J. L., Delas, C., Gleizes, G., Nédélec, A. and Cuney, M. (1992)**, Submagmatic microfractures in granites, *Geology*, 20, 35-38.

**X Boudon, G., Balcone-Boissard, H., Villemant, B. and Morgan, D. J. (2015)**, What factors control superficial lava dome explosivity? *Scientific Reports*, 5, 14551. <https://doi.org/10.1038/srep14551>.

**X Brearley, M., Dickinson, J., James, E. and Scarfe, C.M. (1986)**, Pressure dependence of melt viscosities on the join diopside-albite, *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, 50, 12, 2563-2570.

**X Burgisser, A., Arbaret, L., Martel, C., Forien, M. and Colombier, M. (2020)**, The role of oxides in the shallow vesiculation of ascending magmas, *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 406, 107072, doi:10.1016/j.jvolgeores.2020.107072.

**X Burnham, C. W., and Jahns, R. H. (1962)**, A method for determining the solubility of water in silicate melts, *American Journal of Science* 260, 721–745.

**X Burnham, C.W., Holloway, J.R. and Davis, N.F. (1969)**, Thermodynamic properties of water to 1000°C and 10 000 bars, *Geological Society of America Special Papers* 132, 96.

**C**

- X Cadoux, A., Scaillet, B., Druitt, T. H. and Deloule, E. (2014)**, Magam Storage Conditions of Large Plinian Eruptions of Santorini Volcano (Greece), *Journal of Petrology*, 55,6, 1129-1171, doi:10.1093/petrology/egu021.
- X Caricchi, L., Burlini, L., Ulmer, P., Gerya, T., Vassalli, M. and Papale, P. (2007)**, Non-Newtonien rheology of crystal-bearing magma and implications for magma ascent dynamics, *Earth and Planetary Science Letters*, 264, 402-419, doi:10.1016/j.epsl.2007.09.032.
- X Caricchi, L., Pommier, A., Pistone, M., Castro, J., Burgisser, A. and Perugini, D. (2011)**, Strain-induced magma degassing: insights from simple-shear experiments on bubble bearing melts, *Bulletin of Volcanology*, 73, 1245-1257, doi : 10.1007/s00445-011-0471-2.
- X Castro, J. M. and Dingwell, D. B. (2009)**, Rapid ascent of rhyolitic magma at Chaitén volcano, Chile, *Nature*, Vol 461, 8, doi:10.1038/nature08458.
- X Castro, J. M., Cordonnier, B., Tuffen, H., Tobin, M. J., Puskar, L., Martin, M. C. and Bechtel, H. A. (2012)**, The role of melt-fracture degassing in defusing explosive rhyolite eruptions at volcán Chaitén, *Earth and Planetary Science Letters*, 333-334, 63-69, <http://dx.doi.org/10.1016/j.epsl.2012.04.024>.
- X Castro, J. M., Schipper, C. I., Mueller, S. P., Militzer, A. S., Amigo, A., Parejas, C. S. and Jacob, D. (2013)**, Storage and eruption of near-liquidus rhyolite magma at Cordón Caulle, Chile, *Bulletin of Volcanology*, 75, 702, doi: 10.1007/s00445-013-0702-9.
- X Champallier, R. (2005)**, Déformation expérimentale à haute température et haute pression de magmas partiellement cristallisés, *Thèse*, pp.191, Université d'Orléans, Orléans, France.
- X Champallier, R., Bystricky, M. and Arbaret, L. (2008)**, Experimental investigation of magma rheology at 300 PMa: From pure hydrous melt to 76 vol% of crystals, *Earth and Planetary Science Letters*, 267, 571-583.
- X Christiansen, R. L., and Peterson, D. W. (1981)**, Chronology of the 1980 eruptive activity, in *The 1980 Eruptions of Mount St. Helens*, edited, pp. 17-30. U. S. Geological Survey Professional Papers, Washington, D.C.
- X Colombier, M., Wadsworth, F.B., Scheu, B., Vasseur, J., Dobson, K.J., Cáceres, F., Allabar, A., Marone, F., Schlepütz, C. M. and Dingwell, D. B. (2020)**, In situ observation of the

percolation threshold in multiphase magma analogues, *Bulletin of Volcanology*, 82, 32, <https://doi.org/10.1007/s00445-020-1370-1>.

**X Collombet, M., Burgisser, A., Colombier, M. and Gaunt, E. (2021)**, Evidence for deep gas loss in open volcanic systems, *Bulletin of Volcanology*, 83, 7, <https://doi.org/10.1007/s00445-020-01433-0>.

**X Conticelli, S., Francalanci, L., Santo, A. P. and Petrone, C. (1998)**, Mineral chemistry as a contribution to the understanding of the Post-Minoan magmatic system of Santorini, Greece, In Casale, R. et al (eds), *Proceedings of the second workshop, Santorini, Greece, 2 to 4 May 1996*, European Commission, 157-174.

## D

**X DeGraffenried, R. L., Larsen, J. F., Graham, N. A., and Cashman, K. V. (2019)**, The influence of phenocrysts on degassing in crystal-bearing magmas with rhyolitic groundmass melts, *Geophysical Research Letters*, 46, 5127–5136, <https://doi.org/10.1029/2018GL081822>.

**X Degruyter, W., Bachmann, O., and Burgisser, A. (2010a)**, Controls on magma permeability in the volcanic conduit during the climactic phase of the Kos Plateau Tuff eruption (Aegean Arc), *Bulletin of Volcanology*, 72, 63–74, <http://dx.doi.org/10.1007/s00445-009-0302-x>

**X Deniel, C., Boivin, P., Miallier, D. and Gerbe, M.C. (2020)**, Multi-stage growth of the trachytic lava dome of the Puy de Dôme (Chaîne des Puys, France). Field, geomorphological and petro-geochemical evidence, *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 396, 106749.

**X Dingwell, D. B., Harris, D. M. and Scarfe, C. M. (1984)**, The solubility of H<sub>2</sub>O in melts in the system SiO<sub>2</sub>–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–Na<sub>2</sub>O–K<sub>2</sub>O at 1 to 2 kbar, *Journal of Geology* 92, 387–395.

**X Dingwell, D. B., Bagdassarov, N. S., Bussod, G. Y. and Webb, S. L. (1993)**, Magma Rheology, In *Experiments at High Pressure and Applications to the Earth's Mantle*, Mineralogical association of Canada, 21, Chap 5, 131-196.

**X Dingwell, D. B., Romano, C. and Hess, K. U. (1996)**, The effect of water on the viscosity of a haplogranitic melt under P-T-X conditions relevant to silicic volcanism, *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 124, 1, 19-28.

**X Dingwell, D. B. (1998)**, The glass transition in hydrous granitic melts, *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 107, 1-3, 1-8.

- X Dingwell, D. B. (2006)**, Transport properties of magmas: diffusion and rheology, *Elements*, 2, 281-286.
- X Druitt, T. H. and Bacon, C. R. (1989)**, Petrology of the zoned calcalkaline magma chamber of Mount Mazama, Crater Lake, Oregon, *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 101, 245-259.
- X Druitt, T. H. and Francaviglia, V. (1992)**, Caldera formation on Santorini and the physiography of the islands in the late Bronze Age, *Bulletin of Volcanology*, 54, 484-493.
- X Druitt, T. H., Edwards, L. Mellors, R. M., Pyle, D. M., Sparks, R. S. J., Lanphere, M., Davies, M. and Barreiro, B. (1999)**, Santorini Volcano, *Geological Society, London*.
- X Druitt, T. H., Young, S. R., Baptie, B. et al (2002)**, Episodes of cyclic Vulcanian explosive activity with fountain collapse at Soufriere Hills Volcano, Montserrat, in *Druitt, T. H. and Kokelaar, B.P. (eds) The Eruption of Soufriere Hills Volcano, Montserrat, from 1995 to 1999*. Geological Society, London, Memoirs, 21, 281-306.
- X Drymoni, K., Browning, J. and Gudmundsson, A. (2020)**, Dyke-arrest scenarios in extensional regimes: Insights from field observations and numerical models, Santorini, Greece, *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 396, 106854.

## E

- X Eichelberger, J. C., Carrigan, C. R., Westrich, H. R. and Price, R. H. (1986)**, Non-explosive silicic volcanism, *Nature*, 323, 598-602.

## F

- X Fabbro, G. N., Druitt, T. H. and Scaillet, S. (2013)**, Evolution of the crustal magma plumbing system during the build-up to the 22-ka caldera-forming eruption of Santorini (Greece), *Bulletin of Volcanology*, 75, 1–22.
- X Fernandez, A. N. (1984)**, Etude théorique et expérimentale du développement de la fabrique dans les roches magmatiques. Application à l'étude structurale des granitoïdes, *Thèse*, pp.238, Université Clermont-Ferrand, Clermont-Ferrand, France.
- X Fernandez, A. N. and Gasquet, D. (1994)**, Relative rheological evolution of chemically contrasted coeval magmas: Exemple of the Tichka plutonic complex (Morocco), *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 116, 316-326.

- X Ferraina, C. (2018)**, Partage des métaux entre liquid sulfuré et liquid silicate: Expérimentation, modélisation et applications aux gisements de sulfures magmatiques, *Thèse*, pp.204, Université d'Orléans, Orléans, France.
- X Forien, M., Arbaret, L., Burgisser, A. and Champallier, R. (2011)**, Experimental constraints on shear-induced crystal breakage in magmas, *Journal of geophysical research*, 116, B08217, doi:10.1029/2010JB008026.
- X Francalanci, L., Vougioukalakis, G., Eleftheriades, G., Pinarelli, L., Petrone, C., Manetti, P. and christofides, G. (1998)**, Petrographic, chemical and isotopic variations in the intra-caldera post-Minoan rocks of the Santorini volcanic field, Greece, *In Casale, R. et al (eds), Proceedings of the second workshop, Santorini, Greece, 2 to 4 May 1996*, European Commission, 175-186.
- X Frankel, N.A. and Acrivos, A. (1970)**, The constitutive equation for a dilute emulsion, *Journal of Fluid Mechanics* 44, 65–78.

## G

- X Gaunt, H. E., Sammonds, P. R., Meredith, P. G., Smith, R. and Pallister, J. S. (2014)**, Pathways for degassing during the lava dome eruption of Mount St. Helens 2004-2008, *Geology*, 41, 1, 947-950, doi: 10.1130/g35940.1.
- X Gertisser, R., Preece, K. and Keller, J. (2009)**, The Plinian Lower Pumice 2 eruption, Santorini, Greece: Magma evolution and volatile behavior, *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 186, 387-406.
- X Gondé, C., Martel, C., Pichavant, M. and Bureau, H. (2011)**, In situ bubble vesiculation in silicic magmas, *American Mineralogist*, 96, 111-124.
- X Gonnermann, H. M., and Manga, M. (2007)**, The fluid mechanics inside a volcano, *Annual Review of Fluid Mechanics*, 39, 321-356.

## H

- X Hallot, E. (1993)**, Injection dans les réservoirs magmatiques, contraintes pétrologiques (Massif de For La Latte et de Saint Briec, Bretagne Nord) et modélisation analogique, *Mémoires de Géoscience*, pp.331, Université de Rennes, Rennes, France.

- X Hamilton, D. L., Burnham, C. W., Osborn, E. F. (1964)**, The solubility of water and effects of oxygen fugacity and water content on crystallization in mafic magmas, *Journal of Petrology* 5, 21–39.
- X Hammer, E.Z, Cashman, K.V., Hoblitt, R.P. and Newman, S. (1999)**, Degassing and microlite crystallization during pre-climatic events of the 1991 eruption of Mt Pinatubo, Philippines, *Bulletin of Volcanology*, 60, 355-380.
- X Heap, M. J., Farquharson, J. I., Baud, P., Lavallée, Y. and Reuschlé, T. (2015a)**, Fracture and compaction of andésite in a volcanic edifice, *Bulletin of Volcanology*, 77, 55, doi: 10.1007/s00445-015-0938-7.
- X Heap, M. J., Farquharson, J. I., Wadsworth, F. B., Kolzenburg, S. and Russell, J. K. (2015b)**, Timescales for permeability reduction and strength recovery in densifying magma, *Earth and Planetary Science Letters*, 429, 223-233.
- X Heap, M. J., Violay, M., Wadsworth, F. B. and Vasseur, J. (2017)**, From rock to magma and back again: The evolution of temperature and deformation mechanism in conduit margin zones, *Earth and Planetary Science Letters*, 463, 92-100.
- X Hess, K. U. and Dingwell, D. B. (1996)**, Viscosities of hydrous leucogranitic melts; a non-Arrhenian model, *American Mineralogist*, 81, 9-10, 1297-1300.
- X Hess, K. U., Dingwell, D. B. and Rossler, E. (1996)**, Parametrization of viscosity-temperature relations of aluminosilicate melts, *Chemical Geology*, 128, 1-4, 155-163.
- X Hess, K. U., Dingwell, D. B., Gennaro, C. and Mincione, V. (2001)**, Viscosity-temperature behavior of dry melts in the Qz-Ab-Or system, *Chemical Geology*, 174, 133-142.
- X Higgins, M. D. (2006)**, Quantitative textural measurements in igneous and metamorphic petrology, *Cambridge university press*.
- X Hinch, E.J. and Acrivos, A. (1980)**, Long slender drops in a simple shear flow, *Journal of Fluid Mechanics*, 98, 305– 328.
- X Holtz, F., Behrens, H., Dingwell, D. B., and Taylor, R. P. (1992)**, Water solubility in aluminosilicate melts of haplogranite composition at 2 kbar, *Chemical Geology* 96, 289–302.
- X Horwell, C. J., Williamson, B. J., Llewellyn, E. W., Damby, D. E. and Le Blond, J. S. (2013)**, The nature and formation of cristobalite at the Soufrière Hills volcano, Montserrat: implications for the petrology and stability of silicic lava domes, *Bulletin of Volcanology*, 75, 696, doi:10.1007/s00445-013-0696-3.

**X Houghton, B.F., Gonnermann, H.M. (2008)**, Basaltic explosive volcanism: constraints from deposits and models, *Chemie der Erde*, 68, 117–140.

**X Huijsmans, J. P. P. & Barton, M. (1989)**, Polybaric geochemical evolution of two shield volcanoes from Santorini, Aegean Sea, Greece: evidence for zoned magma chambers from cyclic compositional variations, *Journal of Petrology*, 30, 583–625.

**X Huppert, H. E., Shepherd, J. B. and Sparks, R. S. J. (1982)**, On lava dome growth, with application to the 1979 lava extrusion of the Soufrière of St. Vincent, *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 14, 199-222.

**X Hurwitz, S., and Navon, O. (1994)**, Bubble nucleation in rhyolitic melts: experiments at high pressure, temperature, and water content. *Earth Planetary Science Letters*, 122, 3-4, 267-280.

## I

**X Iacono Marziano, G., Gaillard, F. and Pichavant, M. (2008)**, Limestone assimilation by basaltic magmas: an experimental re-assessment and application to Italian volcanoes, *Contribution to Mineralogy and Petrology*, 155, 719–738, doi.org/10.1007/s00410-007-0267-8

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

**X Irsing, G. (1949)**, On the magnetic properties of varved clay, *Arkiv för Matematik, Astronomi och Fysik*, 29A: 1-3.

## J

**X Jaupart, C., and Allegre, C. J. (1991)**, Gas content, eruption rate and instabilities of eruption regime in silicic volcanos, *Earth and Planetary Science Letters*, 102, 3-4, 413-429, doi:10.1016/0012-821x(91)90032-d.

## K

**X Karsten J.L., Holloway J.R., and Delaney J.R. (1982)**, Ion microprobe studies of water in silicate melts: temperature-dependent water diffusion in obsidian. *Earth Planetary Science Letters* 59, 420–428.



- X Kendrick, J. E., Lavallée, Y., Hess, K. U., Heap, M. J., Gaunt, H. E., Meredith, P. G. and Dingwell, D. B. (2013)**, Tracking the permeable porous network during strain-dependent magmatic flow, *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 260, 117-126.
- X Kennedy, L. A., Russell, J. K. and Nelles, E. (2009)**, Origins of Mount St. Helens cataclasites: experimental insights, *American Mineralogist*, 94, 995-1004.
- X Khan, M.A. (1962)**, The anisotropy of magnetic susceptibility of some igneous and metamorphic rocks, *Journal of Geophysical Research*, 67, 2873-2885.
- X Knoche, R., Dingwell, D. B. and Webb, S. L. (1995)**, Melt densities for leucogranites and granitic pegmatites: Partial molar volumes for SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O, Li<sub>2</sub>O, Rb<sub>2</sub>O, Cs<sub>2</sub>O, MgO, CaO, SrO, BaO, B<sub>2</sub>O, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, F<sub>2</sub>O-1, TiO<sub>2</sub>, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> and WO<sub>3</sub>, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 59, 22, 4645-4652.
- X Kolzenburg, S., Heap, M. J., Lavallée, Y., Russell, J. K., Meredith, P. G. and Dingwell, D. B. (2012)**, Strength and permeability recovery of tuffisite-bearing andesite, *Solid Earth*, 3, 191-198, doi:10.5194/se-3-191-2012.
- X Kushnir, A. R. (2016)**, L. Permeability development and evolution in volcanic system: insights from nature and laboratory experiments, *Thèse*, pp 148, Université d'Orléans, Orléans, France.
- X Kushnir, A. R. L., Martel, C., Champallier, R. and Arbaret, L. (2017)**, In situ confirmation of permeability development in shearing bubble-bearing melts and implications for volcanic outgassing, *Earth and Planetary Science Letters*, 458, 315-326.

## L

- X Lacroix, A. (1904)**, *La Montagne Pelée et ses Eruptions*, Masson et Cie, Paris.
- X Lapham K.E., Holloway J.R., Delaney J.R. (1984)**, Diffusion of H<sub>2</sub>O and D<sub>2</sub>O in obsidian at elevated temperatures and pressures, *Journal of Non-Crystalline Solids* 67, 179–191.
- X Laumonier, M., Arbaret, L., Burgisser, A. and Champallier, R. (2011)**, Porosity redistribution enhanced by strain localization in crystal-rich magmas, *Geology*, 39, 8, 715-718, doi:10.1130/g31803.1.
- X Launeau, P., Cruden, a. R. and bouchez, J. L. (1990)**, Shape preferred orientation of object populations ; automatic analysis of digitized images, *Tectonophysics*, 180, 201-11.
- X Launeau, P. and Robin, P. Y. (1996)**, Fabric analysis using the intercept method, *Tectonophysics*, 267, 91-119.

- X Launeau, P. and Cruden, A. R. (1998)**, Magmatic fabric mechanisms in a syenite: results of a combined anisotropy of magnetic susceptibility and image analysis study, *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 103, 5067-5089.
- X Launeau, P. (2004)**, Mise en évidence des écoulements magmatiques par analyse d'images 2-D des distributions 3-D d'Orientations Préférentielles de Formes, *Bulletin de la société Géologique de France*, 175, 331-350.
- X Lavallée, Y., Benson, P. M., Heap, M.J., Hess, K. A., Flaws, A., Schillinger, B., Meredith, P. G. and Dingwell, D. B. (2013)**, Reconstructing magma failure and the degassing network of dome-building eruptions, *Geology*, 41, 4, 515-518.
- X Lejeune, A. M. (1994)**, Rhéologie des magmas: influence des cristaux et des bulles en suspension, *Thèse*, pp.216, Université de Paris VII, Paris, France.
- X Lejeune, A. M. and Richet, P. (1995)**, Rheology of crystal-bearing silicate melts: An experimental study at high viscosities, *Journal of Geophysical Research*, 100, 4215-4229.
- X Lejeune, A. M., Bottinga, Y., Trull, T. W. and Richet, P. (1999)**, Rheology of bubble-bearing magmas, *Earth and Planetary Science Letters*, 166, 1-2, 71-84.
- X Levesque, S. (1999)**, Rhéologie de silicates fondus et de laves partiellement cristallisés, *Physique des géomatériaux*, p.157, Marne-la-Vallée, Institut de Physique du Globe de Paris.
- X Lin, T. J. and Lin, G. M. (2009)**, Mechanisms of in-line coalescence of two-unequal bubbles in a non-Newtonian fluid, *Chemical Engineering Journal*, 155, 750-756.
- X Lindoo, A., Larsen, J.F., Cashman, K.V., Dunn, A.L., and Neill, O.K. (2016)**, An experimental study of permeability development as a function of crystal-free melt viscosity: *Earth and Planetary Science Letters*, 435, 45–54, doi:10.1016/j .epsl.2015.11.035.
- X Lindoo, A., Larsen, J.F., Cashman, K.V., and Oppenheimer, J. (2017)**, Crystal controls on permeability development and degassing in basaltic andesite magma, *The Geological society of America*, 45, 9, 831-834, doi:10.1130/G39157.1.
- X Llewellyn, E.W., Mader, H.M. and Wilson, S.D.R. (2002a)**, The rheology of a bubbly liquid, *Proceedings of the Royal Society A*, 458, 987–1016, <http://dx.doi.org/10.1098/rspa.2001.0924>.
- X Llewellyn, E.W., Mader, H.M. and Wilson, S.D.R. (2002b)**, The constitutive equation and flow dynamics of bubbly magmas, *Geophysical Research Letters*, 29, 24, 2170.
- X Llewellyn, E. W and Manga, M. (2005)**, Bubble suspension rheology and implications for conduit flow, *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 143, 1-3, 205-217.

## M

- X Mackenzie, J.K. (1950)**, Elastic constants of solid containing spherical holes, *Proceedings of the Royal Society B* 63, 2–11.
- X Mader, H.M., Llewellyn, E.W. and Mueller, S.P (2013)**, The rheology of two-phase magmas: A review and analysis, *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 257, 135-158, <http://dx.doi.org/10.1016/j.jvolgeores.2013.02.014>.
- X Manga, M., Castro, J., Cashman, K. and Loewenberg, M. (1998)**, Rheology of bubble-bearing magmas, *Journal of Volcanology and Geothermal research*, 87, 15-28.
- X Manga, M. and Sisson, T. (2000)**, Delayed, disequilibrium degassing in rhyolite magma: decompression experiments and implications for explosive volcanism, *Earth and Planetary Science Letters*, 183, 441-455.
- X Manga, M. and Loewenberg, M. (2001)**, Viscosity of magmas containing highly deformable bubbles, *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 105, 19–24.
- X March, A. (1932)**, Mathematische Theorie der Regelung nach der Korngestalt bei affiner Deformation, *Zeitschrift für Kristallographie*, 81, 258-297.
- X Martel, C., Dingwell, D.B., Spieler, O., Pichavant, M. and Wilke, M. (2000)**, Fragmentation of foamed silicic melts: an experimental study, *Earth and Planetary Science Letters*, 178, 47-58.
- X Martel, C., Dingwell, D.B., Spieler, O., Pichavant, M. and Wilke, M. (2001)**, Experimental fragmentation of crystal- and vesicle-bearing silicic melts, *Bulletin of Volcanology*, 63, 398-405, doi:10.1007/s004450100157.
- X Martel, C. and Poussineau, S. (2007)**, Diversity of eruptive styles inferred from the microlites of Mt Pelée andesite (Martinique, Lesser Antilles), *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 166, 233-254.
- X Martel, C. and Iacono-Marziano, G. (2015)**, Timescales of bubble coalescence, outgassing, and foam collapse in decompressed rhyolitic melts, *Earth and Planetary Science Letters*, 412, 173-185.
- X Mourtada-Bonnefoi, C. C. and Laporte, D. (1999)**, Experimental study of homogeneous bubble nucleation in rhyolitic magmas, *Geophysical Research Letters*, 26, 23, 3505-3508.

- X Mourtada-Bonnefoi, C. C. and Laporte, D. (2002)**, Homogeneous bubble nucleation in rhyolite magmas : An experimental study of the effect of H<sub>2</sub>O and CO<sub>2</sub>, *Journal of Geophysical Research*, 107, B4, 2066, doi: 10.1029/2001JB000290
- X Moore, G., Vennemann, T. and Carmichael, I. S. E. (1998)**, An empirical model for the solubility of H<sub>2</sub>O in magmas to 3 kilobar, *American Mineralogist*, 83, 36-42.
- X Mueller, S., Llewelin, E. W. and Mader, H. M. (2010)**, The rheology of suspensions of solid particles, *Proceedings of the Royal Society*, 466, 1201-1228.

## N

- X Navarro-Ochoa, C. (2002)**, Movement and emplacement of lava flows at Volcan de Colima, México: November 1998-February 1999, in *Abstracts of the 8th International Meeting of Colima Volcano*, p. 103.
- X Newman, S., and Lowenstern, J. B. (2002)**, VOLATILECALC: a silicate melt-H<sub>2</sub>O-CO<sub>2</sub> solution model written in Visual Basic for excel, *Computers and Geosciences*, 28, 597-604.
- X Noguchi, S., Toramaru, A. and Nakada, S. (2008)**, Relation between microlite textures and discharge rate during the 1991–1995 eruptions at Unzen, Japan, *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 175, 141–155.
- X Nowak, M., and Behrens, H. (1997)**, An experimental investigation on diffusion of water in haplogranitic melts, *Contribution to Mineralogy and Petrology*, 126, 365-376.

## O

- X Okumura, S., Nakamura, M., Tsuchiyama, A., (2006)**, Shear-induced bubble coalescence in rhyolitic melts with low vesicularity, *Geophysical Research Letters*, 33, L20316, doi: 10.1029/2006GL027347.
- X Okumura, S., Nakamura, M., Tsuchiyama, A., Nakano, T. and Uesugi, K. (2008)**, Evolution of bubble microstructure in sheared rhyolite: Formation of a channel-like bubble network, *Journal of Geophysical Research-Solid Earth*, 113, B7, doi:10.1029/2007jb005362.
- X Okumura, S., Nakamura, M., Takeuchi, S., Tsuchiyama, A., Nakano, T., Uesugi, K. (2009)**, Magma deformation may induce non-explosive volcanism via degassing through bubble networks, *Earth and Planetary Science Letters*, 281, 267–274
- X Okumura, S., Nakamura, M., Nakano, T., Uesugi, K. and Tsuchiyama, A. (2010)**, Shear deformation experiments on vesicular rhyolite: Implications for brittle fracturing, degassing,

and compaction of magmas in volcanic conduits, *Journal of Geophysical Research*, 115, B06201, doi:10.1029/2009JB006904.

**X Okumura, S., Nakamura, M., Nakano, T., Uesugi, K. and Tsuchiyama, A. (2012)**, Experimental constraints on permeable gas transport in crystalline silicic magmas, *Contribution to Mineralogy and Petrology*, 164, 493-504.

**X Okumura, S., Kushnir, A. R. L., Martel, C., Champallier, R., Thibault, Q. and Takeuchi, S. (2016)**, Rheology of crystal-bearing natural magmas: Torsional deformation experiments at 800°C and 100 MPa, *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 328, 237-246, <https://doi.org/10.1016/j.jvolgeores.2016.11.009>.

## P

**X Parmigiani, A., Degruyter, W., Leclaire, S., Huber, C. and Bachmann, O. (2017)**, The mechanics of shallow magma reservoir outgassing, *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, 18, 2887–2905, doi:10.1002/2017GC006912.

**X Paterson, M.S. and Olgaard, D. L. (2000)**, Rock deformation tests to large shear strains in torsion, *Journal of Structural Geology*, 22, 1341-1358.

**X Paterson, S. R., Fowler Jr, T. K., Schmidt, K. L., Yoshinobu, A. S., Yuan, E. S. and Miller, R. B. (1998)**, Interpreting magmatic fabric patterns in plutons, *Lithos*, 44, 53-82.

**X Petford, N. and Koenders, M. A. (2001)**, Consolidation phenomena in sheared granitic magma: effects of grain size and tortuosity, *Physics and Chemistry of the Earth, Part A: solid Earth and Geodesy*, 26, 4-5, 281-286.

**X Petford, N. (2003)**, Rheology of granitic magmas during ascent and emplacement, *Annual Review of Earth and Planetary Science*, 31, 399-427.

**X Philpotts, A. R. (1989)**, *Petrology of Igneous Metamorphic Rocks*, University of Michigan

**X Picard, D., Arbaret, L., Pichavant, M., Champallier, R., Launeau, P. (2011)**, Rheology and microstructure of experimentally deformed plagioclase suspensions, *Geology*, 39, 8, 747–750.

**X Picard, D., Arbaret L., Pichavant M., Champallier R., and Launeau, P. (2013)**, « The Rheological Transition in Plagioclase-Bearing Magmas: RHEOLOGICAL TRANSITION IN MAGMAS ». *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 118, 4, 1363-77, <https://doi.org/10.1002/jgrb.50091>.

- X Pieri, M., Burlini, L., Kunze, K., Stretton, I. and Olgaard, D. L. (2001)**, Rheological and microstructural evolution of Carrara marble with high shear strain: results from high temperature torsion experiments, *Journal of Structural Geology*, 23, 1393-1413.
- X Pistone, M., Caricchi, L., Ulmer, P., Burlini, L., Ardia, P., Reusser, E., Marone, F. and Arbaret, L. (2012)**, Deformation experiments of bubble and crystal-bearing magmas: Rheological and microstructural analysis, *Journal of Geophysical Research*, 117, B05208, doi:10.1029/2011JB008986.
- X Pleše, P., Higgins, M.D., Baker, D.R., Kudrna Prašek, M. (2019)**, Nucleation and growth of bubbles on plagioclase crystals during experimental decompression degassing of andésitic melts, *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 388, 106679, <https://doi.org/10.1016/j.jvolgeores.2019.106679> .
- X Polacci, M., Cashman, K. V. and Kauahikaua, J. P. (1999)**, Textural characterization of the pāhoehoe- 'a'ā transtion in Hawaiian basalt, *Bulletin of Volcanology*, 60, 595-609.
- X Popa, R.G., Bachmann, O. and Huber, C. (2021)**, Explosive or effusive style of volcanic eruption determined by magma storage conditions, *Nature geoscience*, 14, 781-786, <https://doi.org/10.1038/s41561-021-00827>.

## R

- X Rabillard, A. (2017)**, Interactions magmas-détachements: Du terrain (Mer Agée, Grèce) à l'expérimentation, *Thèse*, pp342, Université d'Orléans, Orléans, France.
- X Richet, P., Lejeune, A. M., Holtz, F. and Roux, J. (1996)**, Water and the viscosity of andesite melts, *Chemical Geology*, 128, 185-197.
- X Richet, P., Whittington, A., Holtz, F., Behrens, H., Ohlhorst, S. and Wilke, M. (2000)**, Water and the density of silicate glasses, *Contribution to Mineralogy and Petrology*, 138, 337-347.
- X Roscoe, R. (1952)**, The viscosity of suspensions of rigid spheres, *British Journal of Applied Physics*, 3, 267-269.
- X Rosenberg, C. L. and Handy, R. (2005)**, Experimental deformation of partially melted granite revisited: Implication for the continental crust, *Journal of Metamorphic Geology*, 23, 19-28.
- X Rust, A.C. and Manga, M. (2002a)**, Effect of bubble deformation on the viscosity of dilute suspensions, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 104, 53-63.

**X Rust, A. C. and Cashman, K. V. (2004)**, Permeability of vesicular silicic magma: inertial and hysteresis effects, *Earth and Planetary Science Letters*, 228, 93-107, doi: 10.1016/j.epsl.2004.09.025.

## S

**X Saar, M. O., and Manga, M. (1999)**, Permeability-porosity relationship in vesicular basalts, *Geophysical Research Letters*, 26, 111-114.

**X Saar, M. O., Manga, M., Cashman, K. V. and Fremouw, S. (2001)**, Numerical models of the onset of yield strength in crystal-melt suspensions, *Earth and Planetary Science Letters*, 187, 367-379.

**X Scarfe, C. M., Mysen, B. O. and Virgo, D. (1987)**, Pressure dependence of the viscosity of silicate melts, In Mysen, B. O., Ed. *Magmatic Processes: Physicochemical principals*, Geochemical Society, Special Publications, 1, 59-67.

**X Schaubert, J., Wadsworth, F. B., Kennedy, B. M., von Aulock, F. W., Lavallée, Y., Damby, D. E., Vasseur, J., Scheu, B. and Dingwell, D.B. (2016)**, Conduit margin heating and deformation during the AD 1886 basaltic Plinian eruption at Tarawera volcano, New Zealand, *Bulletin of Volcanology*, 78, 2, <http://dx.doi.org/10.1007/s00445-016-1006-7>.

**X Schipper, C. I., Castro, J. M., Tuffen, H., Wadsworth, F. B., Chappell, D., Pantoja, A. E., Simpson, M. P. and Le Ru, E. C. (2015)**, Cristobalite in the 2011-2012 Cordón eruption (Chile), *Bulletin of Volcanology*, 77, 34, doi:10.1007/s00445-015-0925-z

**X Schulze, F., Behrens, H., Holtz, F., Roux, J. and Johannes, W. (1996)**, The influence of H<sub>2</sub>O on the viscosity of a haplogranitic melt, *American Mineralogist*, 81, 9-10, 1155-1165, <https://doi.org/10.2138/am-1996-9-1014>.

**X Sen, K. and Mamtani, M. A. (2006)**, Magnetic fabric, shape preferred orientation and regional strain in granitic rocks, *Journal of Structural Geology*, 28, 1870-1882.

**X Silver, L. A., Ihinger, P. D. and Stolper, E. (1990)**, The influence of bulk composition of the speciation of water in silicate glasses, *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 104, 142–162.

**X Smith, J. V., Miyake, Y. and Oikawa, T. (2001)**, Interpretation of porosity in dacite lava domes as ductile-brittle failure textures, *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 112, 25-35.



- X Smith, J. V. (2002)**, Structural analysis of flow-related textures in lavas, *Earth-Science Reviews*, 57, 279-297.
- X Shaw HR. (1974)**, Diffusion of H<sub>2</sub>O in granitic liquids. I. Experimental data. II. Mass transfer in magma chambers, In *Hofmann, A. W., Gilletti, B. J., Yoder, H. S. Jr., Yund, R. A., eds. Geochemical transport and kinetics*, Carnegie Inst Washington Publ 634, 139–170.
- X Shields, J. K., Mader, H. M., Pistone, M., Caricchi, L., Floess, D. and Putlitz, B. (2014)**, Strain-induced outgassing of three-phase magmas during simple shear, *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 119, 6936-6957, doi: 10.1002/2014JB011111.
- X Sparks, R. S. J. (1978)**, the dynamics of bubble formation and growth in magmas: A review and analysis, *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 3, 1-37.
- X Sparks, R. S. J. (1997)**, Causes and consequences of pressurisation in lava dome eruptions, *Earth and Planetary Science Letters*, 150, 177–189.
- X Sparks, R. S. J. (2003)**, Dynamics of magma degassing, In *Volcanic Degassing, Geological Society, London, Special Publications*, 213, 5-22, doi:10.1144/gsl.sp.2003.213.01.02.
- X Spera, F.J. and Stein, D.J. (2000)**, Comment on ‘Rheology of bubble-bearing magmas’ by Lejeune et al, *Earth Planetary Science Letter*, 175, 327-331.
- X Stasiuk, M. V., Barclay, J., Carroll, M. R., Jaupart, C., Ratte, J. C., Sparks, R. S. J. and Tait, S. R. (1996)**, Degassing during magma ascent in the Mule Creek vent (USA), *Bulletin of Volcanology*, 58, 2-3, 117-130, doi: 10.1007/s004450050130.
- X Stein, D. J. and Spera, F. J. (1992)**, Rheology and microstructure of magmatic emulsions: theory and experiments, *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 49, 1-2, 157-174.
- X Stein, D.J. and Spera, F.J. (2002)**, Shear viscosity of rhyolite-vapor emulsions at magmatic temperatures by concentric cylinder rheometry, *Journal of Volcanology and Geothermal Research* 113, 243–258.
- X Stickel, J. J. and Powell, R. L. (2005)**, Fluid mechanics and rheology of dense suspensions, *Annual review of Fluid Mechanics*, 37, 129-149.
- X Surono, M., et al. (2012)**, The 2010 explosive eruption of Java’s Merapi volcano- a « 100-years » event, *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 241-242, 121-135, doi:10.1016/j.jvolgeores.2012.06.018>.
- X Swanson, D. A., Dzurisin, D., Holcomb, R. T., Iwatsubo, E. Y., Chadwick Jr, W. W., Casadevall, T. J., Ewert, J. W. and Heliker, C. C. (1987)**, Growth of the lava dome at St Helens,

Washington, (USA), 1981-1983, in *The Emplacement of Silicic Somes and Lava Flows*, edited by Fink, J. H., *Geological Society of America, Special Papers*, 2012, 1-16.

## T

- X Takeuchi, S., Nakashima, S., Tomiya, A. and Shinohara, H. (2005)**, Experimental constraints on the low gas permeability of vesicular magma during decompression, *Geophysical Research Letters*, 32 (L10312).
- X Takeuchi, S., Nakashima, S., and Tomiya, A. (2008)**, Permeability measurements of natural and experimental volcanic materials with a simple permeameter: toward an understanding of magmatic degassing processes. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 177, 329–339.
- X Takeuchi, S., Tomiya, A., and Shinohara, H. (2009)**, Degassing conditions for permeable silicic magmas: Implications from decompression experiments with constant rates, *Earth and Planetary Science Letters*, 283, 101-130.
- X Taran, Y. A., Bernard, A., Gavilanes, J. C., Lunzheva, E., Cortés, A. and Armienta, M. A. (2001)**, Chemistry and mineralogy of high-temperature gas dis-charges from Colima volcano, Mexico. Implications for magmatic gas-atmosphere interaction, *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 108, 245-264.
- X Taylor, G.I. (1932)**, The viscosity of a fluid containing small drops of another fluid, *Proceedings of the Royal Society A*, 138, 41–48.
- X Taylor, G.I. (1934)**, The formation of emulsions in definable fields of flow, *Proceedings of the Royal Society A*, 146, 501–523.
- X Terzaghi, K. (1945)**, Stress sonditions for failure of saturated concrete and rock, *Proceedings-American Society for Testing Materials*, 45, 777-792.
- X Truby, J. M., Mueller, S. P., Llewelin, E. W. and Mader, H. M. (2017)**, The rheology of three-phase suspensions at low bubble capillary number, *Proceedings of the royal society A*, 471. 20140557, <http://dx.doi.org/10.1098/rspa.2014.0557>.
- X Tuffen, H., Dingwell, D. B. and Pinkerton, H. (2003)**, Repeated fracture and healing of silicic magma generate flow banding and earthquakes? *Geology*, 31, 12, 1089-1092, doi: 10.1130/g19777.1.

**X Tuffen, H. and Dingwell, D.B. (2005)**, Fault textures in volcanic conduits: evidence for seismic trigger mechanisms during silicic eruptions, *Bulletin of Volcanology*, 37, 370-387, doi: 10.1007/s00445-004-0383-5.

**X Tuttle, O. F., and Bowen, N. L. (1958)**, Origin of granite in the light of experimental studies in the system NaAlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>-KAlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>-SiO<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>O, *Geological Society of America Memoir*, 74, 1-154.

## V

**X Van der Molen, I. and Pateron, M. S. (1979)**, Experimental deformation of partially-melted granite, *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 70, 299-318.

**X Vespa, M., Keller, J. and Gertisser, R. (2006)**, Interplinian explosive activity of Santorini volcano (Greece) during the past 150,000 years, *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 153, 262-286.

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

## W

**X Watson, E.B. (1994)**, Diffusion of water in silicate melts, *The Journal of Geology*, 96, 363-367.

**X Watts, R. B., Herd, R. A., Sparks, R. S. J. and Young, S. R. (2002)**, Growth patterns and emplacement of the an-desite lava dome at Soufrière Hills Volcano, Montserrat, in *The Eruption of Soufrière Hills Volcano, Montserrat from 1995 to 1999*, edited by Druitt, T. H. and Kokelaar, B. P., *Geological Society Memoirs*, 21, 115-152.

**X Westrich, H. R., and Eichelberger, J. C. (1994)**, Gas-transport and bubble collapse in rhyolitic magma – an experimental approach, *Bulletin of Volcanology*, 56, 6-7, 447-458, doi:10.1007/bf00302826.

**X Wolfe, E. W., and Hoblitt, R.P. (1996)**, Overview of the eruptions, in *Fire and mud : Eruptions and Lahars of Mount Pinatubo, Philippines*, edited by C. G. Newhall and R. S. Punongbayan, University of Washington Press, Seattle and London.

**X Wong, T. F. and Baud, P. (2012)**, The brittle-ductile transition in rocks: a review, *Journal of Structural Geology*, 44, 25-53.

**X Woods, A. W., and Koyaguchi, T. (1994)**, Transitions between explosive and effusive eruptions of silicic magmas, *Nature*, 370, 6491, 641-644, doi:10.1038/370641a0.

## Y

**X Yamashita, S. (1999)**, Experimental study of the effect of temperature on water solubility in natural rhyolite melt to 100 Mpa, *Journal of Petrology*, 40, 1497–1507.

**X Yokoyama, I. (2004)**, Formation processes of the 1909 Tarumi dome and the 1944 Usu dome in Hokkaido, Japan, *Annals of Geophysics*, 47, 6, 1811-1825.

**X Yokoyama, I. (2005)**, Growth rates of lava domes with respect to viscosity of magmas, *Annals of Geophysics*, 48, 6, 957-971.

## Z

**X Zhang, Y. and Stolper, E.M. (1991)**, Water diffusion in a basaltic melt, *Nature*, 351, 306–309.

**X Zhang, Y. and Behrens, H. (2000)**, H<sub>2</sub>O diffusion in rhyolitic melts and glasses, *Chemical Geology*, 169, 243-262.

## Références Bibliographiques

# Liste des Figures

## Introduction

Figure 1 : Illustration synthétique d'une transition effusive-explosive d'un volcan de magma siliceux (thèse Kushnir, 2016). Le côté gauche de la figure représente une éruption dite effusive. Ce type de dynamisme se produit lorsque le magma a eu assez de temps pour perdre une grande partie de son gaz lors de son ascension (Eichelberger et al., 1986). Ce gaz peut s'échapper par des zones fracturées ou au niveau d'un dôme perméable. Le côté droit représente une éruption explosive, caractérisée par un magma riche en gaz. L'ascension du magma est trop rapide pour permettre au gaz de s'échapper, ce qui entraîne la fragmentation de ce dernier. Ce type de dynamisme peut être très violent, produisant des panaches de cendre ou encore des coulées pyroclastiques pouvant causer des dégâts importants. .... 2

## Chapitre 1: Problématique

Figure 2 : Evolution de la solubilité de l'eau en fonction de la pression pour une composition a) rhyolitique à 800°C et b) basaltique à 1200°C (Newmann and Lowenstern, 2002). Comparaison du modèle Volatilcalc et du modèle de Moore et al., 1998. .... 6

Figure 3 : Graphique montrant la relation perméabilité-porosité pour une distribution monodispersée et polydispersée de bulles de tailles différentes, suggérant un seuil de percolation aux alentours de 30% (Blower et al., 2001). Avec en abscisse le pourcentage de porosité et en ordonnée la perméabilité (k) normalisée au carré du rayon moyen des bulles des échantillons. .... 9

Figure 4 : Graphique montrant la porosité en fonction de la perméabilité pour les expériences de DeGraffenried et al., 2019) en comparaison avec des résultats précédents (ligne 3 : Takeuchi et al., 2008 ; ligne 1 : Lindoo et al., 2016 ; ligne 2 : Lindoo et al., 2017) et des produits naturels. Le seuil de percolation détecté par DeGraffenried et al., 2019 est de 55 vol% et indiqué par une flèche. Cette figure met en avant la diminution du seuil de percolation avec la teneur en cristaux puisque les échantillons des produits naturels contenant des cristaux (MPP : Mt Pelee Pumice ; MPD : Mt Pelee Lava Dome ; SHV : Soufriere Hills Volcano ; SP : Silicic Plinian Pumice et UBB : Unzen breadcrust bombs) présentent un seuil de percolation inférieur à 55 vol%. .... 10

Figure 5 : Rhéogramme général (contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement) des différents comportements rhéologiques d'un fluide incompressible en régime laminaire et permanent. .... 17

Figure 6 : Graphique de synthèse de l'évolution rhéologique des magmas au cours de la cristallisation en fonction de la viscosité (Arbaret, 1995, d'après Fernandez, 1984 ; Hallot, 1993 et Lejeune, 1994) ..... 18

Figure 7 : Graphique montre le logarithme de la viscosité relative en fonction de la fraction cristalline (Pistone et al., 2012). Ce graphique met en évidence l'évolution rhéologique des suspensions triphasées, avec un comportement « shear thickening » pour les faibles fractions cristallines ( $\phi=0.24$ ), un comportement « shear thinning » pour les fortes fractions cristallines ( $\phi=0.55-0.65$ ) et les deux comportements pour les fractions intermédiaires ( $\phi=0.44$ ). .... 24

Figure 8 : Image 2D MEB (8-bit et binaire) d'échantillons expérimentaux d'Okumura et al., 2008, montrant l'évolution de la coalescence des bulles en fonction de la vitesse de déformation pour a) 0.5, b) 2.5, c) 5 rotations à 0.3 rpm (rotation per minute) et d) 0.75, e) 2.5, f) 5, g) 10 rotations à 0.5 rpm. Ces images mettent en évidence une déformation plus large en périphérie qu'au cœur des échantillons. L'augmentation de la déformation favorise une plus grande coalescence de bulle. .... 27

## Liste des Figures

Figure 9 : Illustration montrant l'évolution possible de la rhéologie du magma pendant l'ascension au niveau des parois du conduit et le dégazage du magma induit par la contrainte (Caricchi et al., 2011). A) Lorsque la contrainte appliquée pendant l'ascension du magma est insuffisante, il n'y a pas d'ouverture de fractures. B) Lorsque l'on augmente cette contrainte le long des parois du conduit, les bulles peuvent coalescer et permettre le développement d'un réseau perméable. C) Lorsque la contrainte est suffisamment forte cela peut générer l'ouverture de fractures le long des bords du conduit et permettre un dégazage. .... 29

Figure 10 : Illustration issue des expériences en déformation de Kushnir et al., 2017. a) Graphique montrant le temps de percolation du gaz en fonction du changement de pression fluide enregistré en aval de l'échantillon. b) Schéma montrant le développement de la perméabilité par fracturation au niveau des parois du conduit. .... 30

Figure 11 : Images MEB issues des expériences en déformation de Laumonier et al., 2011 montrant la fabrique cristalline pour quatre taux de déformations locales. Les roses diagrammes mettent en évidence l'orientation préférentielle des bulles de gaz. Ces images montrent la mise en place de bandes de cisaillement avec l'augmentation de la déformation, entraînant une réduction de la taille et une orientation préférentielle des cristaux. Ce réarrangement de la structure cristalline permet la création de voies dans lesquelles les bulles se placent et coalescent, formant ainsi des chenaux de dégazage. .... 32

## **Chapitre 2: Matériau de départ et stratégie expérimentale**

Figure 12: Images MEB en électrons secondaires des cristaux de labradorite à différents grossissements a) Mag : 39 x et b) Mag : 140 x..... 38

Figure 13 Dissolution des cristaux de Feldspaths du Puy de Dôme à 4 kbars et a) à 950°C pour Hyd05 et de labradorites b) à 750°C pour Hyd08..... 42

Figure 14 :Tests en Autoclave à 1000 bars et 750°C avec a) Cp1 (sans cristaux), b) Cp2 (21% de cristaux), c) Cp3 et d) Cp4 (34 % de cristaux)..... 44

Figure 15 :Tests en Autoclave à 500 bars et 850°C avec a) Cp8b en bloc (sans cristaux) et b) Cp8px en poudre (21% de cristaux)..... 45

Figure 16 :Tests en Autoclave d'hydratation et de bullage en 1 expérience avec  $\Delta P_{Nucl}$  de a) 3000 bars à 750°C pour Cp10 et de b) 3500 bars à 850°C pour Cp12 ..... 46

Figure 17 :Tests en Autoclave d'hydratation et de bullage en 2 expériences avec  $\Delta P_{Nucl}$  de 3000 bars à 750°C pour a) Cp5b et de b) Cp5p et de 3500 bars à 850°C pour c) Cp6b et d) Cp6p ..... 48

Figure 18 :Tests réalisés en Presse Paterson avec 21% de cristaux, décomprimé de 3000 à 500 bars à 850°C avec un palier de 45 min puis refroidit à 750° pendant 15 min pour l'échantillon a) Pp2 et pendant 4h pour les échantillons b) Pp3 ; c) Pp4 et d) Pp5..... 50

Figure 19 : Evolution des pourcentages de bulle mesurés par rapport aux pourcentages de bulles calculés avec l'équation de Jaupart et Allègre, 1991 pour l'ensemble des tests expérimentaux..... 52

Figure 20 : Evolution des teneurs en eau finales mesurées par rapport aux teneurs en eau finales calculées par le modèle de solubilité volatilcalc (Newman et Lowenstern, 2002) pour les tests expérimentaux réalisés à 750°/1000 bars et 850°/500 bars..... 53



## Liste des Figures

<i>Figure 21 : Evolution des pourcentages de cristaux mesurés par rapport aux pourcentages de cristaux introduits pour l'ensemble des tests expérimentaux.</i> .....	57
<i>Figure 22 : Capsule d'Or utilisée pour la pré-hydratation d'HPG8</i> .....	58
<i>Figure 23 : Montage de la capsule sur un obturateur permettant son introduction dans le Four Khantal avant insertion dans l'autoclave</i> .....	59
<i>Figure 24 : Fond de la capsule en cuivre et son couvercle qui seront soudés après introduction de l'échantillon.</i>	60
<i>Figure 25 :Colonne Paterson de l'échantillon Pp5, a) assemblage des pièces et b) recouvrement par la jaquette en fer</i> .....	60
<i>Figure 26 : Graphique de l'évolution des conditions de pression et température au cours du temps</i> .....	62
<i>Figure 27 : Colonne-échantillon Pp7 après déformation en torsion à la Presse Paterson</i> .....	63
<i>Figure 28 : Viscosité apparente de suspensions triphasés contenant 20-30% de bulle, établi avec Truby et al., 2017 d'après les solubilité d'H2O définit par Newman et Lowenstern, 2002.</i> .....	65

## **Chapitre 3: Méthodes expérimentales, techniques analytiques et expériences réalisées**

<i>Figure 29 : a) Photographie de l'un des autoclaves à chauffage interne (appelé Gros vert) de l'ISTO Orléans, b) Schéma d'un autoclave à chauffage interne. (Ferraina, 2018)</i> .....	68
<i>Figure 30 :a) photo du panneau de contrôle et de b) l'autoclave (à l'arrière du panneau de contrôle) de la presse Paterson située à l'ISTO</i> .....	68
<i>Figure 31 :Représentation schématique de la colonne d'échantillon (d'après Champallier, 2005)</i> .....	70
<i>Figure 32 : Schéma d'ensemble de la Presse Paterson avec le module de torsion et le volumomètre (d'après Champallier, 2005)</i> .....	72
<i>Figure 33 : Schéma d'un échantillon cylindrique ayant subi une déformation en torsion d'un angle <math>\vartheta</math> (d'après Champallier, 2005)</i> .....	73
<i>Figure 34 : Courbes de calibration de la concentration en Sodium en fonction de la teneur en eau pour les deux séances microsonde réalisées. Ces courbes sont calculées à partir de trois standards HPG8 hydratés à 3.3pds%, 4.4pds% et 5.7pds% d'H2O.</i> .....	76
<i>Figure 35 : Courbes de calibration de la teneur en eau obtenu par FTIR en fonction du total sonde mesurée lors des analyses microsondes. Ces courbes sont calculées à partir de trois standards HPG8 hydratés à 3.3pds%, 4.4pds% et 5.7pds% d'H2O accompagné de leurs écart-type.</i> .....	76

## Liste des Figures

<i>Figure 36 : a) Photo de l'échantillon naturel orienté avec la carotte ASM et b) Photo de la carotte ASM</i> .....	79
<i>Figure 37 : a) Photo des « sucres » découpés dans le plan [XZ] de l'échantillon naturel et b) lame mince dans le plan [XZ]</i> .....	80
<i>Figure 38 : a) Photo des coupes réalisées parallèlement au sens de cisaillement des échantillons expérimentaux et b) Plot MEB avec l'échantillon mis en résine</i> .....	81
<i>Figure 39 : Illustration du seuillage sous GIMP d'une image MEB, afin d'obtenir une image binaire en noir et blanc. A) image MEB brute, B) seuillage des bulles et C) seuillage des cristaux</i> .....	82
<i>Figure 40 : Illustration du prétraitement sous SPO2003 permettant de lisser l'image et de mettre en noir soit A) les bulles, soit B) les cristaux via l'outil inversion</i> .....	83
<i>Figure 41 : Schéma représentant l'analyse de l'orientation préférentielle d'un agrégat (cadre bleu) et d'un grain isolé (cadre rouge) par la méthode du tenseur d'inertie et la méthode des intercepts (Launeau, 2004).</i> .....	84
<i>Figure 42 : Illustration de la méthode des intercepts (Launeau et Robin, 1996), avec une grille d'angle <math>\alpha=90^\circ</math> et <math>\alpha=145^\circ</math>. Les cercles blancs représentent les points d'analyse en dehors de l'objet et les cercles noirs les points d'analyse à l'intérieur de l'objet.</i> .....	85
<i>Figure 43 : Analyse de l'orientation préférentielle pour A) un échantillon non déformé de la série à 0% de cristaux et B) un échantillon déformé à <math>\gamma=1.5</math> de la série à 50% de cristaux avec les méthodes du tenseur d'inertie et des intercepts. La méthode du tenseur d'inertie permet d'obtenir l'ellipse tensorielle (bleu foncé), l'ellipse de même surface que l'objet (bleu clair), le cercle de même surface que l'objet (vert), l'axe long (rouge) et l'axe court (rose). La méthode des intercepts permet d'obtenir une rose de direction (bleu foncé), d'axe long (rouge) et d'axe court (rose).</i> .....	86
<i>Figure 44 : Illustration de la méthode des moments d'inertie, où les bulles ont été individualisées et coloriées par le logiciel SPO2003 suivant leur direction d'orientation. Les directions d'orientation sont indiquées par la rose des couleurs en haut à droite.</i> .....	87
<i>Figure 45 : Illustration d'une correction manuelle d'image. a) prétraitement par SPO2003 et b) correction manuelle sous Adobe Photoshop.</i> .....	87
<i>Figure 46 : Photos Carotte de diamètre 25 mm et 5 mm d'échantillon naturel</i> .....	88
<i>Figure 47 : a) Photo d'un échantillon expérimental avec une flèche indiquant l'emplacement de la carotte et b) Photo d'une carotte de 3 mm réalisée dans un échantillon expérimental pour une analyse 3D au microtomographe à rayons X</i> .....	89
<i>Figure 48 : traitement sous Image J d'un volume 3D (San1-6mm) a) signal et image 2D sans filtre, b) signal et image 2D traitée avec le filtre moyen de taille 4*4*4 pixels et c) signal et image 2D traitée avec le filtre médian de taille 2*2*2 pixels</i> .....	91

## **Chapitre 4: Analyses compositionnelle et texturale 2D des échantillons expérimentaux déformés en torsion**

Figure 49 : Définition des directions d'orientation utilisées dans cette étude. Valeurs comprises entre  $[-90^\circ ; +90^\circ]$  avec  $0^\circ$  parallèle à la direction de cisaillement. .... 95

Figure 50 : Evolution de la teneur en eau moyenne du verre résiduel mesurée par microsonde pour les séries expérimentales à 0, 10 et 50% de cristaux au cours de la déformation. Seul l'échantillon déformé à  $\gamma = 1.8$  a pu être analysé pour la série à 30% de cristaux. Pour chaque point, l'étiquette indique le pourcentage de bulle mesuré et une barre d'erreur est calculé. Les droites rouge et verte correspondent aux seuils de solubilité de l'eau établis par le modèle Volatilcalc (Newman et Lowenstern, 2002) pour  $650^\circ\text{C}/50\text{ MPa}$  et  $750^\circ\text{C}/50\text{ MPa}$ . . 97

Figure 51 : Evolution du pourcentage de bulles mesuré en fonction du pourcentage de bulles calculé avec la teneur en eau finale mesurée par microsonde pour les séries à 0, 10 et 50% de cristaux et l'échantillon déformé à  $\gamma = 1.8$  de la série à 30% de cristaux. Pour chaque point, l'étiquette indique la déformation finie subi par l'échantillon, et pour chaque point une barre d'erreur a pu être calculée. .... 98

Figure 52 : Exemple de traitement d'image MEB sous SPO2003 pour l'échantillon à 0% de cristaux et non déformé. Trois images ont été sélectionnées et analysées séparément afin d'être d'avoir une représentation globale de l'ensemble de l'échantillon. .... 100

Figure 53 : Graphique montrant les pourcentages de bulles obtenus pour les échantillons non déformés (les barres d'erreurs sont présentant dans le tableau 8) en fonction des pourcentages théoriques calculés par l'équation de Jaupart et Allègre (1991). .... 101

Figure 54 : Evolution des pourcentages de bulles pour l'ensemble des séries pendant la déformation. Les barres ne correspondent pas aux barres d'erreur mais représentent les gammes de valeurs obtenues. Les barres d'erreurs de ces valeurs sont présentées dans les tableaux 8 et 9. .... 102

Figure 55 : Répartition hétérogène des bulles A) pour la série à 30% de cristaux et déformée à  $\gamma = 1.8$  et B) pour la série à 50% de cristaux et déformée à  $\gamma = 1.5$ . .... 103

Figure 56 : Distribution de taille des bulles 2D pour les échantillons non déformés de chaque série avec 1) l'ensemble des fréquences de bulles et 2) le zoom des fréquences pour les diamètres supérieurs à  $60\ \mu\text{m}$ . .... 106

Figure 57 : Evolution de la distribution de tailles des bulles (BSD) pour chaque série au cours de la déformation. .... 109

Figure 58 : Répartition de taille des bulles pour les échantillons de A) la série à 30% de cristaux déformés à  $\gamma = 1.8$  et B) de la série à 50% de cristaux déformés à  $\gamma = 1.5$ . .... 110

Figure 59 : Graphique montrant l'évolution de l'excentricité des bulles pendant la déformation. Les barres d'erreur pour les séries à 30 et 50% de cristaux sont beaucoup trop faibles pour être visibles sur le graphique. .... 112

## Liste des Figures

Figure 60 : Evolution de l'angle  $\alpha$  entre l'axe majeur de l'ellipse de déformation et la direction de cisaillement en fonction de la déformation finie  $\gamma$  des séries expérimentales, comparé au modèle théorique de March (1932).  
..... 114

Figure 61 : Evolution de la densité numérique des bulles (BND) pendant la déformation. Les barres ne correspondent pas aux barres d'erreur mais représentent les gammes de valeurs obtenues (minimales et maximales). Les barres d'erreurs de ces valeurs sont indiquées dans le tableau 10..... 115

Figure 62 : Graphique montrant l'évolution des pourcentages de cristaux sur le liquide et leurs barres d'erreurs pour les séries à 10, 30 et 50 vol% pendant la déformation. .... 116

Figure 63 : Distribution de taille des cristaux 2D pour les échantillons non déformés de chaque série. .... 118

Figure 64 : Evolution de la distribution de tailles des cristaux (CSD) pour chaque série tout au long de la déformation. .... 120

Figure 65 : Fragmentation des cristaux pour les séries à 30% et 50% de cristaux pour les échantillons non déformés et déformés à  $\gamma=1.8$  et 1.5. .... 121

Figure 66 : Evolution de l'excentricité des cristaux pendant la déformation. .... 123

Figure 67 : Evolution de l'angle  $\alpha$  des cristaux en fonction de la déformation finie  $\gamma$  des séries expérimentales, comparé à la courbe théorique définie par l'équation différentielle de Fernandez (1984). .... 124

Figure 68 : Evolution de la densité numérique des cristaux (CND) pendant la déformation. Les barres ne correspondent pas aux barres d'erreur mais représentent les gammes de valeurs obtenues (minimales et maximales). Les barres d'erreurs de ces valeurs sont indiquées dans le tableau 12..... 125

## **Chapitre 5: Analyse 3D des échantillons expérimentaux**

Figure 69 :Orientation des carottes de 3mm de diamètre par rapport à l'échantillon Paterson et par rapport au référentiel du micro-tomographe..... 127

Figure 70 : Evolution qualitative de la porosité pour la série à 0% de cristaux ..... 130

Figure 71 : Evolution qualitative de la porosité pour la série à 10% de cristaux ..... 131

Figure 72 : Evolution qualitative de la porosité pour la série à 30% de cristaux ..... 132

Figure 73 : Evolution qualitative de la porosité pour la série à 50% de cristaux ..... 133

Figure 74 : A) Visualisation d'une partie des cristaux en 3D au micro-tomographe. B) Mise en évidence sur les images MEB de l'hétérogénéité de composition de la population de cristaux. .... 134

## Liste des Figures

<i>Figure 75 : Distribution de taille des bulles 3D pour les échantillons non déformés, avec 1) l'histogramme de fréquence et 2) le pourcentage volumique des bulles sur le volume total pour chaque classe de diamètre équivalent.....</i>	<i>136</i>
<i>Figure 76 : Histogrammes de distribution de l'évolution du rapport de forme (moyennes harmoniques) des bulles en 3D pendant la déformation pour les quatre séries expérimentales. ....</i>	<i>138</i>
<i>Figure 77 : Graphique montrant l'évolution de la densité numérique des bulles (BND) 3D pendant la déformation. ....</i>	<i>140</i>
<i>Figure 78 : Evolution de la porosité totale en fonction de la déformation. Les barres ne correspondent pas aux barres d'erreurs mais représentent les gammes de valeurs obtenues. Les barres d'erreurs de ces valeurs sont indiquées dans le tableau 14.....</i>	<i>141</i>
<i>Figure 79 : Evolution de la porosité connectée avec la déformation.....</i>	<i>142</i>
<b><u>Chapitre 6: Discussion des résultats expérimentaux</u></b>	
<i>Figure 80 :Evolution du pourcentage de bulles mesuré, en tenant compte des « poches » pour les échantillons déformés, en fonction du pourcentage de bulles calculé pour les teneurs en eau finale mesurées par microsonde. Pour chaque point, l'étiquette indique le taux de déformation subi par l'échantillon. ....</i>	<i>151</i>
<i>Figure 81 : Comparaison des viscosités apparentes calculées avec Truby et al. (2015) pour les solubilités établies par Newman et Lowenstern (2002) à 50 MPa et 750/650°C et celles calculées avec les teneurs en eau mesurées pour les produits de départ et les échantillons déformés (<math>0.6 &lt; \gamma &lt; 1.8</math>) des 4 séries expérimentales.....</i>	<i>152</i>
<i>Figure 82 : Evolution de la fabrique de bulle pour la série à 0% de cristaux avec la déformation .....</i>	<i>154</i>
<i>Figure 83 : Evolution de la fabrique de bulles en fonction de la teneur en cristaux des échantillons non déformés .....</i>	<i>155</i>
<i>Figure 84 : Déformation des bulles par la structure cristalline pour l'échantillon non déformé à 50% de cristaux .....</i>	<i>155</i>
<i>Figure 85 : Réorganisation spatiale des bulles avec la teneur en cristaux et la déformation. ....</i>	<i>159</i>
<i>Figure 86 : Evolution de la connectivité des bulles en fonction de la teneur en cristaux et du taux de déformation (<math>\gamma</math>) ; code couleur : une couleur par réseau de bulles connectées .....</i>	<i>162</i>
<i>Figure 87 :Evolution du développement de la porosité connectée avec l'extérieur de l'échantillon en fonction de la teneur en cristaux et de la déformation (<math>\gamma</math>). Les pourcentages représentent la porosité connectée par rapport à la porosité totale de chaque échantillon calculé sur un petit volume (646x643x531 voxels) de résolution 1.4 <math>\mu\text{m}</math> par Blob 3D ; code couleur : gris = extérieur de l'échantillon, jaune = verre et cristaux, rouge = bulles non connectées avec l'extérieur et gris = bulles connectées avec l'extérieur.....</i>	<i>165</i>
<i>Figure 88 :Localisation de la porosité connectée au niveau d'une fracture pour l'échantillon de la série à 10 vol% de cristaux et déformé à <math>\gamma=0.6</math>.....</i>	<i>166</i>

## Liste des Figures

Figure 89 : Image MEB de l'échantillon de la série à 50% de cristaux et déformé à  $\gamma = 1.3$  montrant la fragmentation des cristaux au niveau d'une bande de cisaillement..... 168

Figure 90 :Schéma mettant en évidence les processus de dégazage d'un conduit volcanique en fonction du taux de déformation et de la teneur en cristaux. .... 171

Figure 91 : Schéma synthétique de l'évolution du dynamisme éruptif d'une éruption volcanique en fonction du mode de dégazage pour des magmas pauvres et riches en cristaux. A gauche le cas d'un encaissant perméable sans bouchon magmatique et à droite le cas d'un encaissant et/ou bouchon magmatique imperméables aux gaz..... 173

## **Chapitre 8: Etude des Produits naturels: Cas de Santorin (Grèce)**

Figure 92 :(a) Séquence des 12 éruptions explosives majeures de Santorin divisés en 2 cycles (modifié d'après Druitt et al., 1999), avec en blanc les éruptions siliceuses dominantes et en gris les éruptions andésitiques dominantes (Cadoux et al., 2014) ; (b) Carte géologique simplifiée de Santorin (modifié d'après Gertisser et al., 2009) avec les trois sites de prélèvement de cette étude..... 180

Figure 93 : Carte de localisation du dyke échantillonné..... 182

Figure 94 : Carte de localisation des coulées de lave échantillonnées ..... 183

Figure 95 : Carte de localisation du dôme-coulé de Palea Kameni et des échantillons prélevés ..... 184

Figure 96 : Image MEB montrant la porosité générale, la macroporosité et la microporosité moyennes mesurées pour les échantillons du dyke ..... 186

Figure 97 : Image MEB montrant la porosité générale, la macroporosité et la microporosité moyenne mesurées pour les échantillons de la coulée ..... 188

Figure 98 : Schéma d'une structure S/C' ..... 189

Figure 99 : Image MEB montrant la porosité générale, la macroporosité et la microporosité moyenne mesurées pour les échantillons situés le plus au centre du dôme-coulé ..... 190

Figure 100 : Volume 3D montrant la porosité générale, la macroporosité et la microporosité mesurées au microtomographe pour les échantillons situés le plus au centre du dôme-coulé ; en rouge la porosité et en vert les phénocristaux ferromagnésiens ..... 191

Figure 101 : Image MEB montrant la porosité générale, la macroporosité et la microporosité moyenne mesurées pour les échantillons situés légèrement à l'extérieur du dôme-coulé ..... 193

Figure 102 : Volume 3D montrant la porosité générale, la macroporosité et la microporosité mesurées au microtomographe pour les échantillons situés légèrement à l'extérieur du dôme-coulé ..... 194

*Figure 103 : Image MEB montrant la porosité générale, la macroporosité et la microporosité moyenne mesurées pour les échantillons situés le plus à l'extérieur du dôme-coulé ..... 195*

*Figure 104 : Volume 3D montrant la porosité générale, la macroporosité et la microporosité mesurées au microtomographe pour les échantillons situés le plus à l'extérieur du dôme-coulé ..... 196*





## Liste des Tableaux

### Chapitre 2: Matériau de départ et stratégie expérimentale

Tableau 1 : Composition chimique en % poids du verre haplogranitique (HPG8) d'après A. Kushnir, 2016. .... 36

Tableau 2 : Présynthèses tests d'HPG8 à des pressions initiales ( $P_i$ ) de 4 kbars et 1.7 kbars<sup>(\*)</sup> ..... 42

Tableau 3 : Synthèses A) des conditions expérimentales et B) des résultats des tests de dégazage réalisés à partir de la poudre ou d'un bloc d'HPG8, soit préalablement hydraté, soit hydraté et dégazé au cours de la même expérience\*. Le symbole \*\* correspond au pourcentage (pds%) d'eau final calculé par le modèle de solubilité de Newman et Lowenstern, 2002. .... 51

Tableau 4 : Tableau montrant les pourcentages de bulles mesurés et les pourcentages de bulles calculés avec les teneurs en eau finales mesurées à la microsonde pour les tests réalisés à 750°/1000 bars\* et 850°/500 bars. ... 54

Tableau 5 : Viscosités apparentes calculé avec l'équation de Tuby et al., 2017 pour des suspensions contenant des bulles (20-30%) et des cristaux à 50 MPa et 750°C/650°C\*. .... 64

### Chapitre 3: Méthodes expérimentales, techniques analytiques et expériences réalisées

Tableau 6 : Tableau général des conditions expérimentales avec : a  $\Phi_{c\_melit\_3D}$  la teneur en cristaux de plagioclase ajouté manuellement à la poudre d'HPG8 hydratée ; b  $H_2O_i$  est la teneur en  $H_2O$  du verre hydraté qui est utilisé pour les expériences en Presse Paterson, calculé d'après Newmann and Lowerstern, 2002 à 950°C et 170 MPa (pour la série sans cristaux) ou 400 MPa (pour les séries contenant des cristaux) ;  $\tau_{DP}$  et  $\tau_{def}$  sont les temps de décompression et de déformations, respectif. .... 93

### Chapitre 4: Analyses compositionnelle et texturale 2D des échantillons expérimentaux déformés en torsion

Tableau 7 : Tableau des compositions anhydres moyennes en poids d'oxide (recalculé sur 100%) des verres silicatés et des cristaux, ainsi que la teneur en eau moyenne final des échantillons déformés et non déformés contenant 0, 10, 30 et 50vol% de cristaux obtenus par analyse à la microsonde lors des séances 1\* et 2\*\*. .... 96

Tableau 8 : Pourcentage théorique (sur le liquide silicaté) calculé avec l'équation de Jaupart et Allègre (1991) en fonction du pourcentage mesuré (sur le liquide silicaté) pour les échantillons non déformés de chaque série expérimentale avec leurs barres d'erreurs. .... 101

Tableau 9 : Pourcentage de bulles obtenu pour les échantillons déformés à des déformation finie inférieurs à  $\gamma=2$  avec leurs barres d'erreurs. .... 102

Tableau 10 : Densité numérique moyenne des bulles et leurs barres d'erreurs (en logarithme et  $m^{-2}$ ) par série en fonction de la déformation finie. .... 113

## Liste des Tableaux

Tableau 11 : Tableau récapitulatif des fractions de cristaux mesurées sur le liquide ( $\varphi_c/melt$ ) et recalculées par rapport au liquide et aux bulles ( $\varphi_c/bulk$ ), et leurs barres d'erreurs, pour l'ensemble des échantillons déformés ..... 116

Tableau 12 : Densité numérique moyenne des cristaux (en logarithme et  $m^{-2}$ ) et leurs barre d'erreurs par série en fonction de la déformation finie. .... 125

### **Chapitre 5: Analyse 3D des échantillons expérimentaux**

Tableau 13 : Logarithmes de la densité numérique moyenne des bulles (en  $m^{-3}$ ) par série en fonction de la déformation finie. .... 139

Tableau 14 : Pourcentage volumique de bulles obtenu pour les échantillons non déformés et déformés et leurs barres d'erreurs, pour des déformation finie inférieurs à  $\gamma=2$ . .... 141

Tableau 15 : Pourcentage de la porosité connectée et de la porosité totale pour chaque série, calculé d'après les données obtenues par Blob3D ..... 142

### **Chapitre 6: Discussion des résultats expérimentaux**

Tableau 16 : Viscosités apparentes des produits de départ calculées (Truby et al., 2017) pour des suspensions contenant 20-30% de bulles et 0, 10 et 50% de cristaux à 50 MPa, 750°C et 650°C\* avec les teneurs en eau finale calculées (2.8 et 3.2 pds%) par Newmann et Lowenstern (2002) et mesurées par microsonde ..... 149

Tableau 17 : Synthèse des pourcentages de bulles mesurés pour les échantillons non déformés et déformés pour les 4 séries expérimentales..... 149

Tableau 18 : Pourcentage moyen de bulles mesuré (%) avec et sans les « poches » de gaz pour les échantillons déformés à un  $\gamma > 2$  (\*  $\gamma = 0.6$ ). .... 150

### **Chapitre 8: Etude des Produits naturels: Cas de Santorin (Grèce)**

Tableau 19 : Porosités mesurées en 2D et en 3D pour les échantillons naturels provenant des trois sites d'échantillonnages. Pour certains échantillons 2D, seule une mesure de porosité a été réalisée (ne permettant pas de calculer un écart type). .... 185

# Annexes

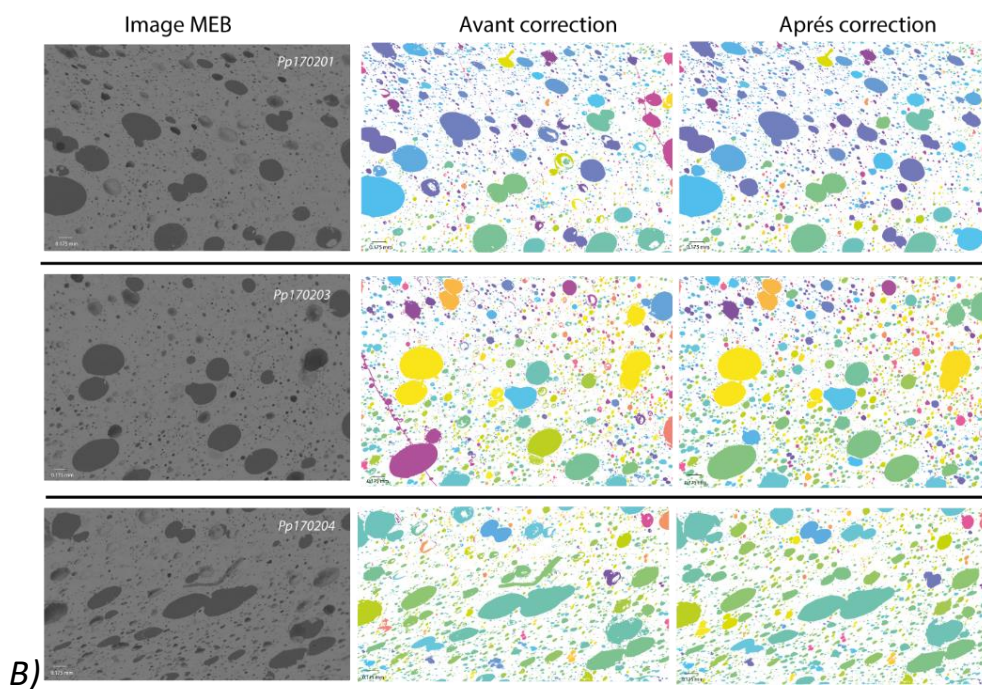
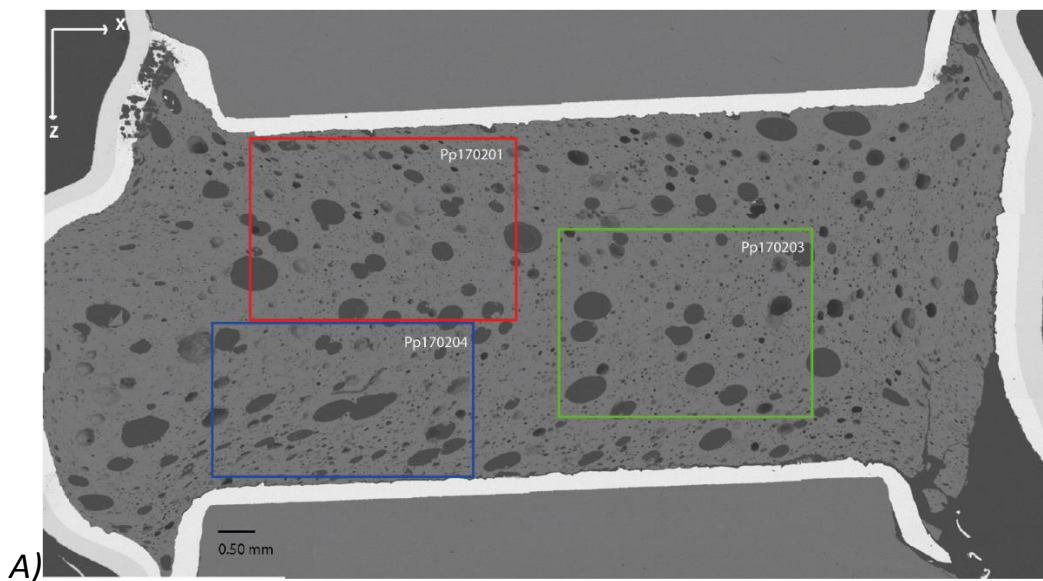
## Annexe A : Analyse des bulles et des cristaux sous

### SPO2003

(Panorama des échantillons, B- Analyse des bulles sous SPO2003, C- Analyse des cristaux sous SPO2003)

### Série à 0% de cristaux

$\gamma=0$

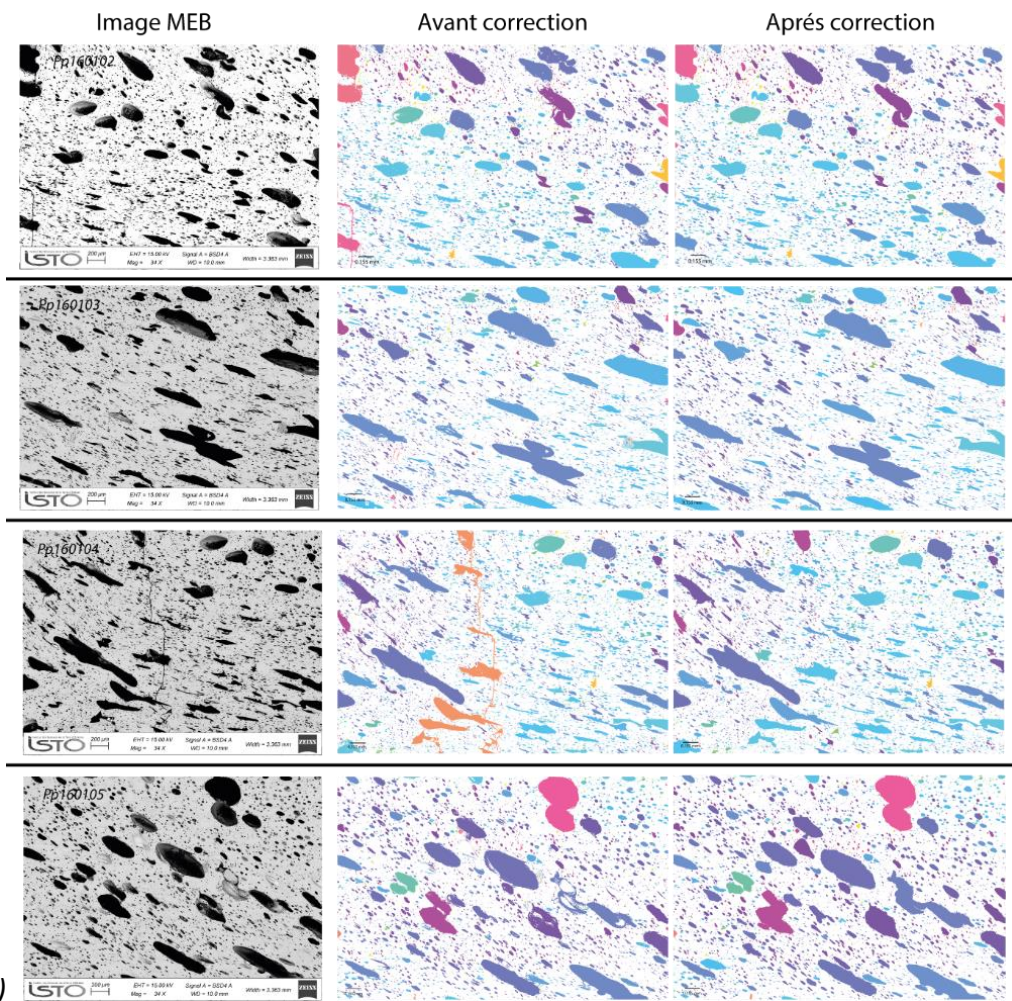
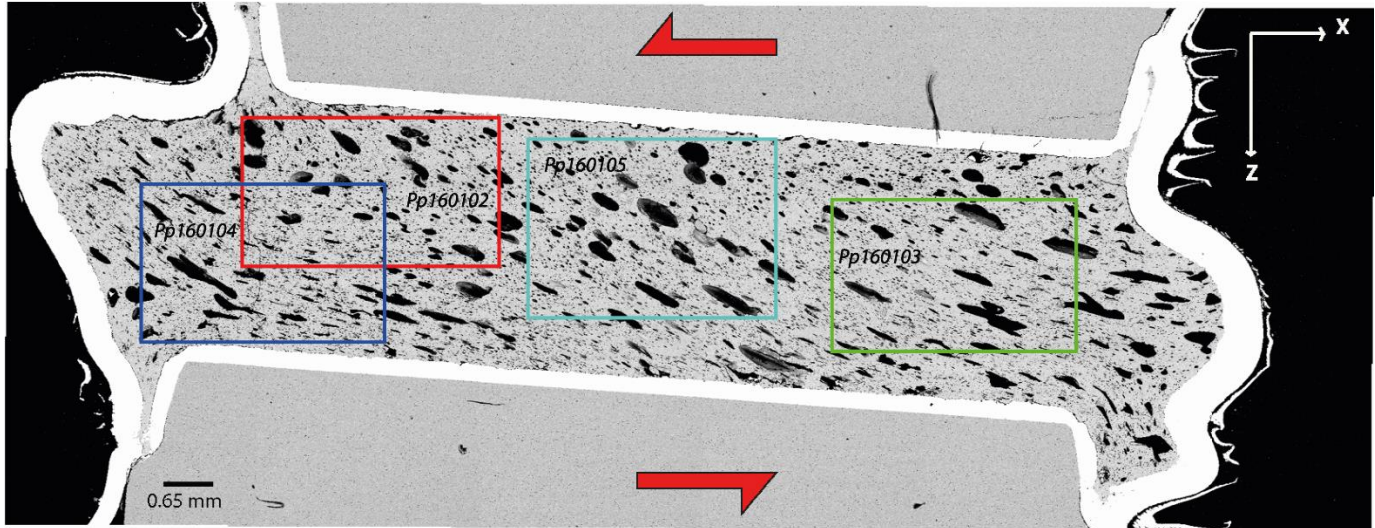




$\gamma=0.6$

Panorama 1

A)

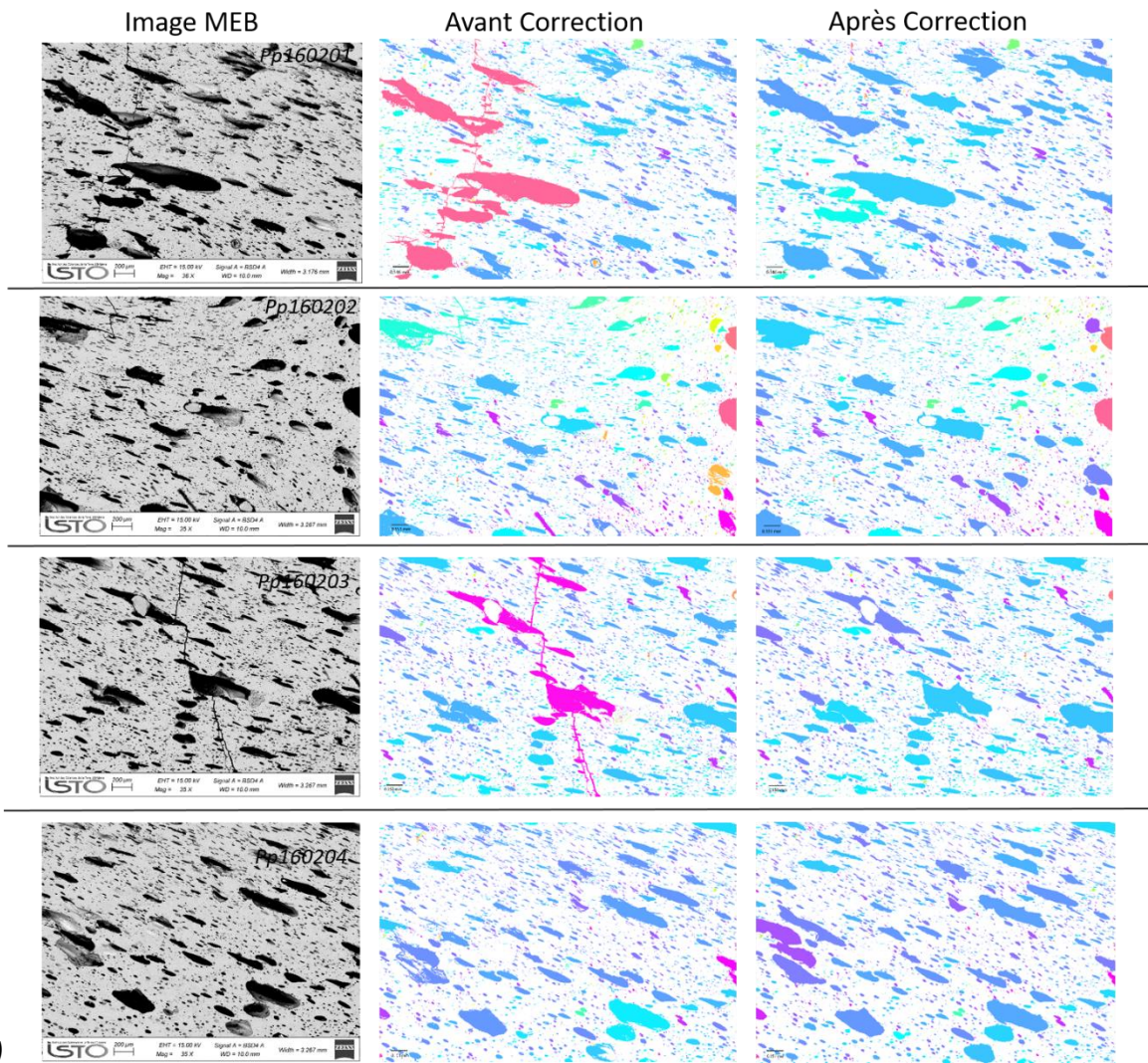
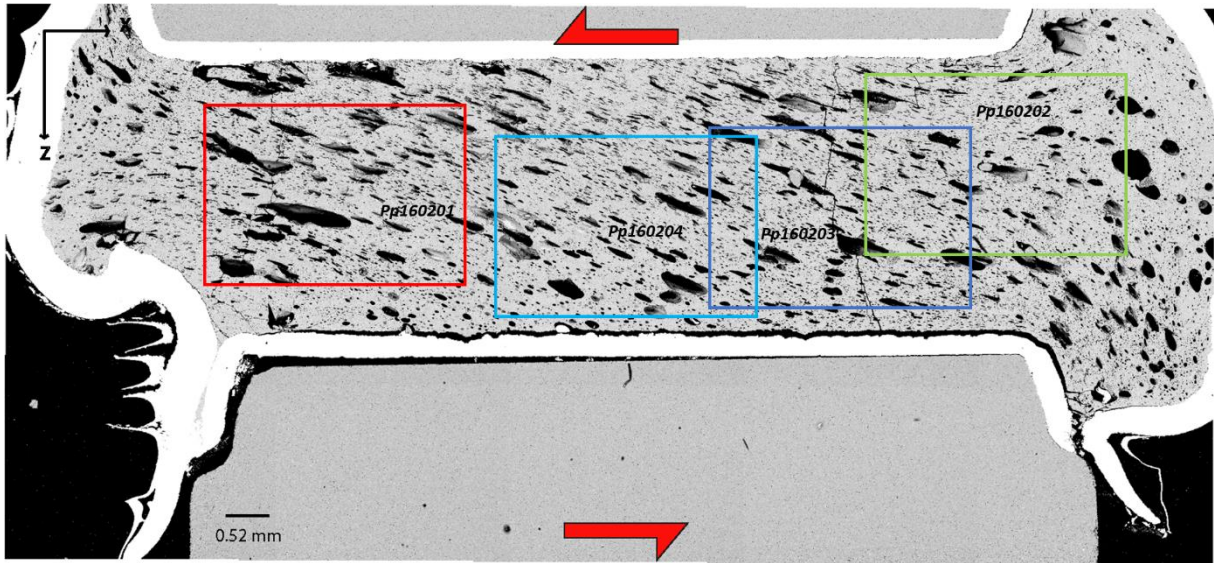


B)



Panorama 2

A)

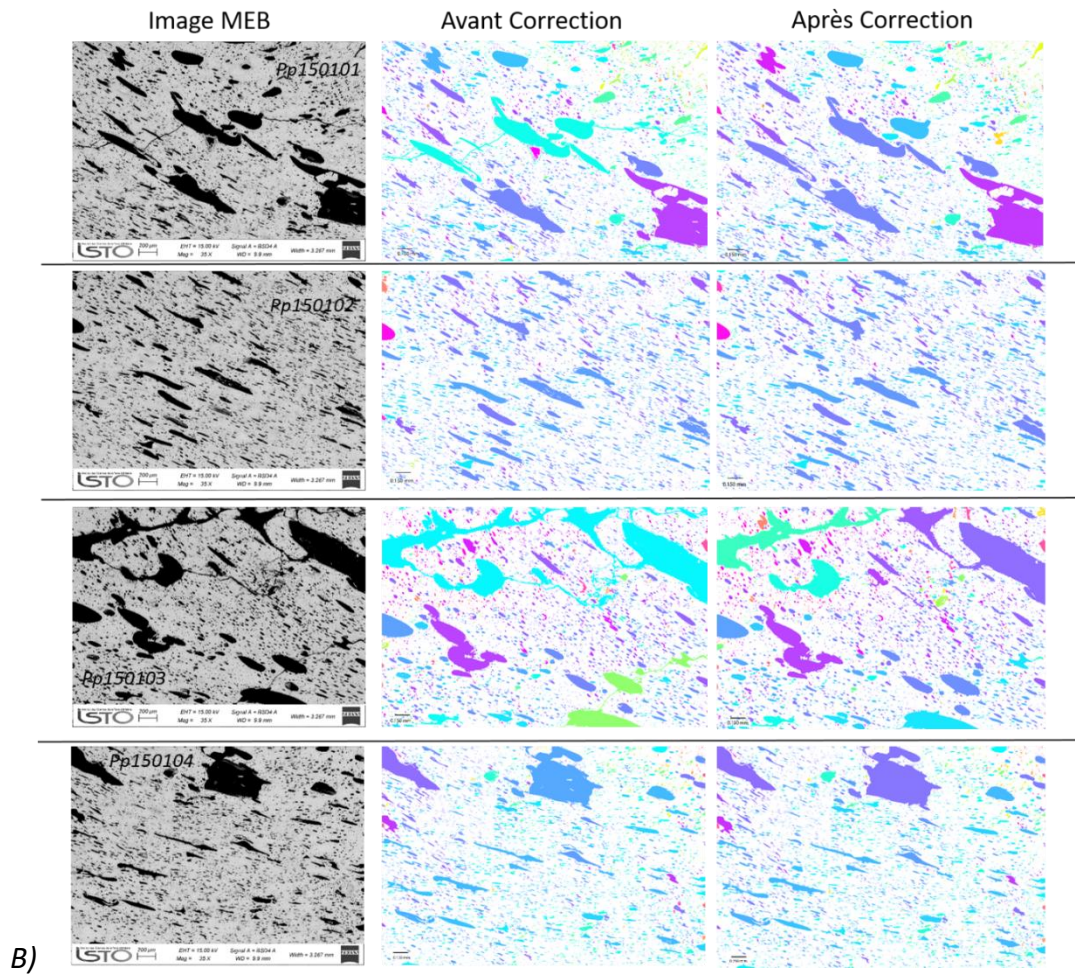
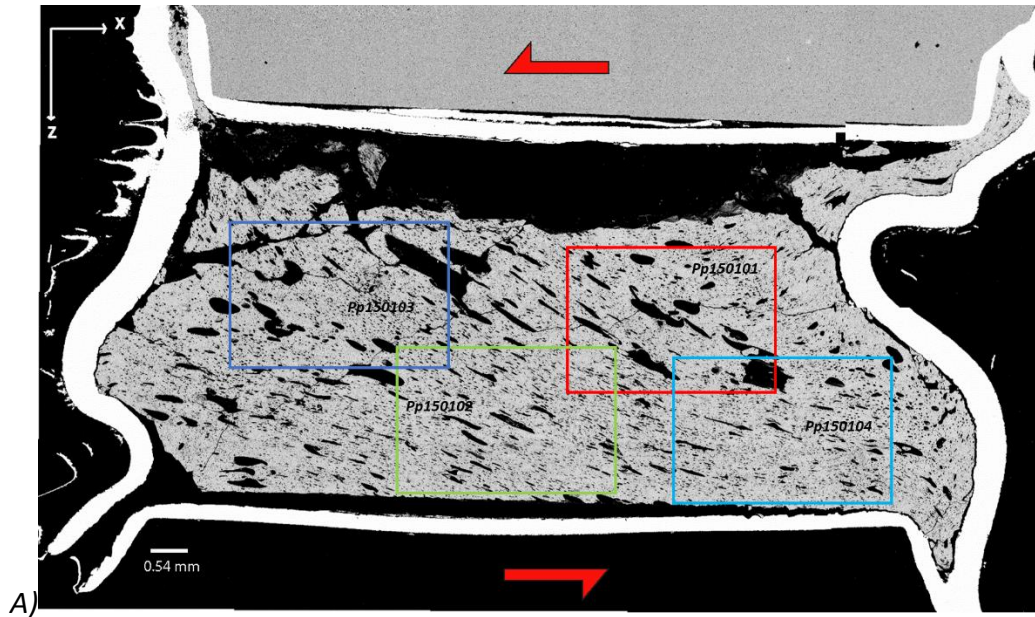


B)



Y=1.3

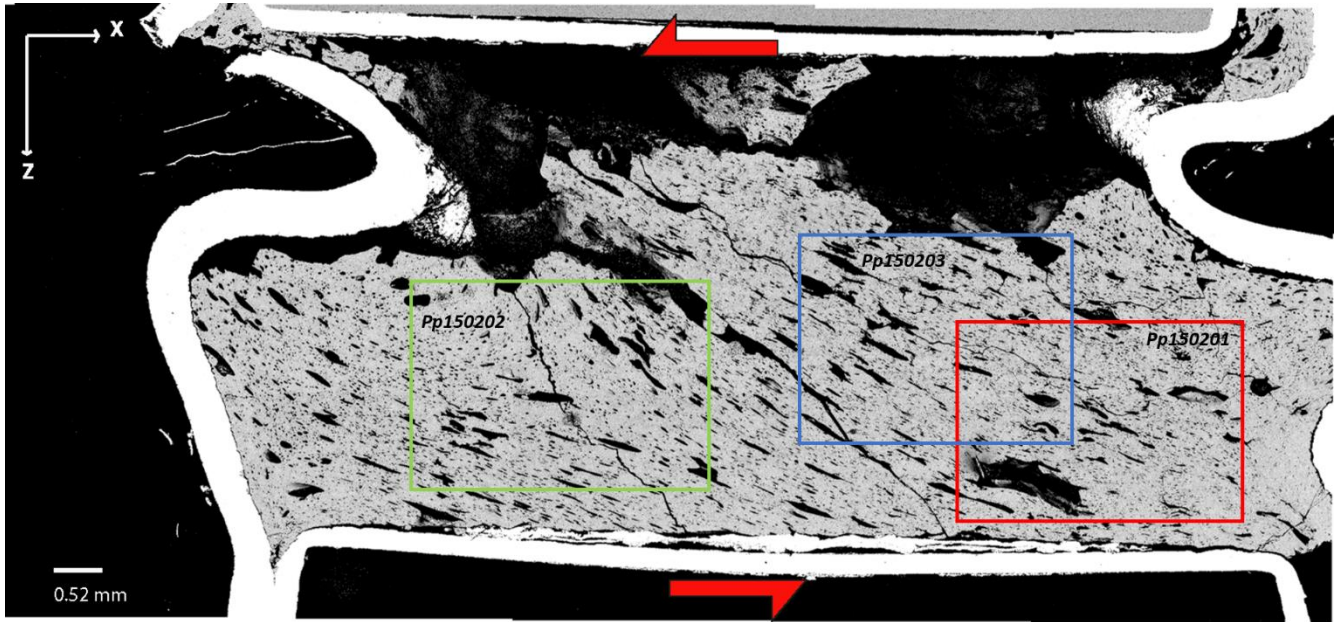
Panorama 1



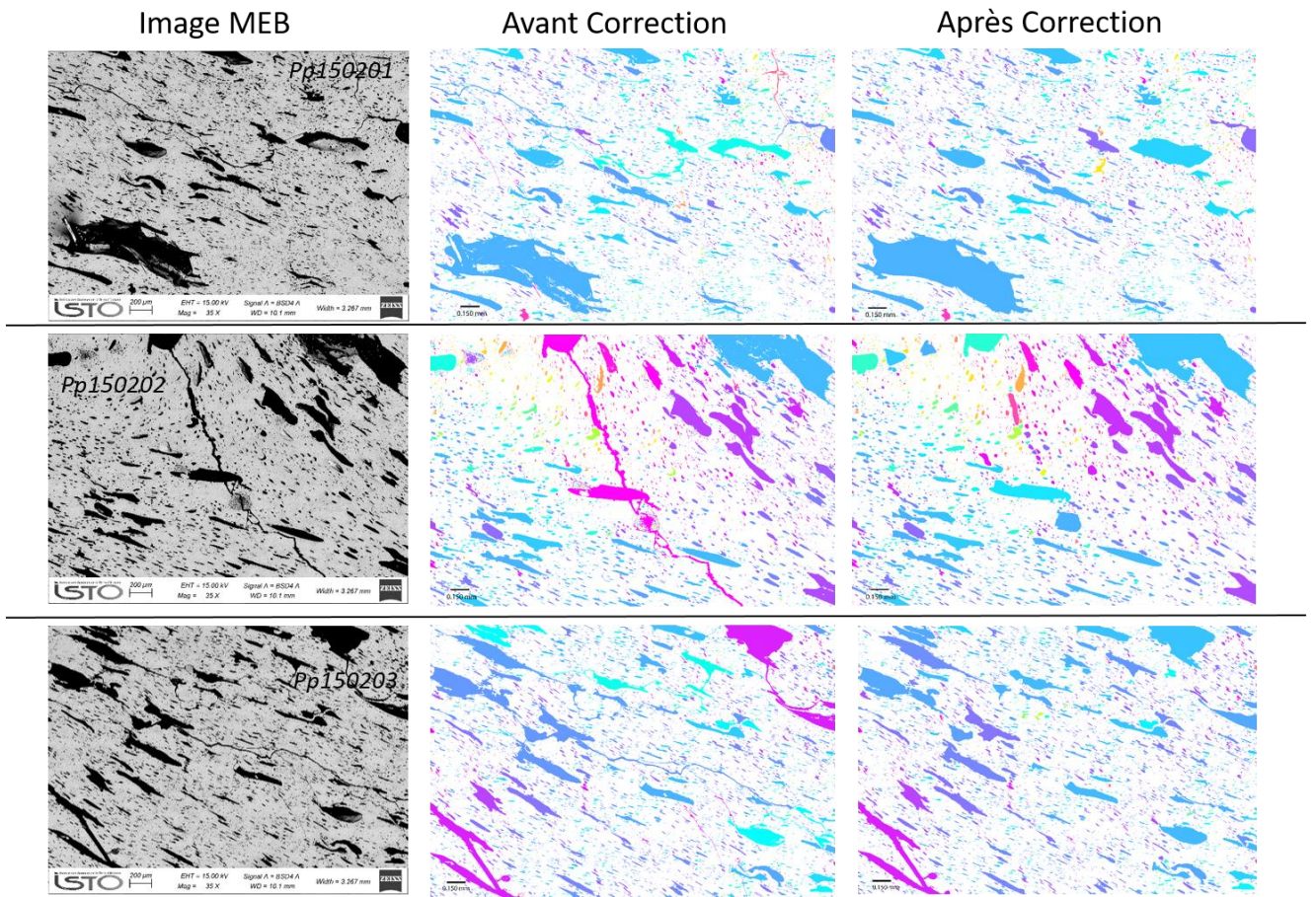


Panorama 2

A)



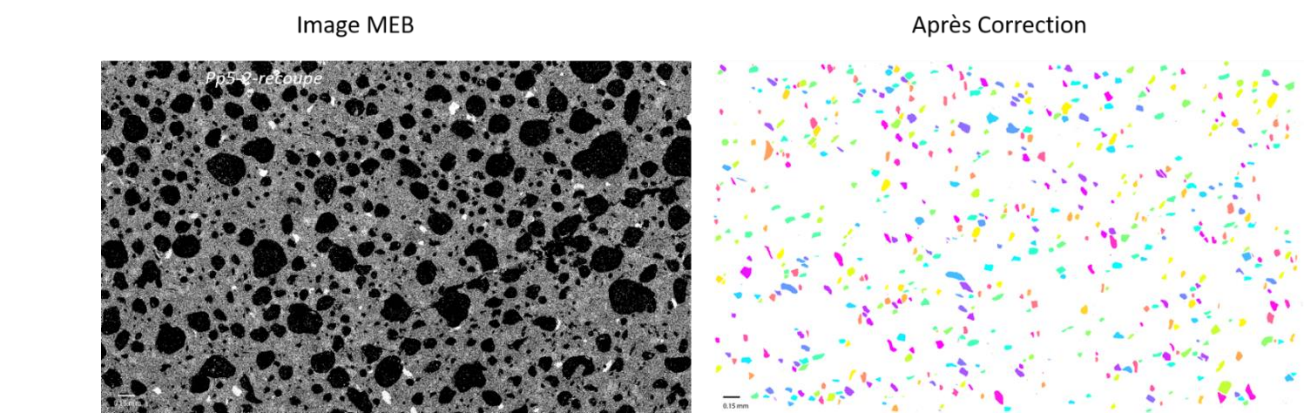
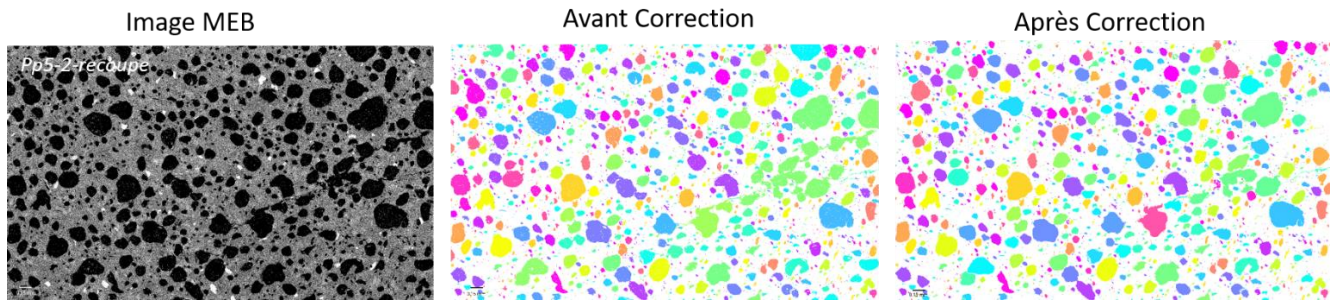
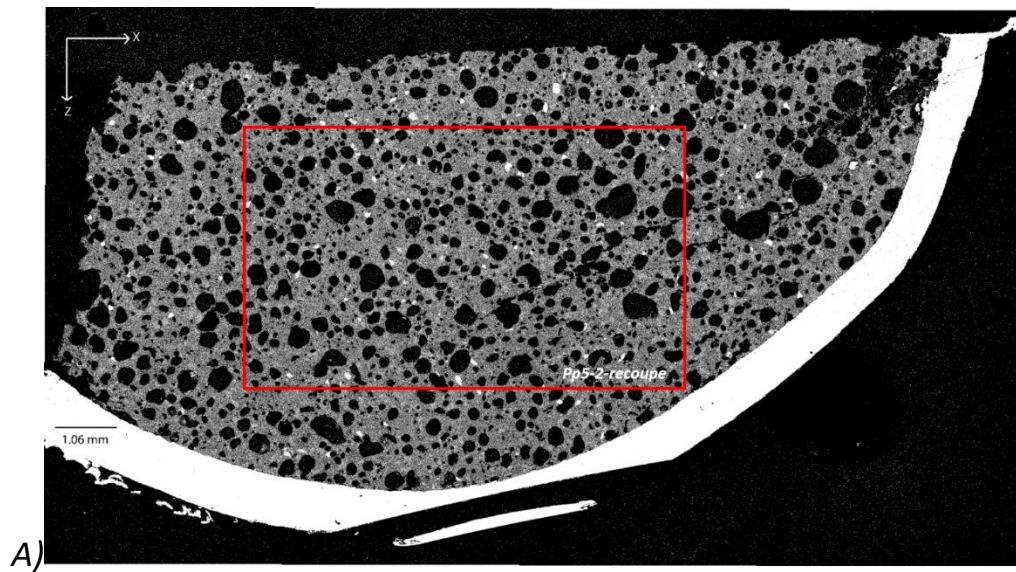
B)





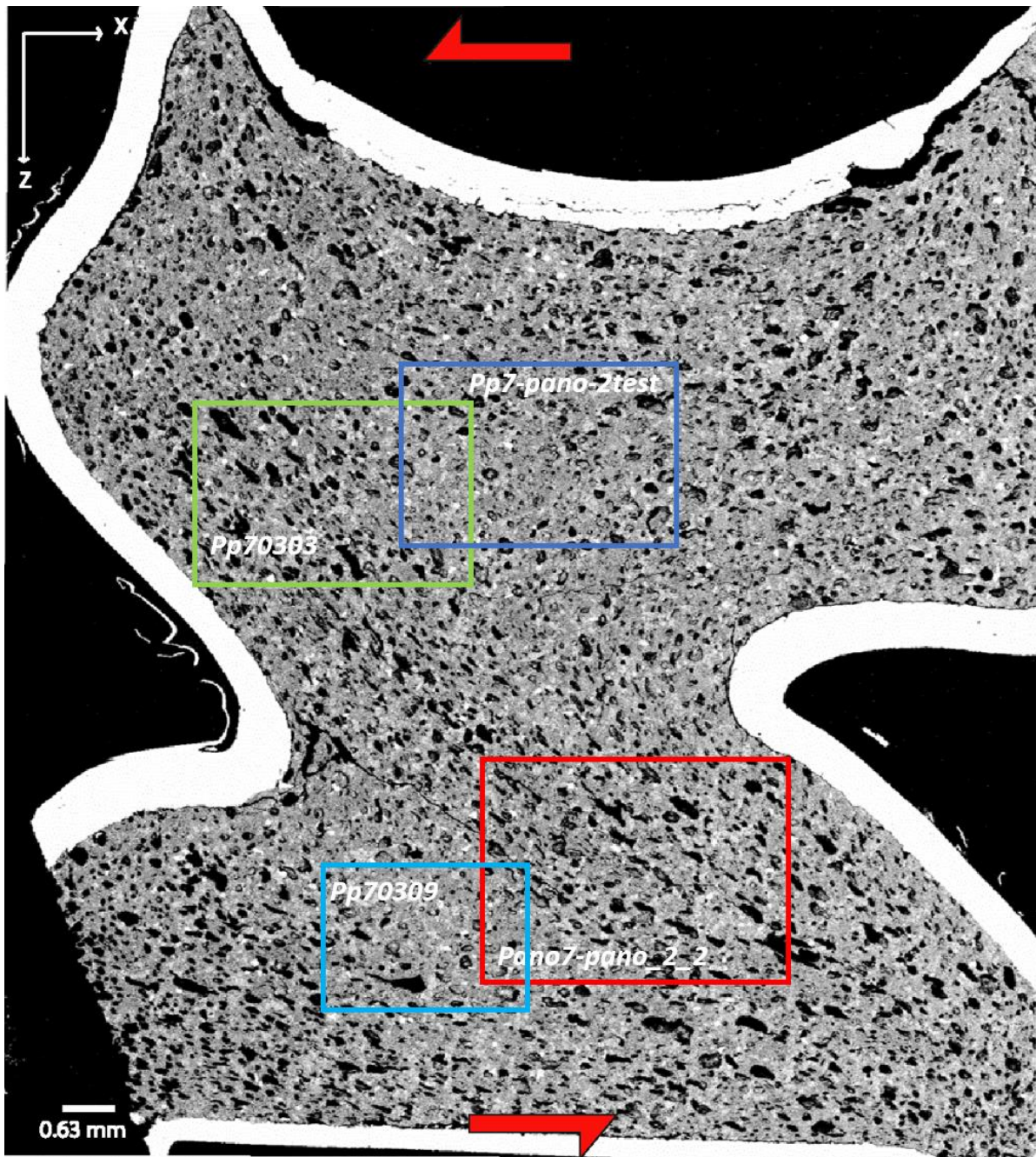
Série à 10% de cristaux

$\gamma=0$





$\gamma=0.6$



A)

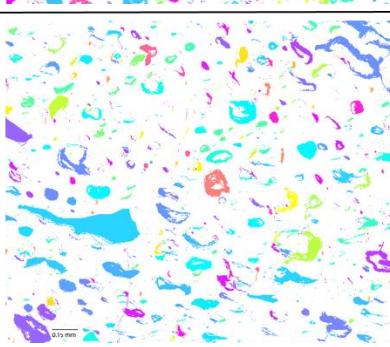
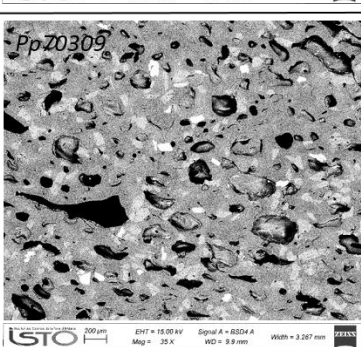
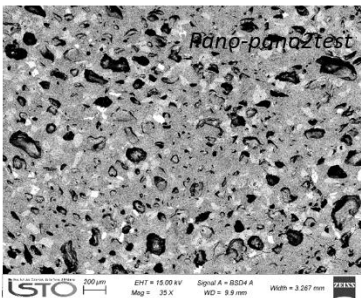
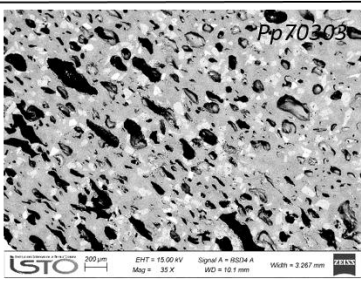
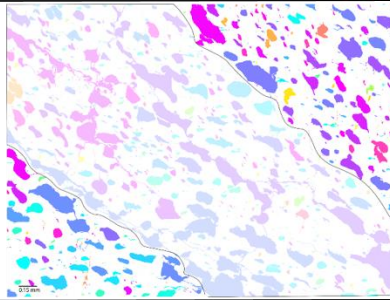
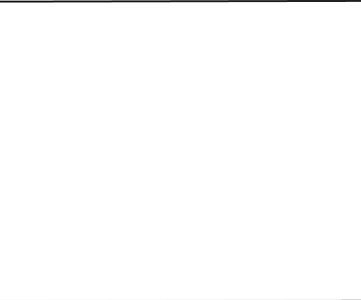
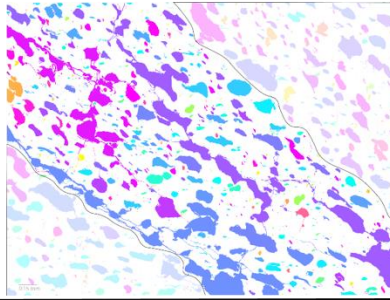
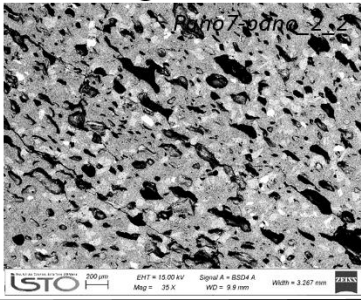


Annexes

Image MEB

Avant Correction

Après Correction



B)

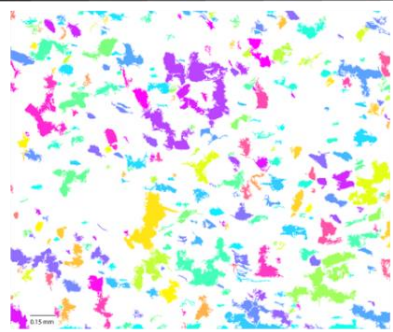
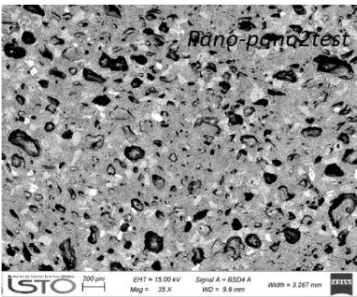
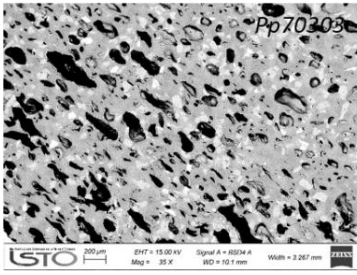
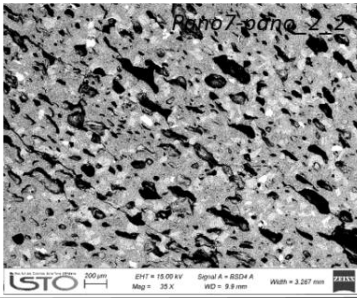


Annexes

Image MEB

Avant Correction

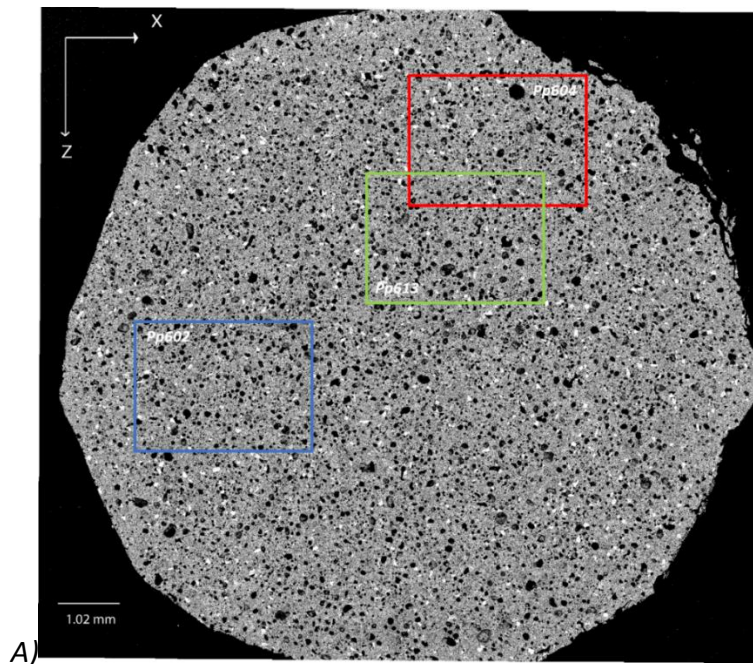
Après Correction



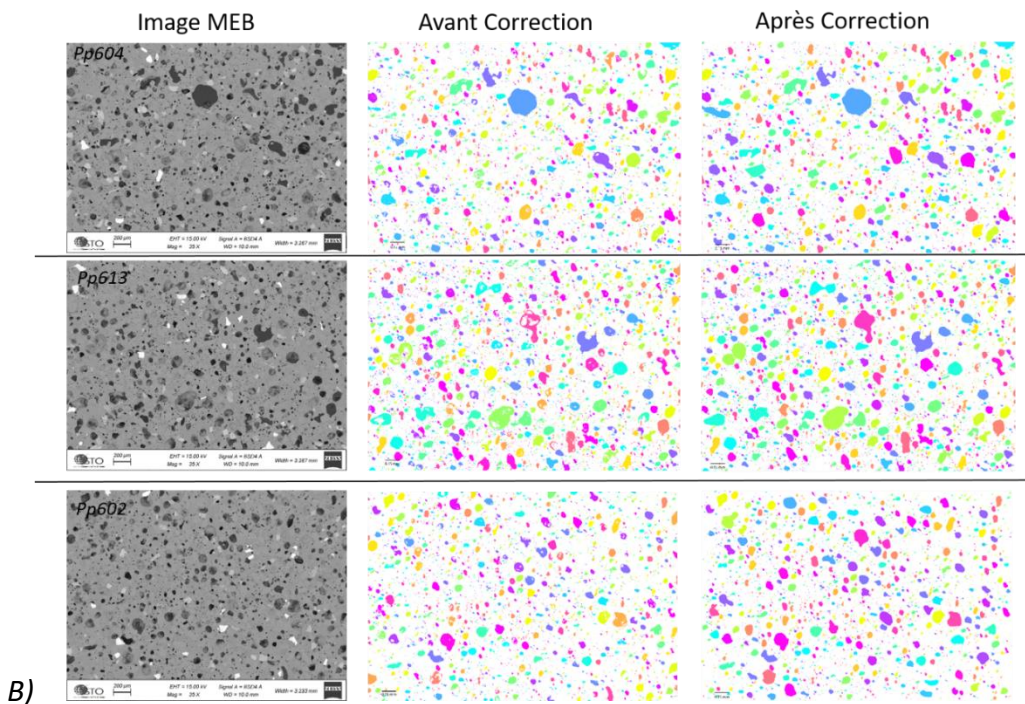
c)

**Série à 30% de cristaux**

**$\gamma=0$**



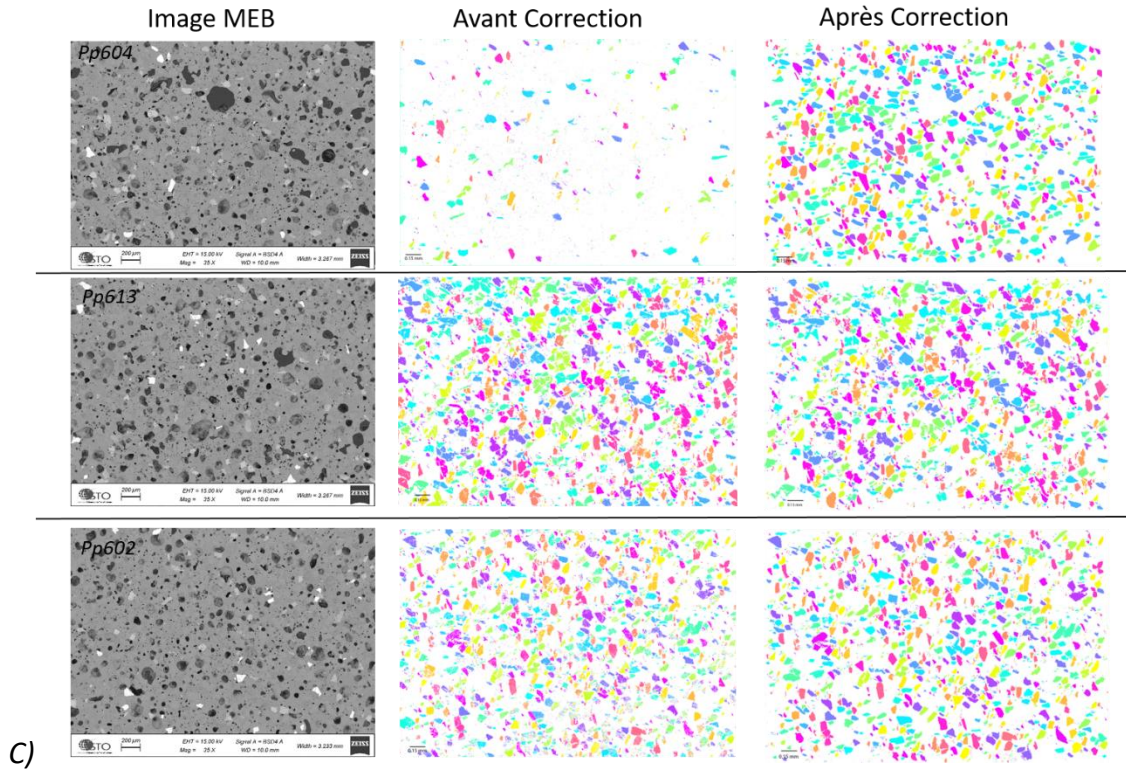
A)



B)

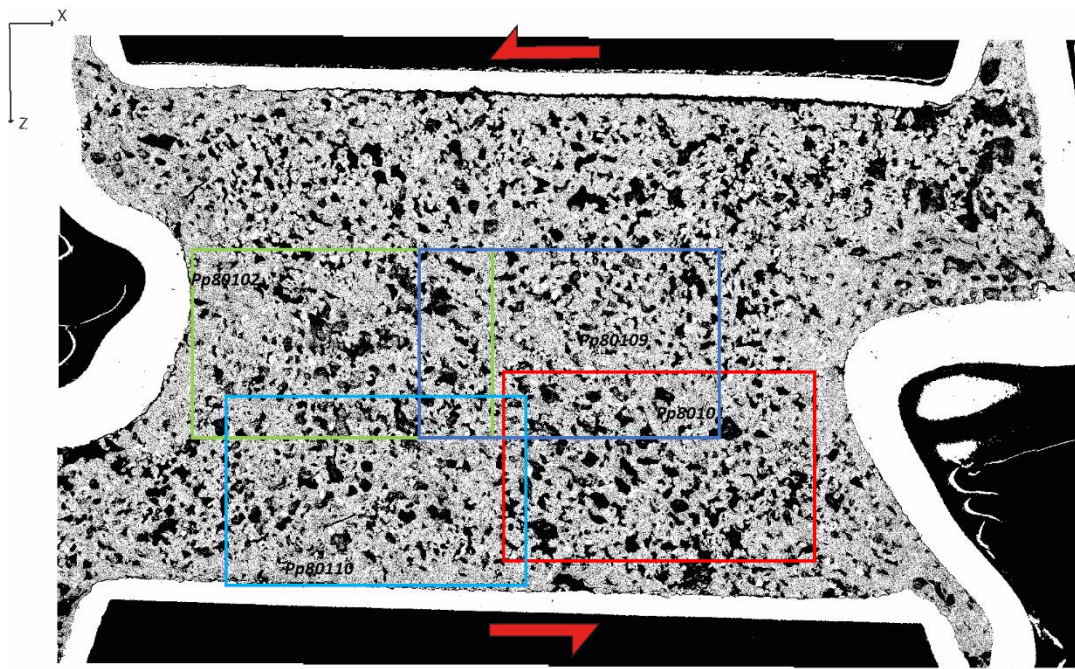


Annexes



C)

$\gamma=0.6$

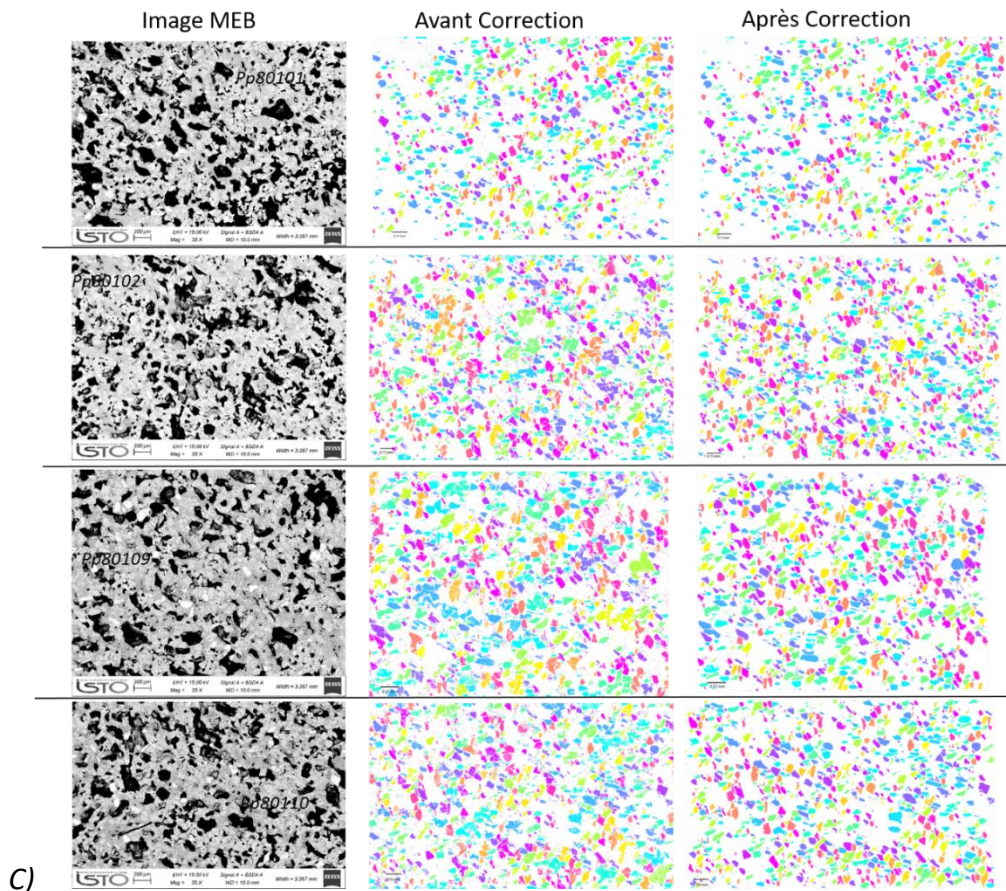
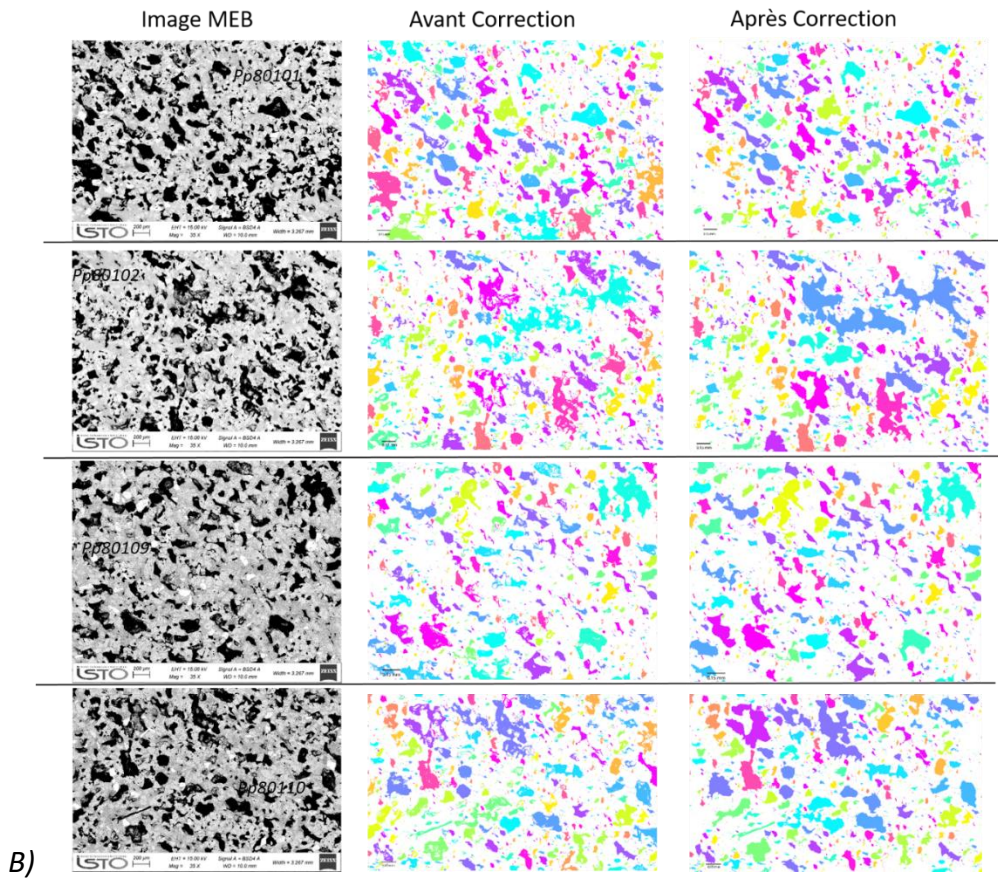


A)

0.45 mm

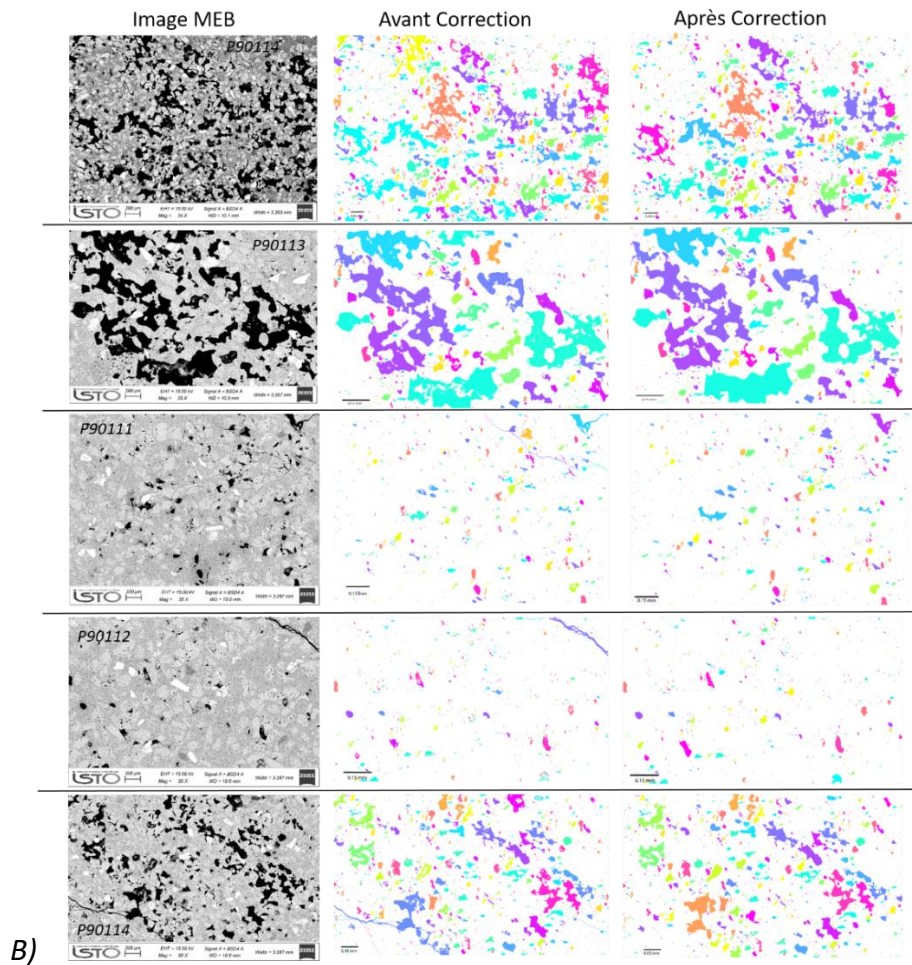
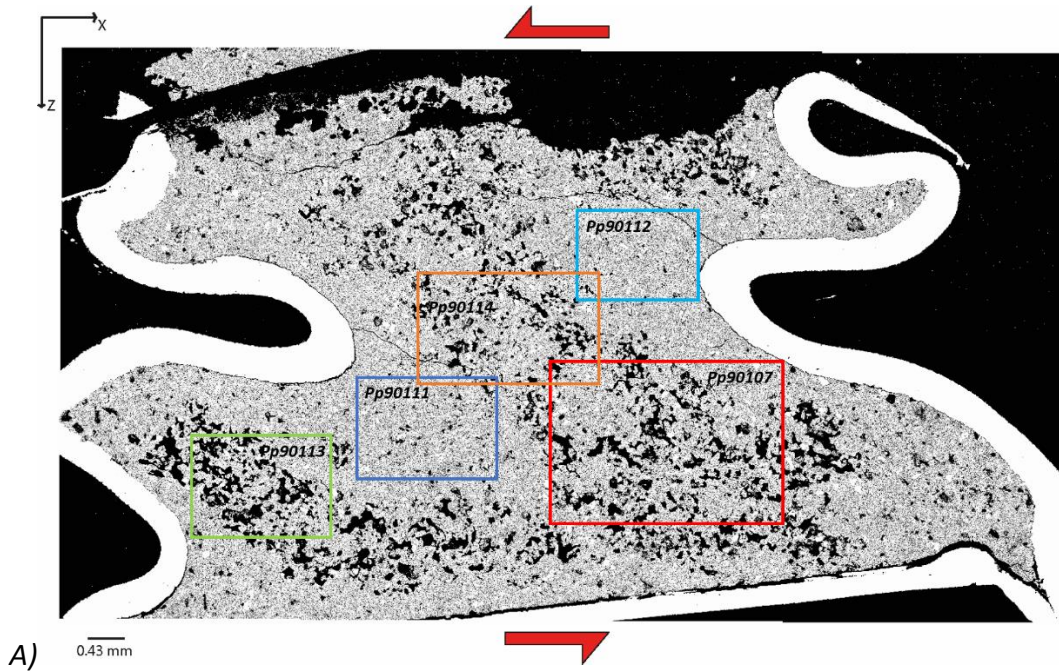


Annexes



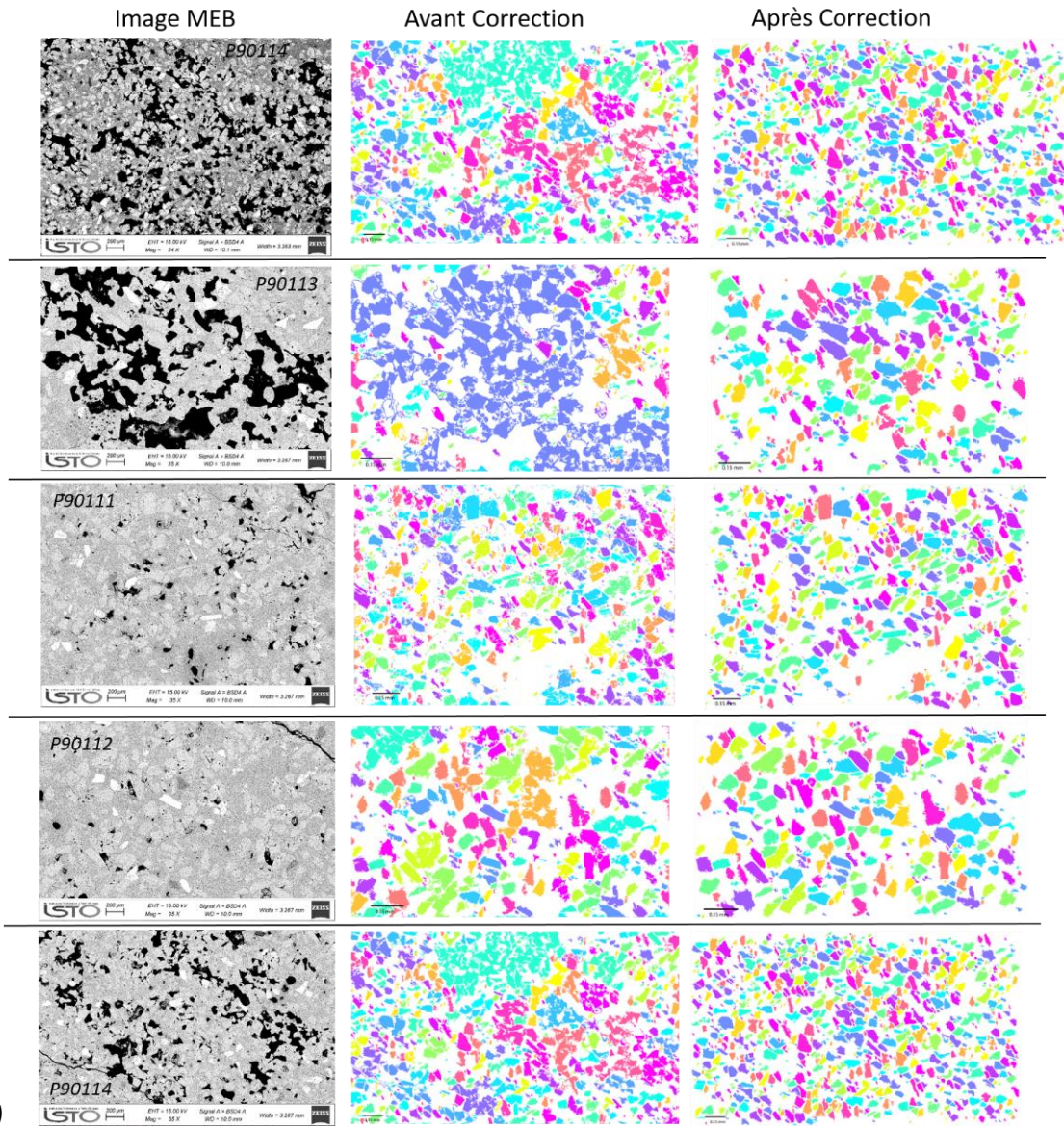


Y=1.8





Annexes



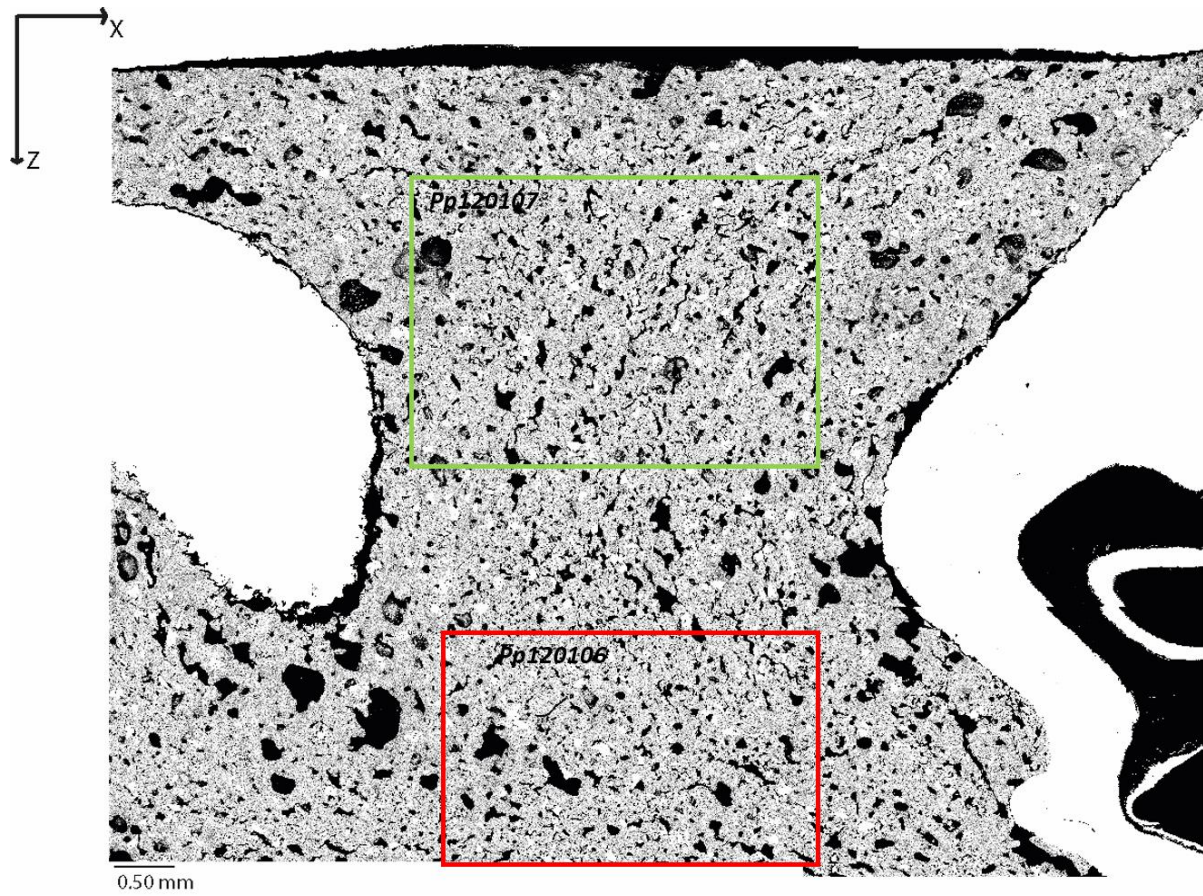
c)



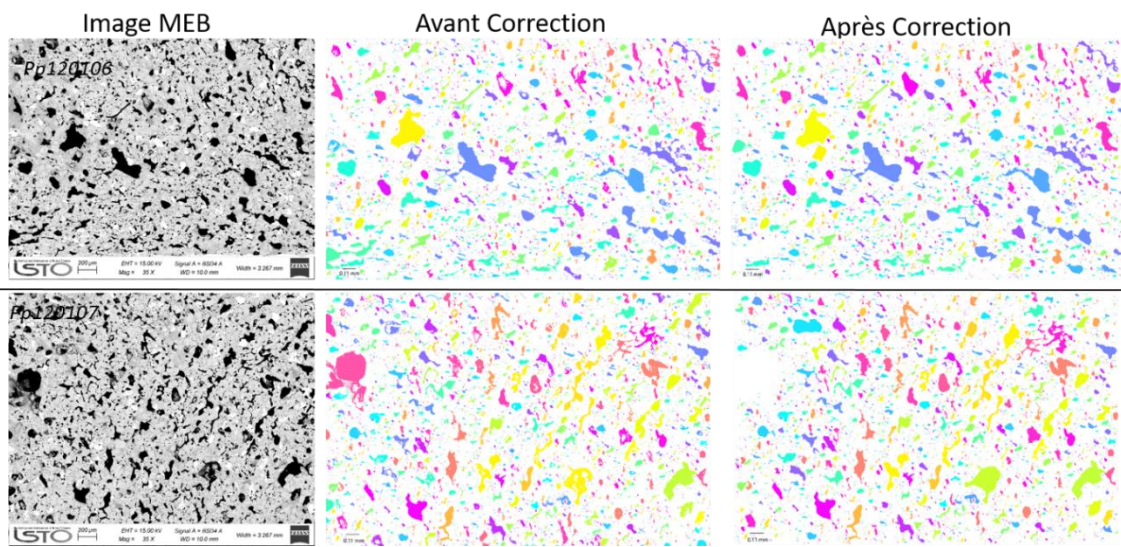
**Série à 50% de cristaux**

$\gamma=0$

**Panorama 1**



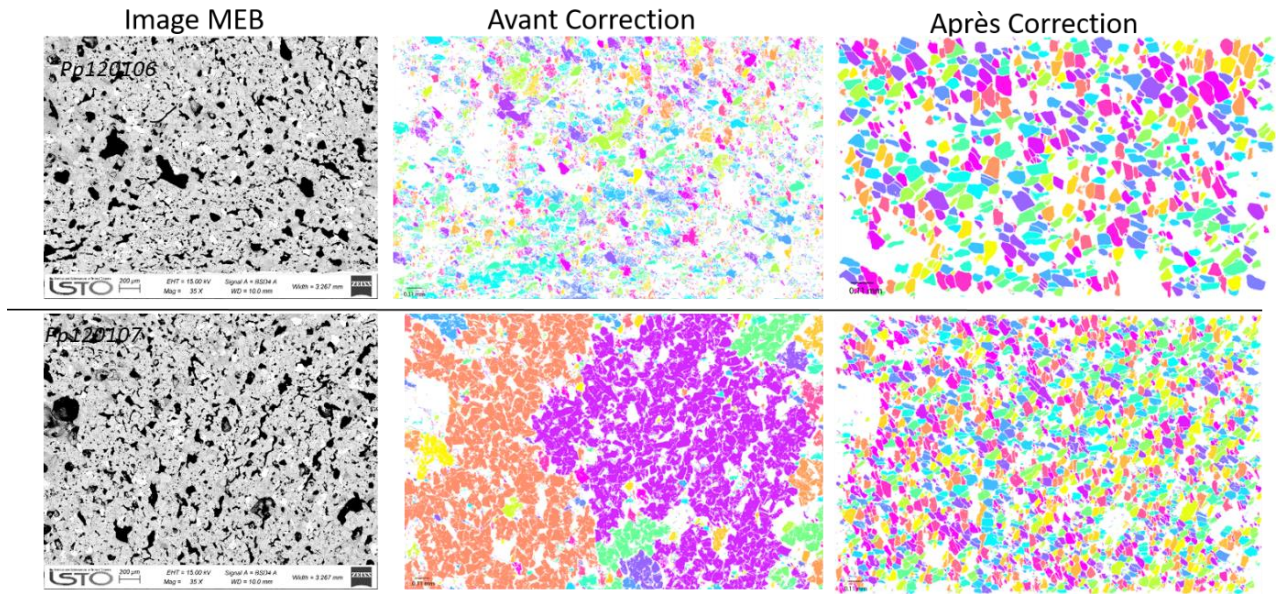
A)



B)



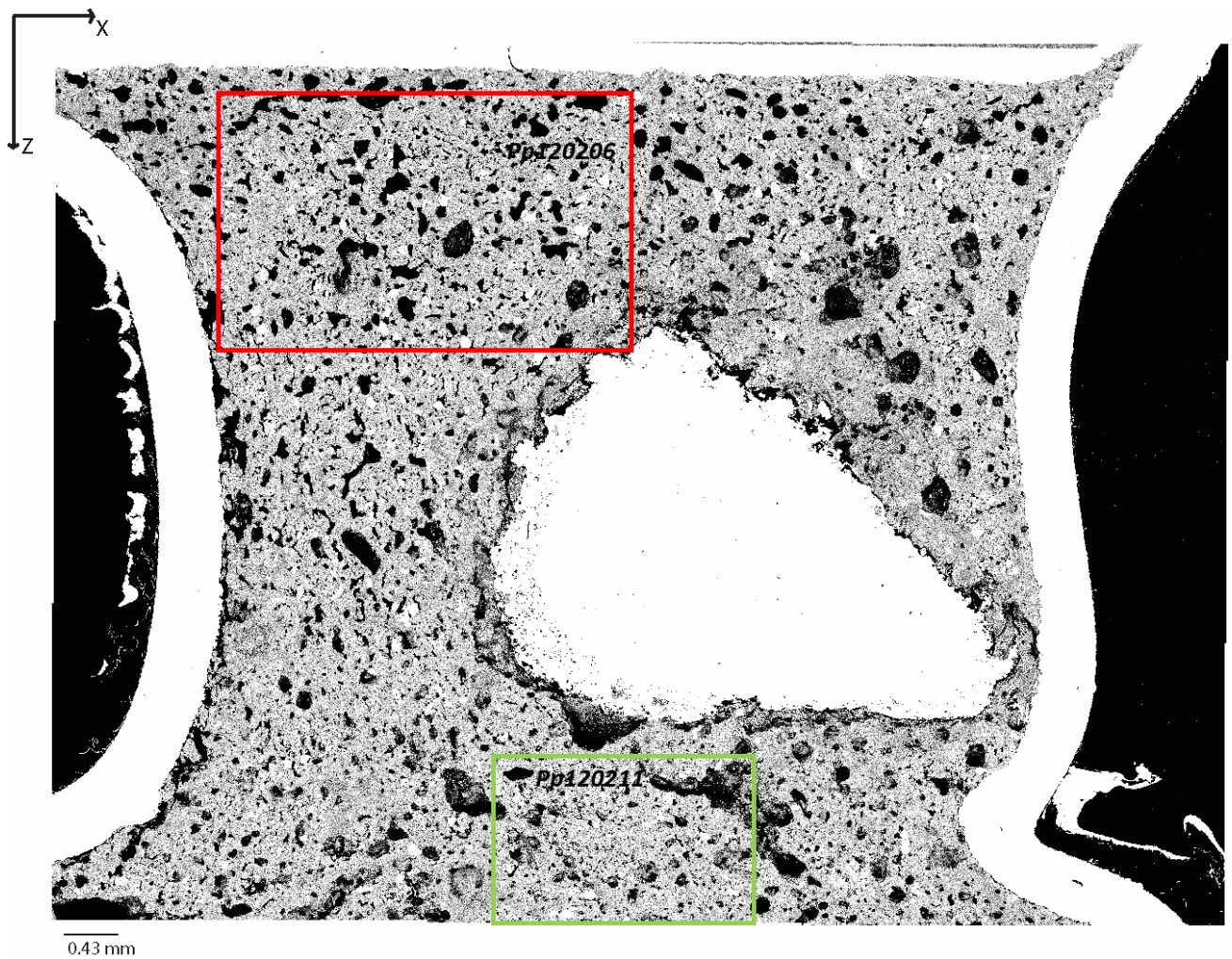
Annexes



C)

Panorama2

A)



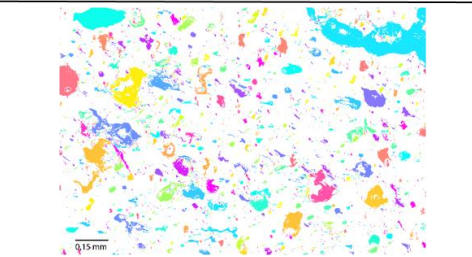
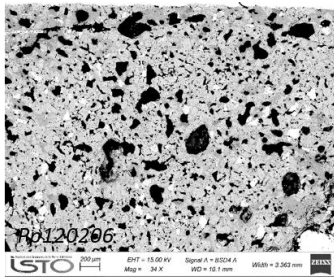


Annexes

Image MEB

Avant Correction

Après Correction

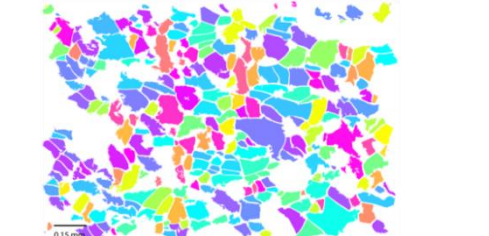
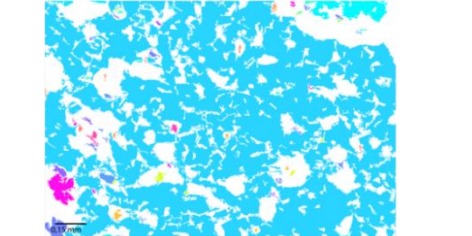
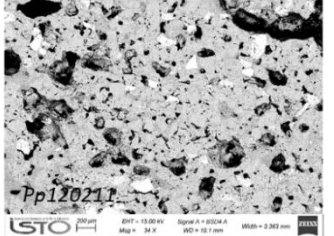
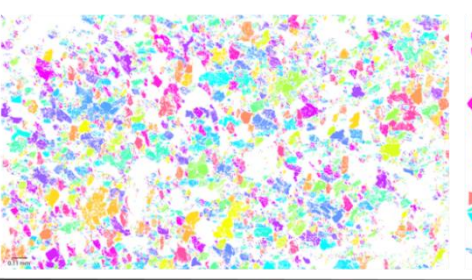
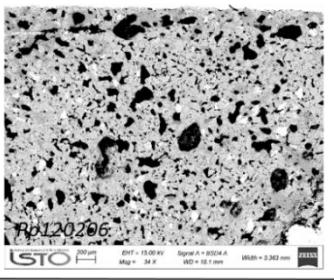


B)

Image MEB

Avant Correction

Après Correction



C)



Panorama3

A)

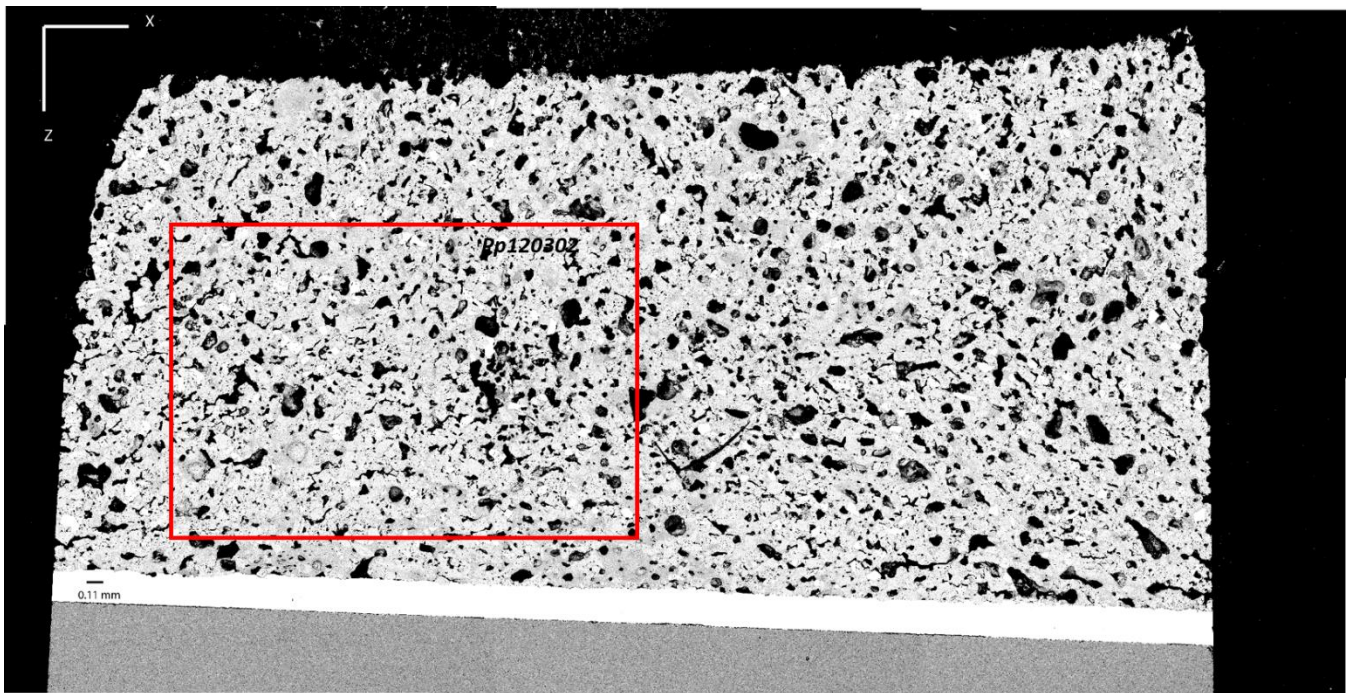
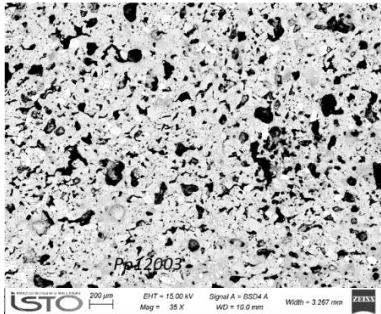


Image MEB

Avant Correction

Après Correction

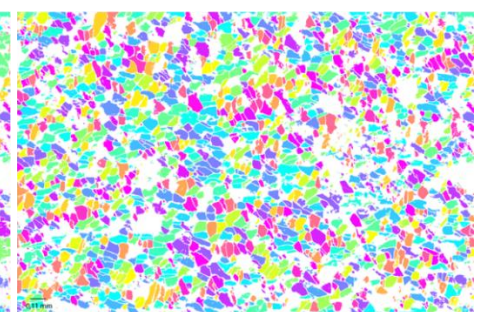
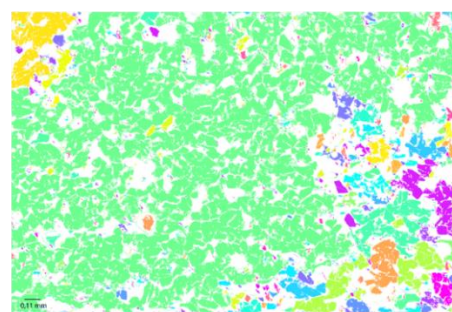
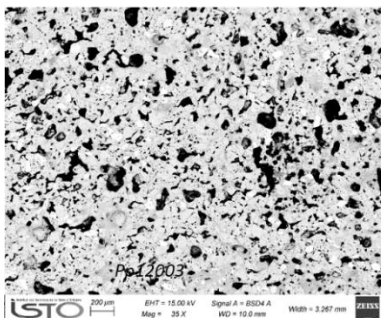


B)

Image MEB

Avant Correction

Après Correction

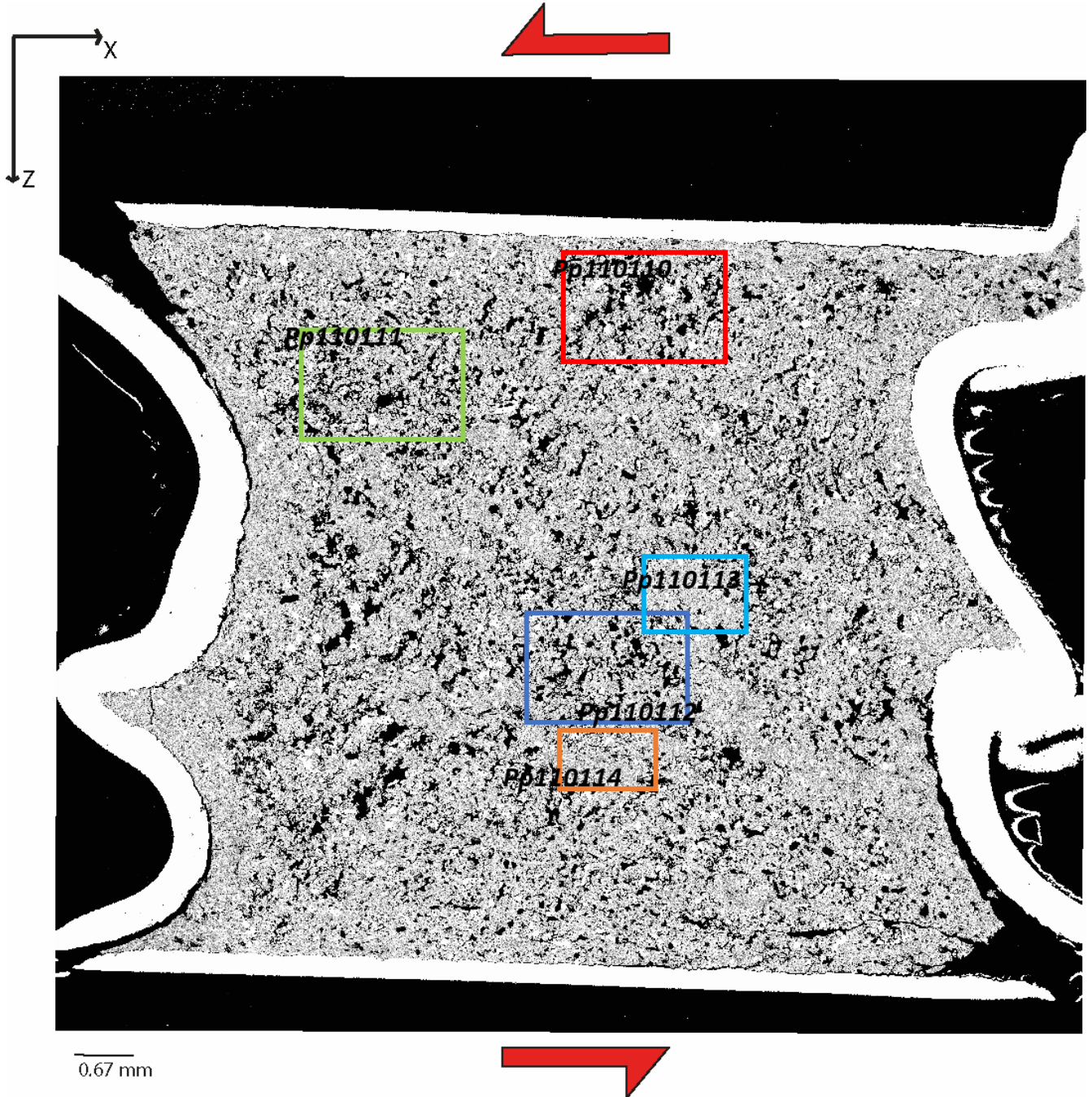


C)



$\gamma=0.6$

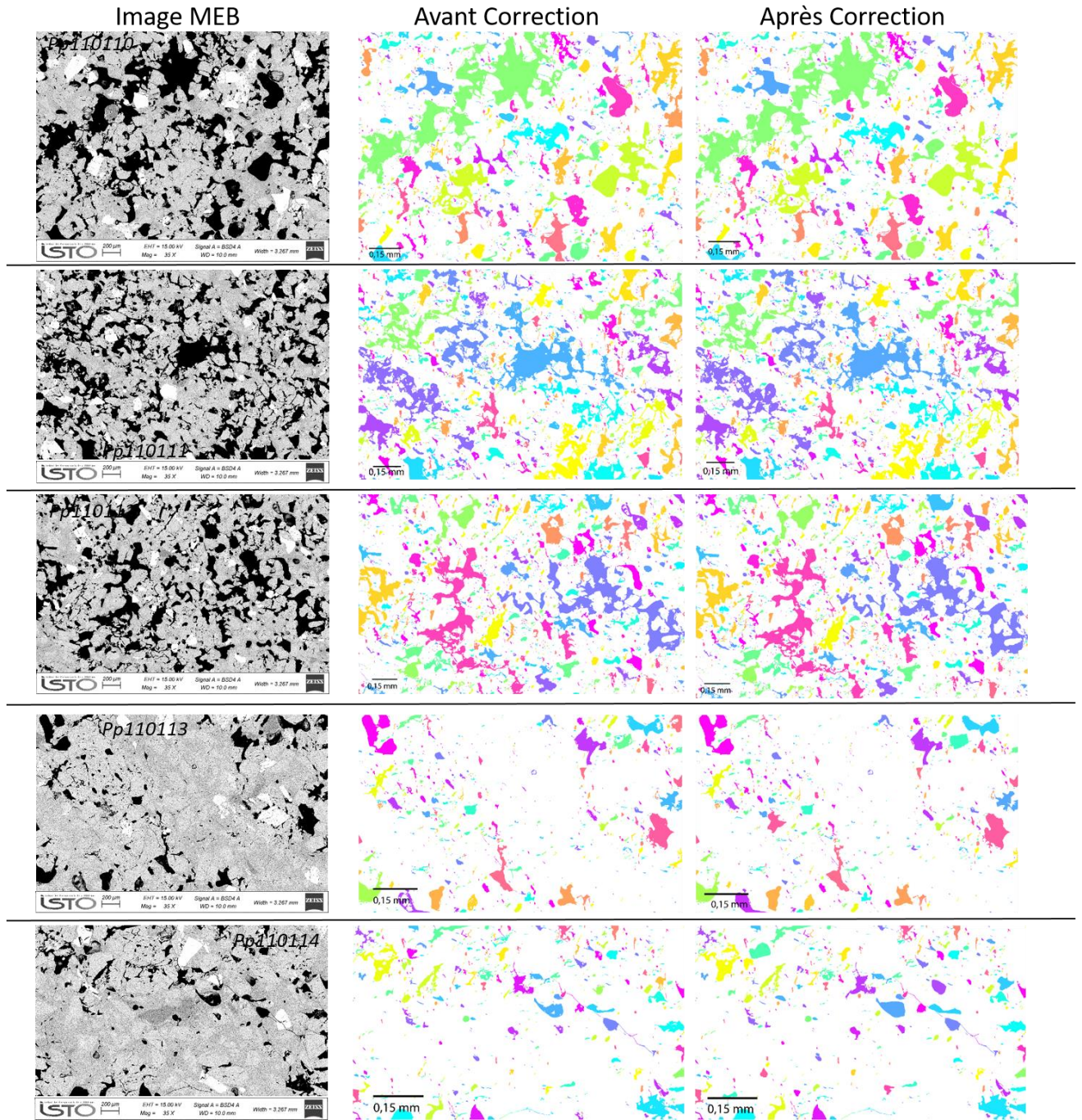
Panorama 1



A)



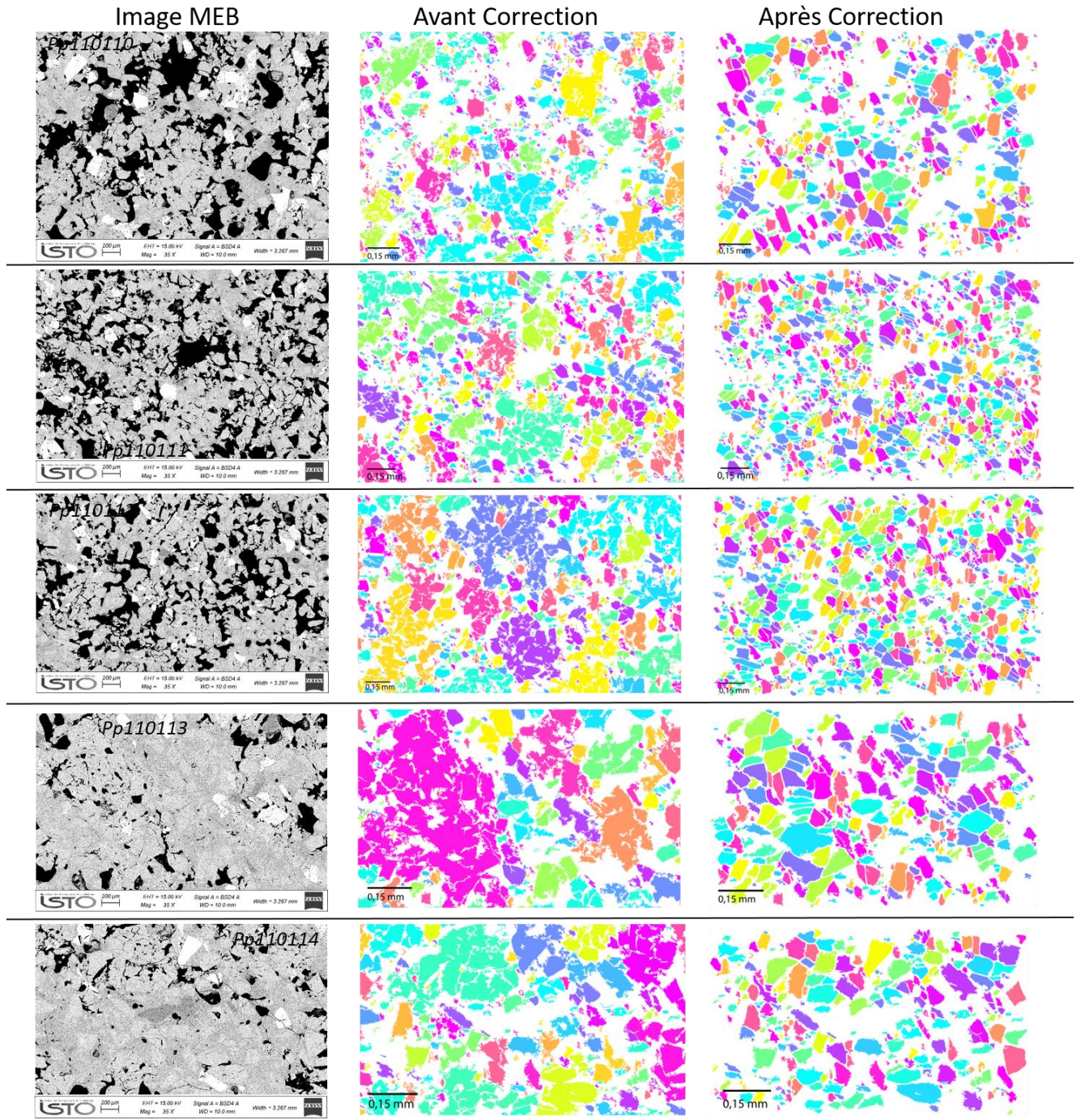
Annexes



B)



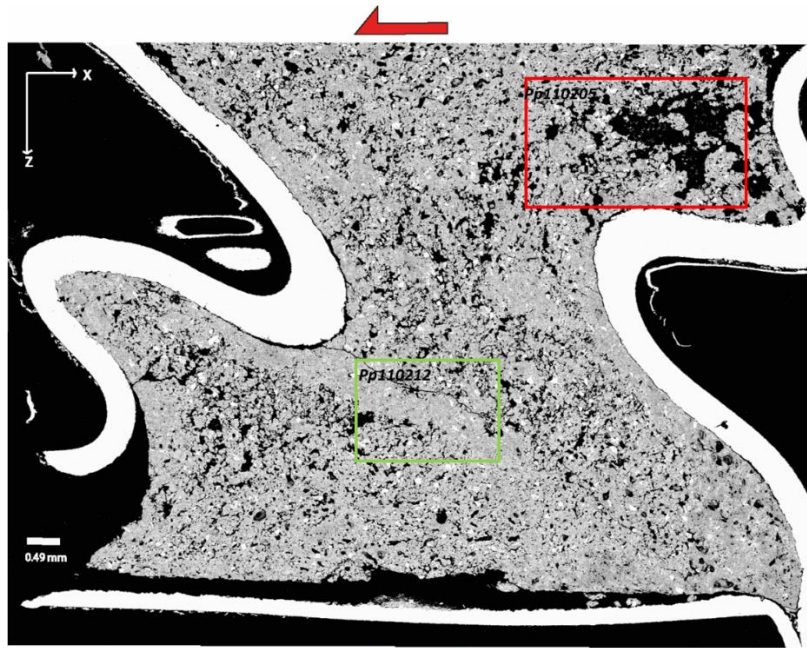
Annexes



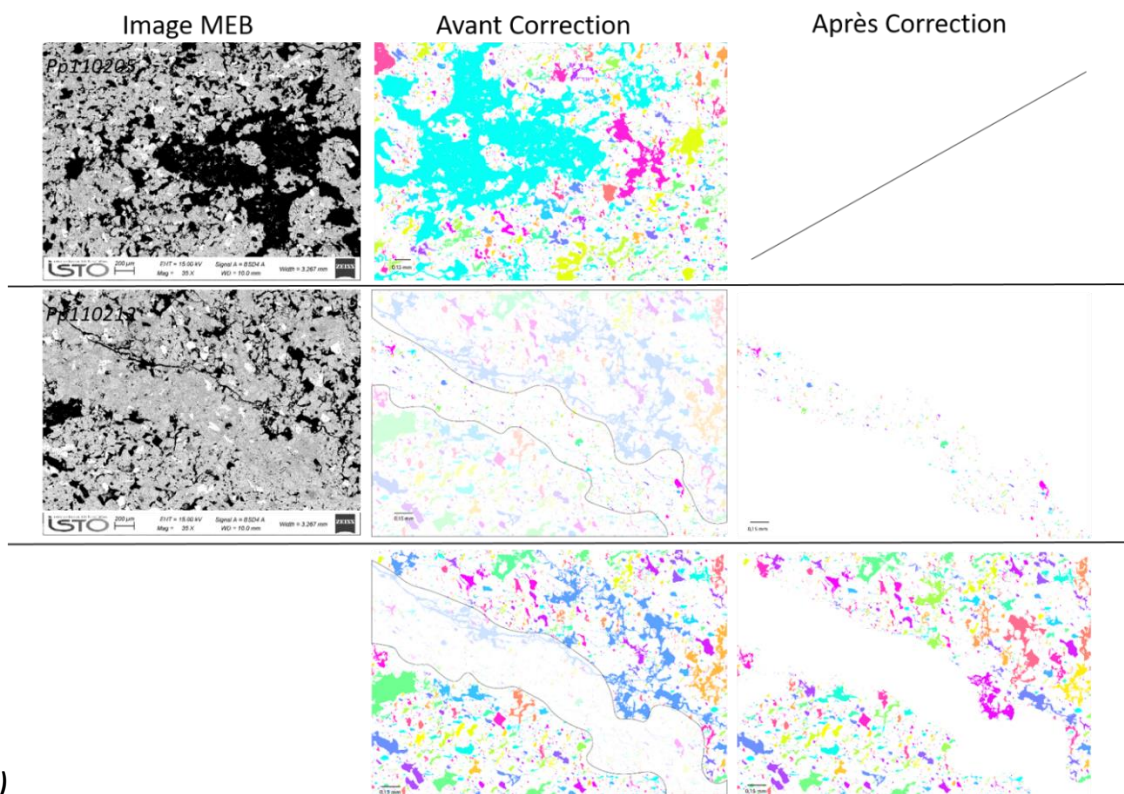
c)



Panorama 2



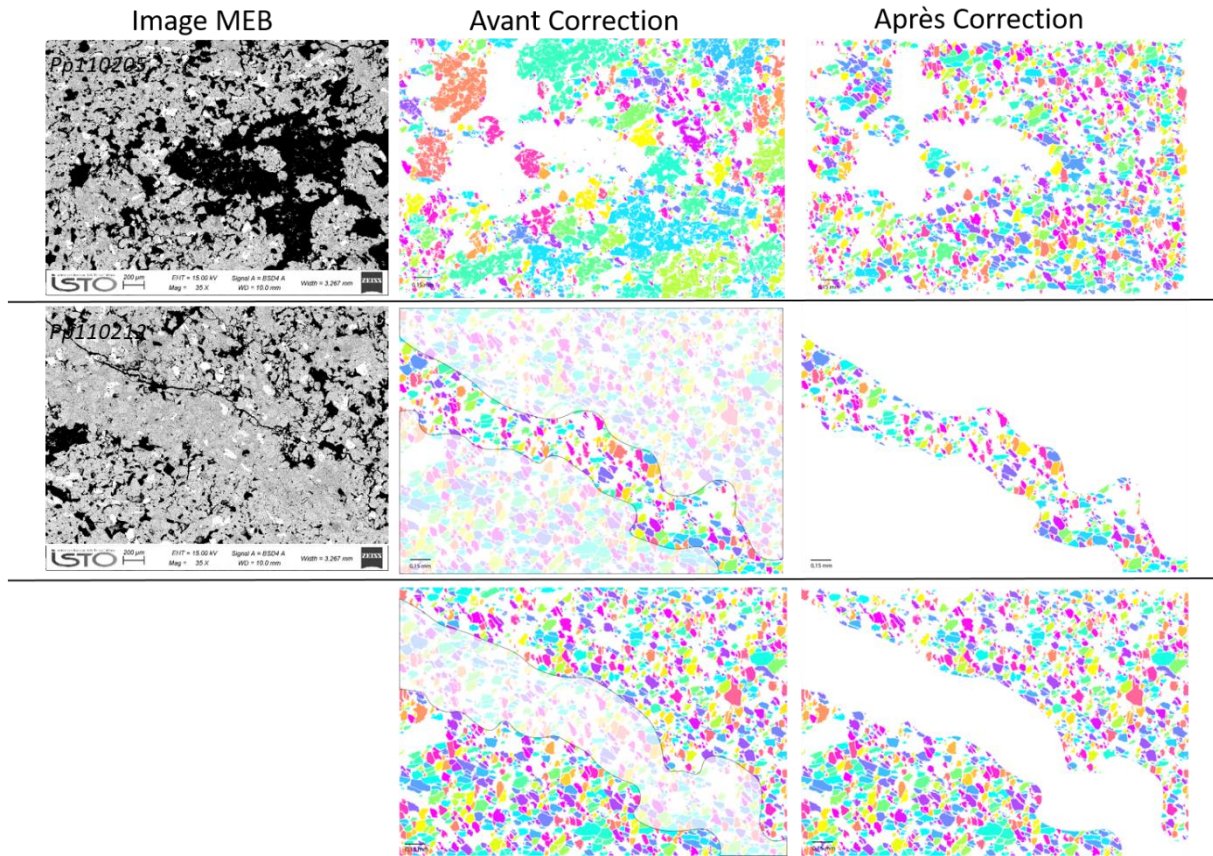
A)



B)



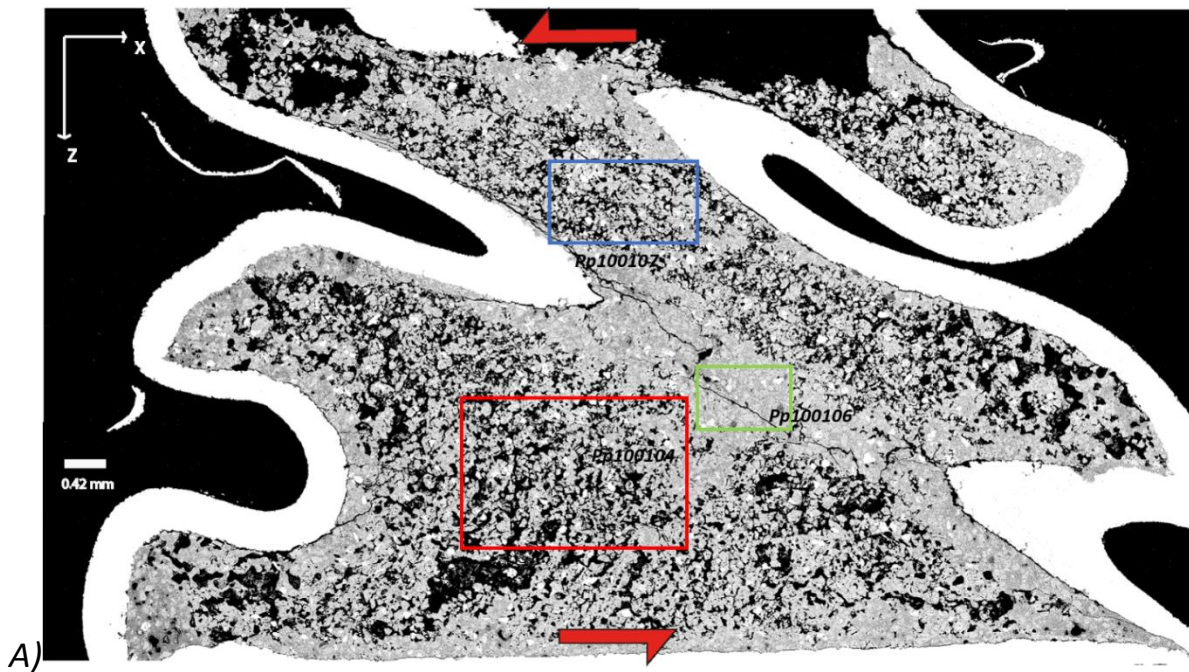
Annexes



C)

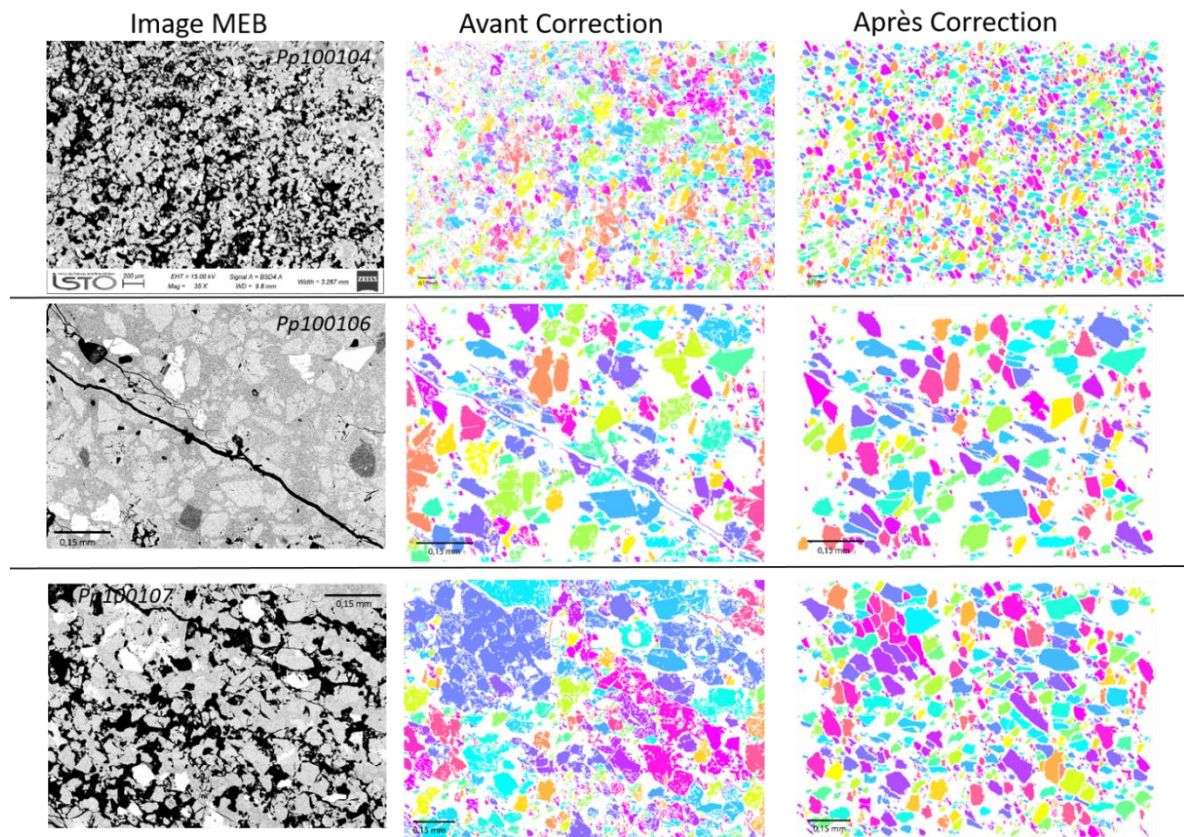
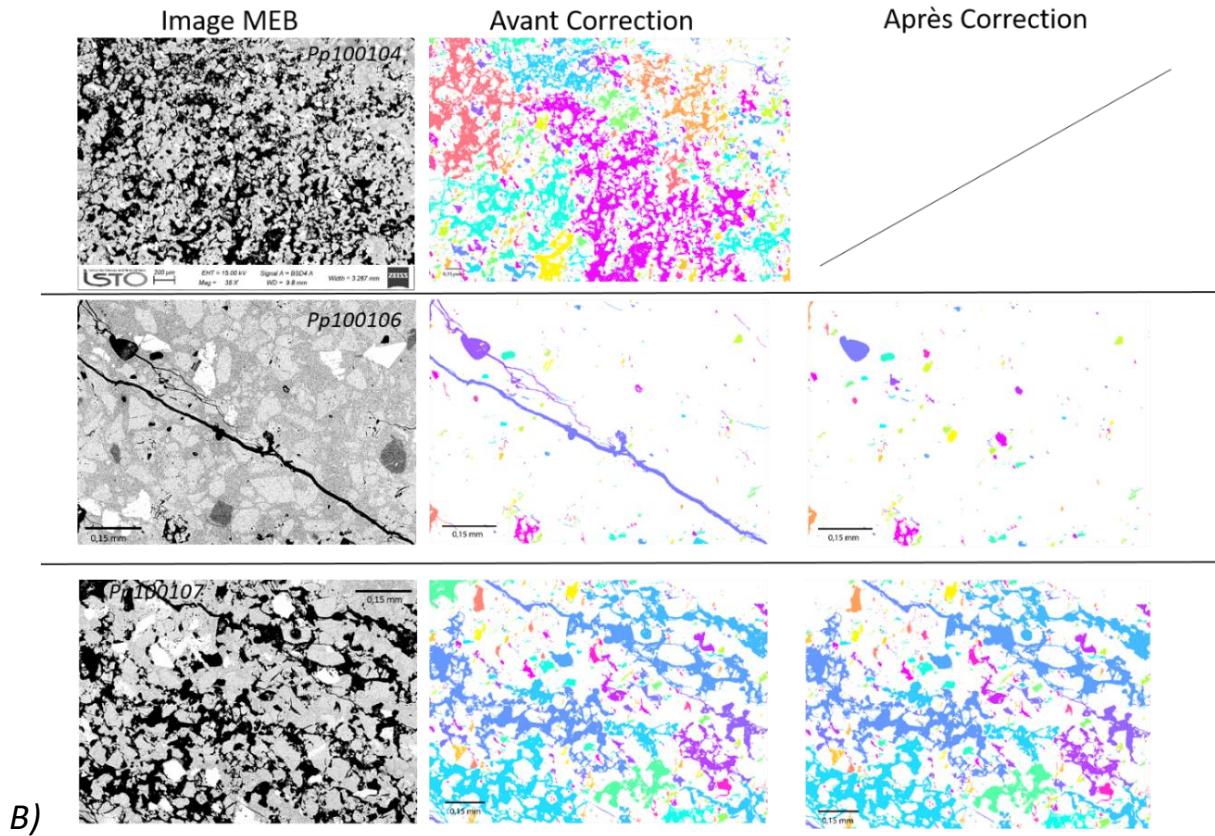
$\gamma=1.5$

Panorama 1





Annexes





Panorama 2

A)

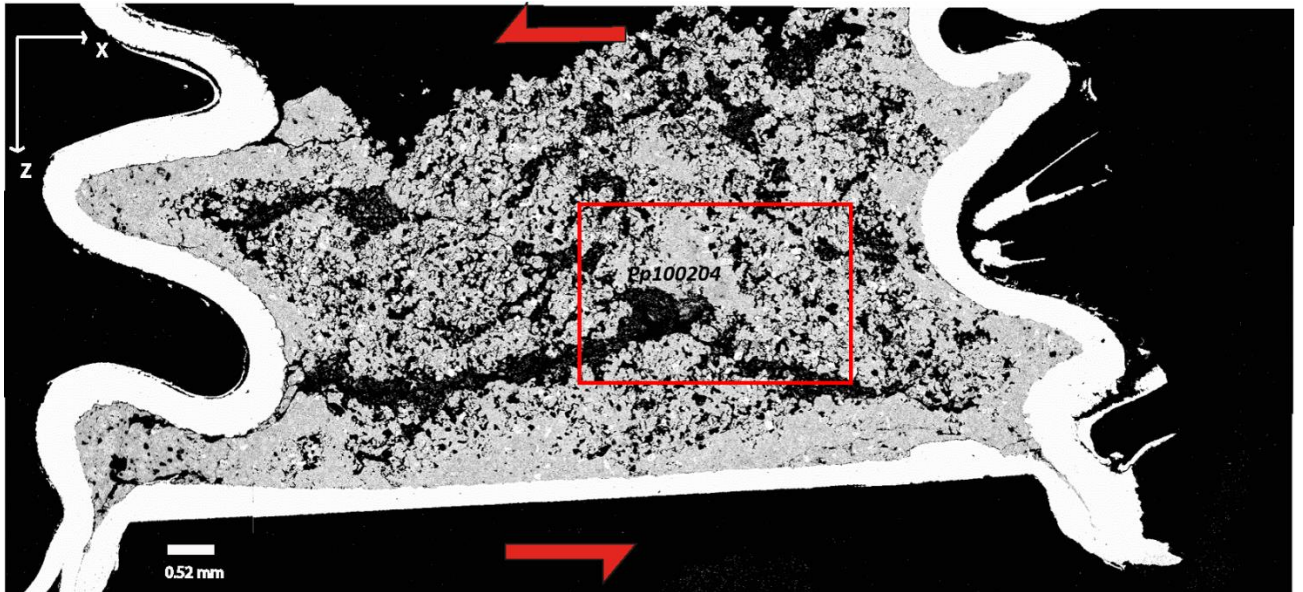
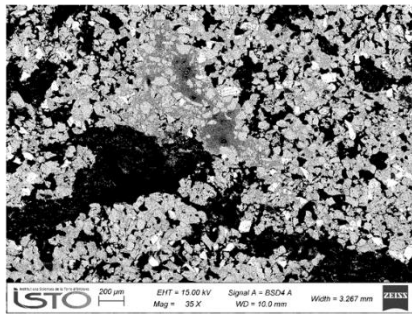
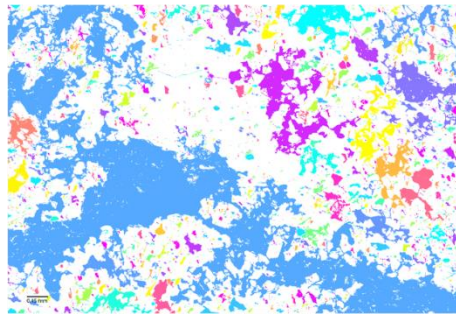


Image MEB

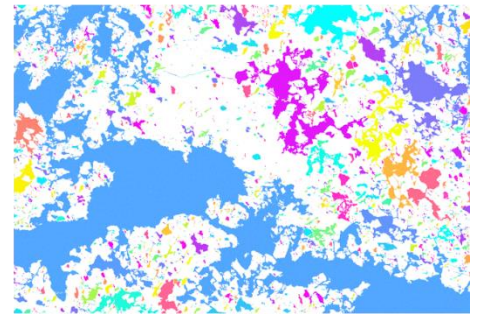


Pp100204

Avant Correction

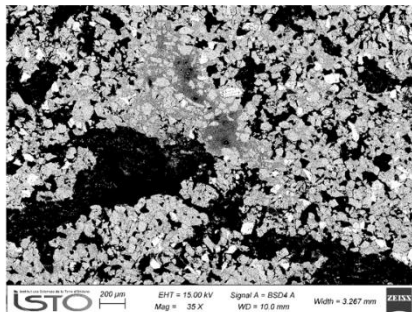


Après Correction



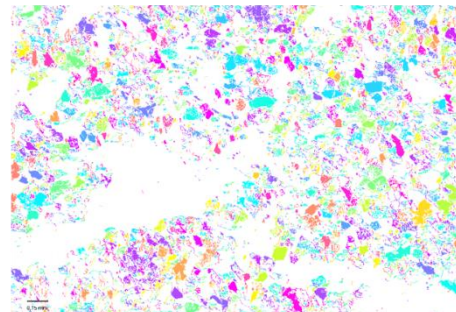
B)

Image MEB



Pp100204

Avant Correction

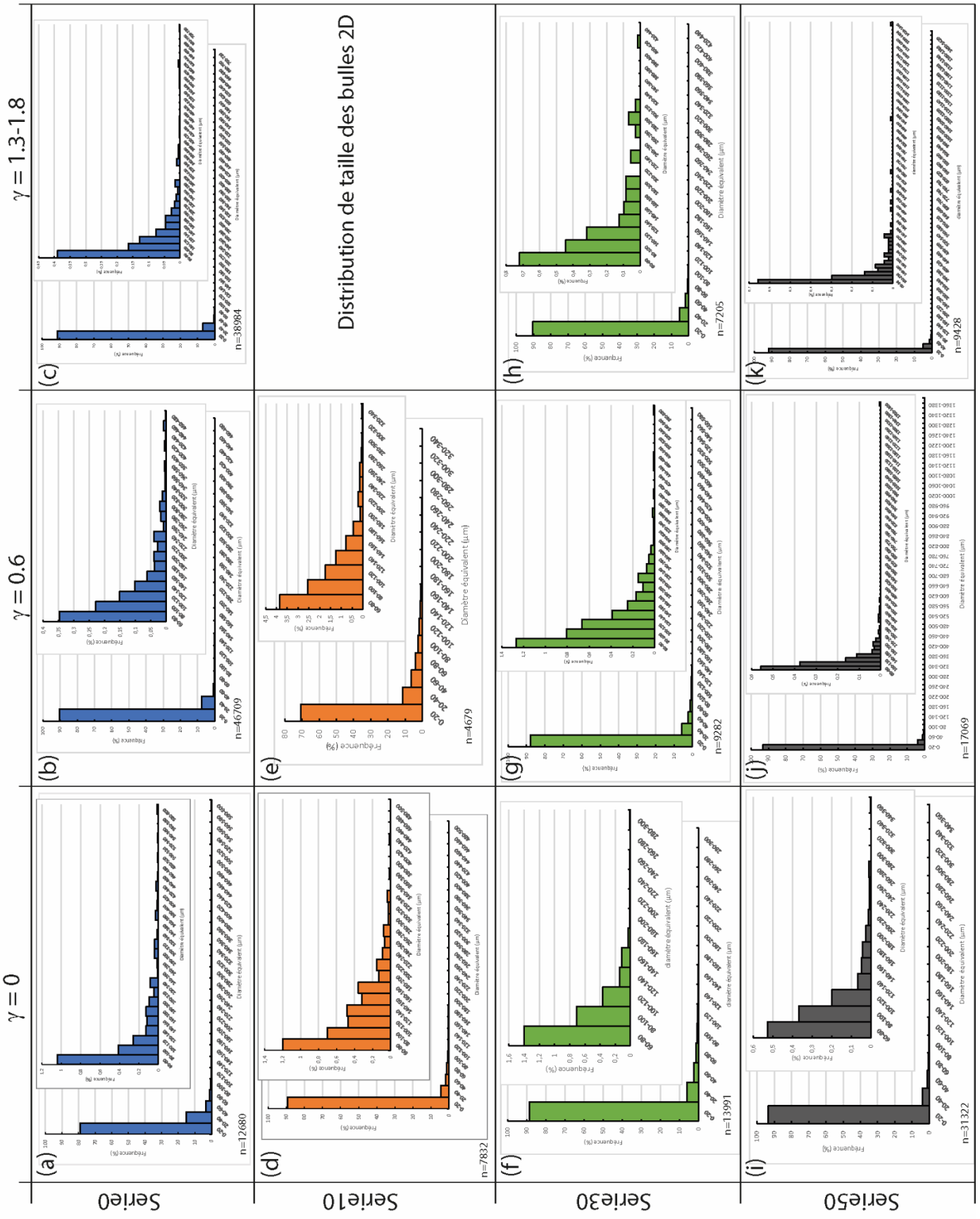


Après Correction



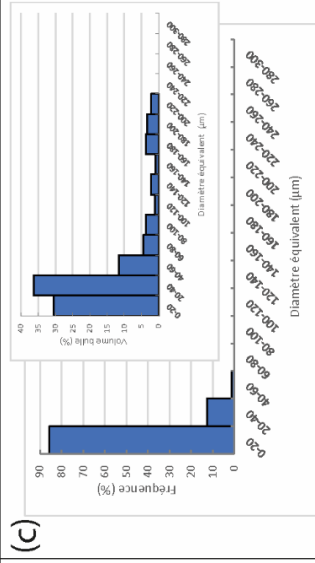
C)

# Annexe B: Distribution de taille des bulles 2D



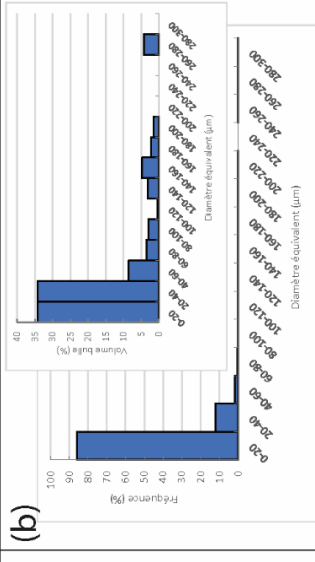
# Annexe C: Distribution de taille des bulles 3D

$\gamma = 1.3-1.8$



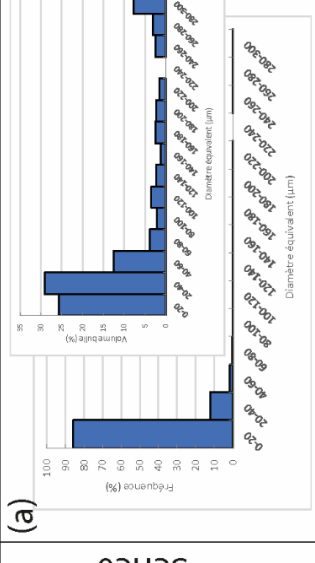
(c)

$\gamma = 0.6$



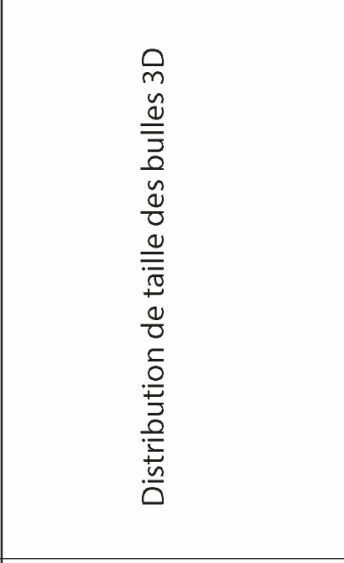
(b)

$\gamma = 0$

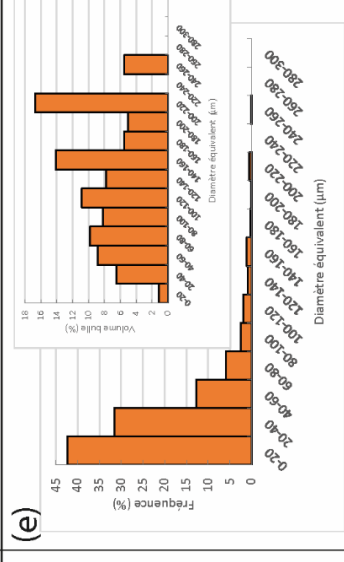


(a)

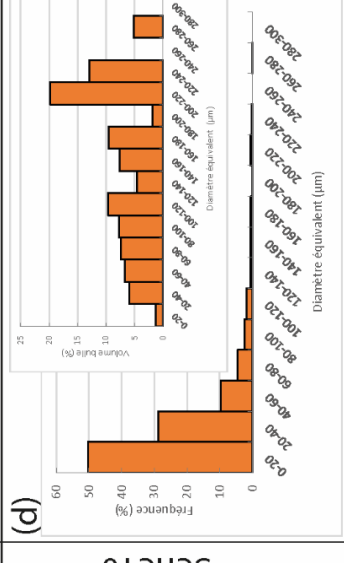
Distribution de taille des bulles 3D



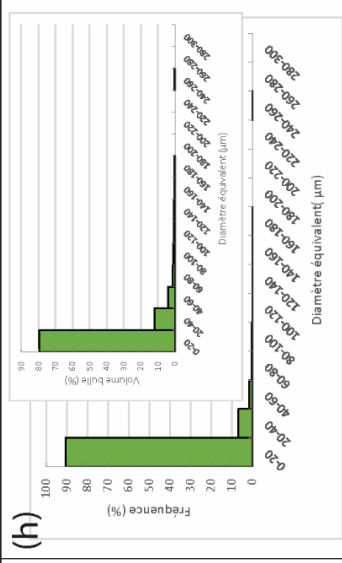
(e)



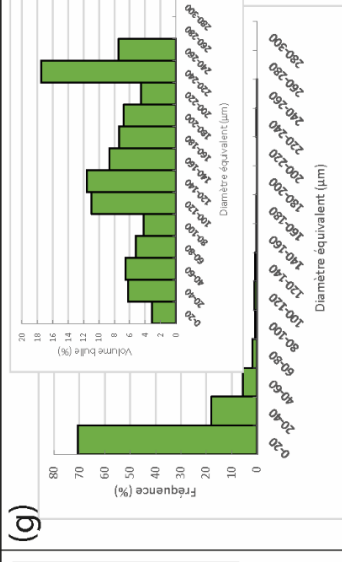
(d)



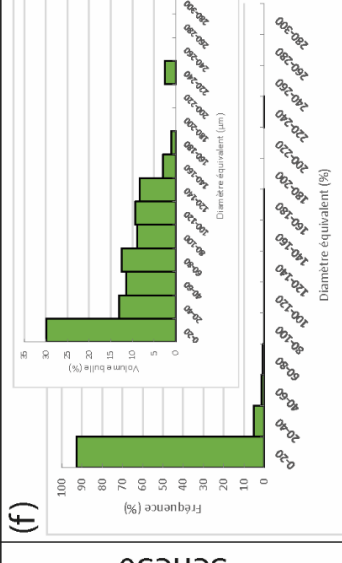
(f)



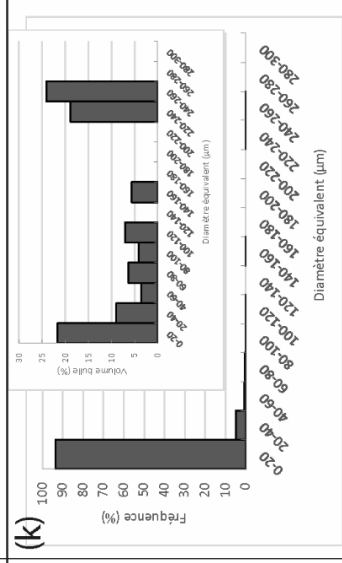
(h)



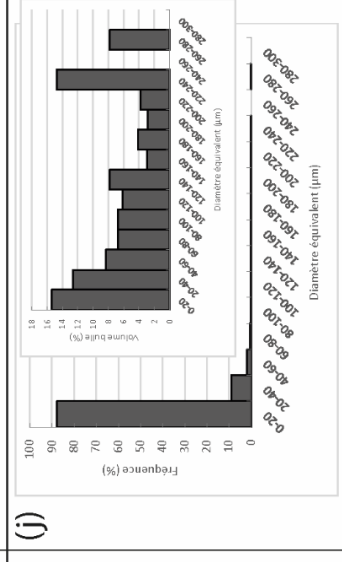
(g)



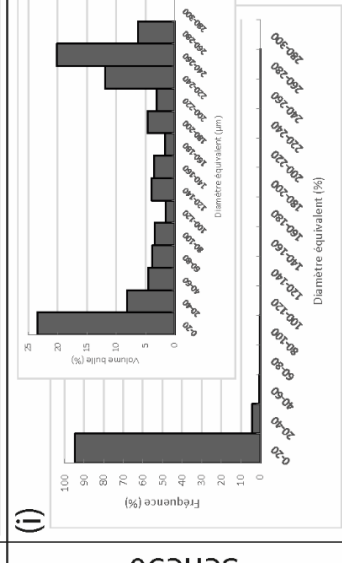
(i)



(k)



(j)



(l)

Serie0

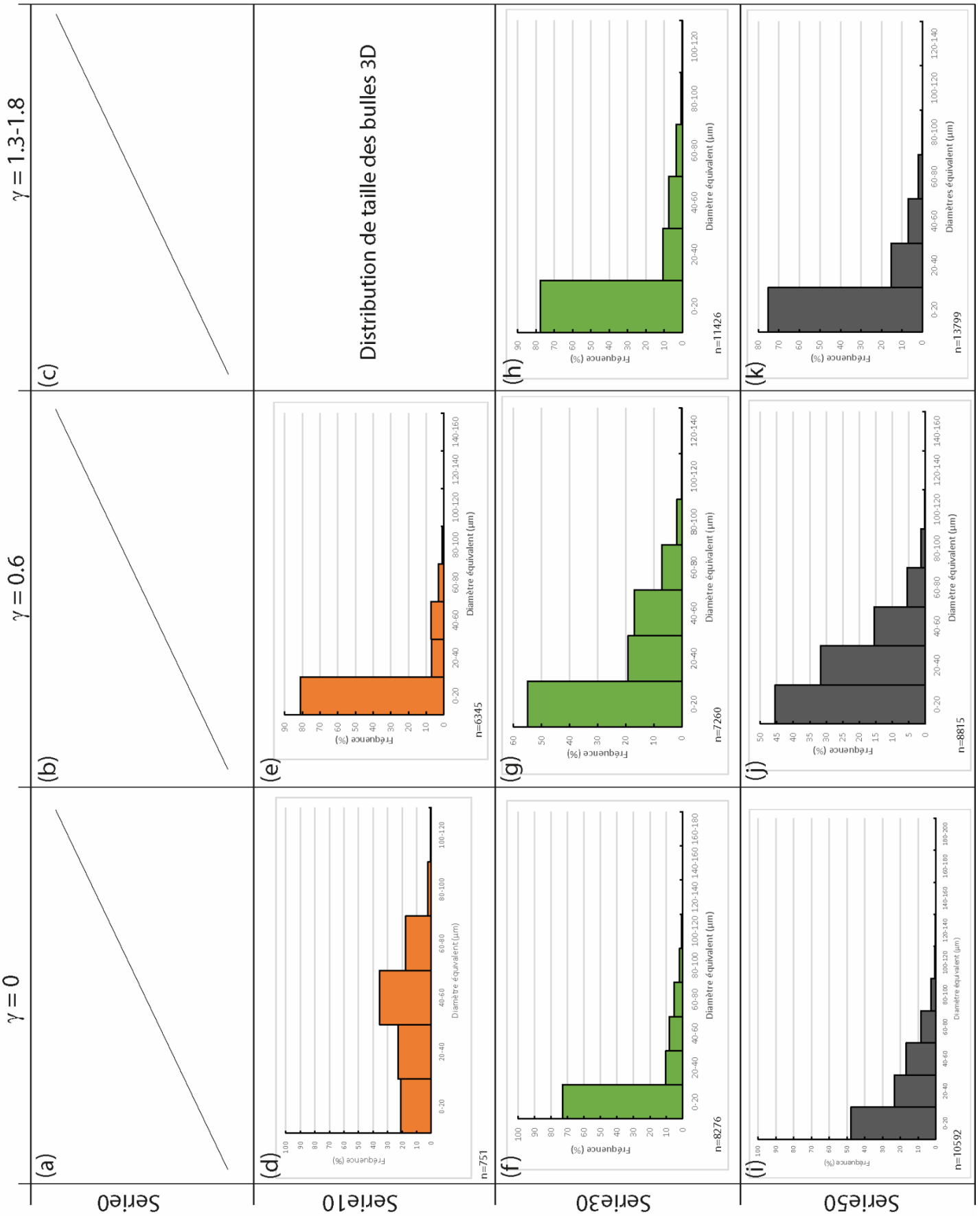
Serie10

Serie30

Serie50



# Annexe D: Distribution de taille des cristaux 2D



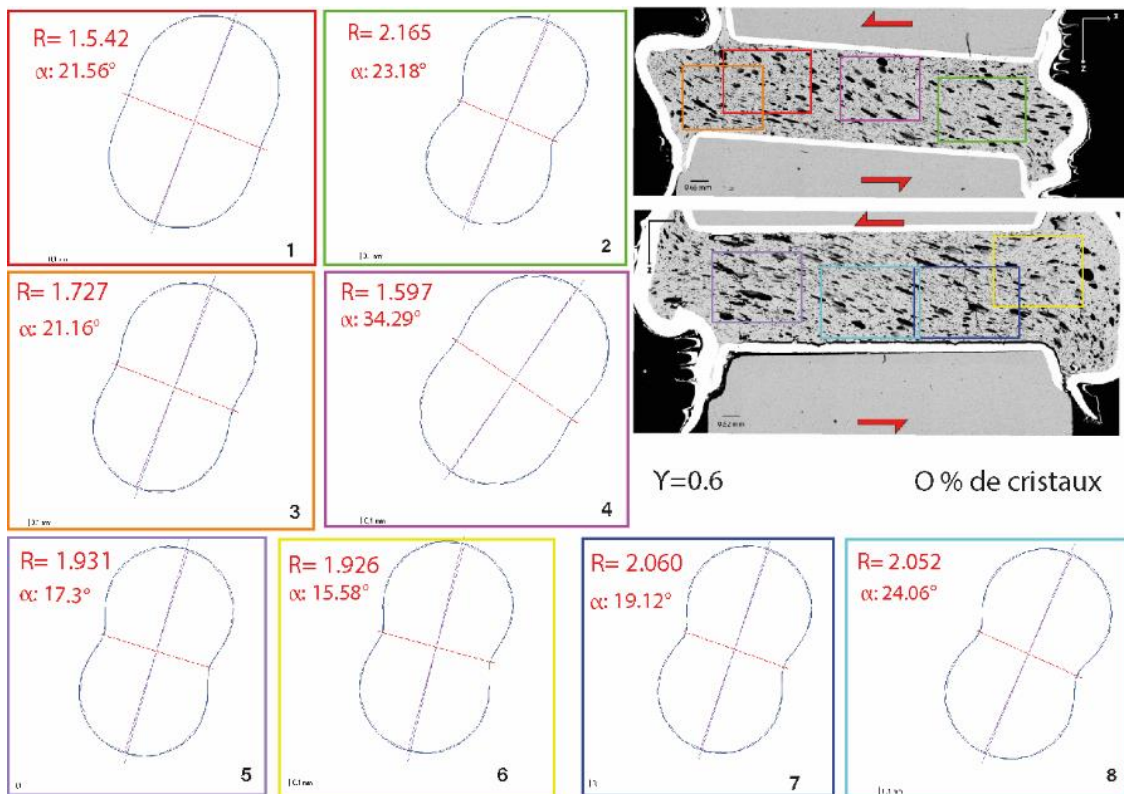
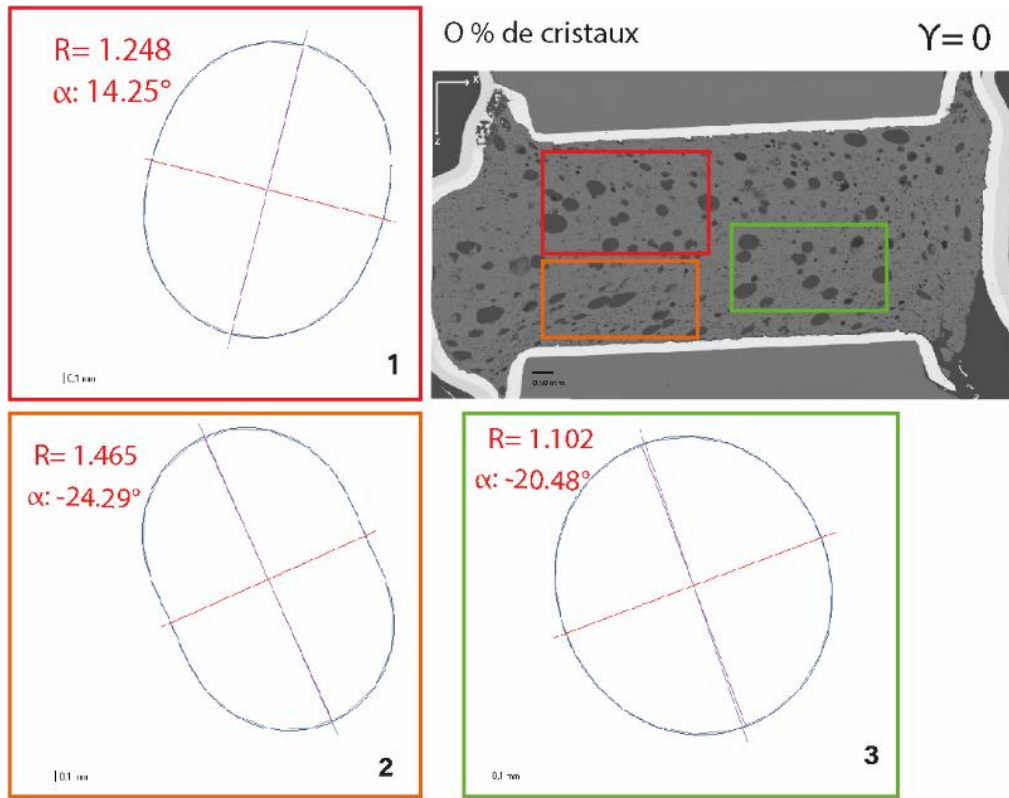


## Annexe E: Orientation préférentielle et excentricité des bulles 2D

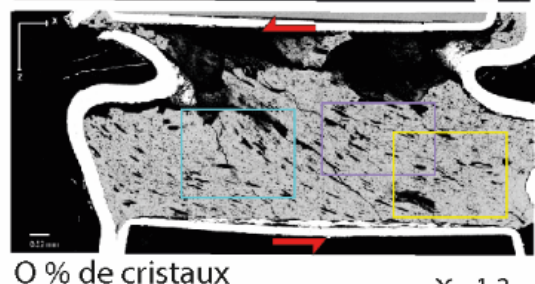
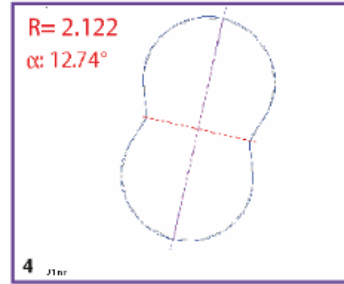
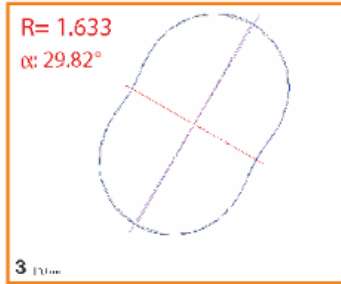
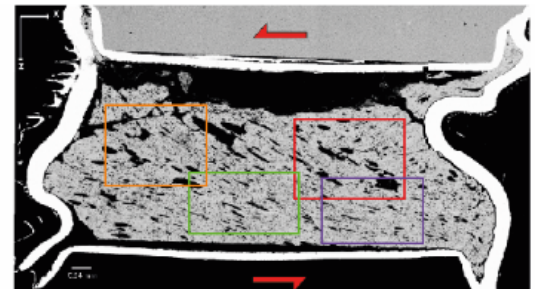
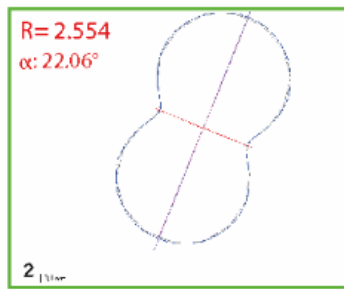
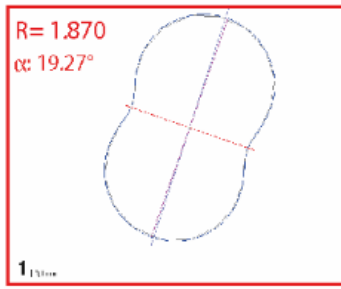
Série	Y	Echantillons	R=a/b	$\alpha$ °
0% cristaux	0	Pp170201	1,248	14,25
	0	Pp170203	1,102	-20,48
	0	Pp170204	1,465	-24,29
	0,6	Pp160102	1,542	21,56
	0,6	Pp160103	2,165	23,18
	0,6	Pp160104	1,727	21,16
	0,6	Pp160105	1,597	34,29
	0,6	Pp160201	1,931	17,3
	0,6	Pp160202	1,926	15,58
	0,6	Pp160203	2,06	19,12
	0,6	Pp160204	2,052	24,06
	1,3	Pp150101	1,87	19,27
	1,3	Pp150102	2,554	22,06
	1,3	Pp150103	1,633	29,82
	1,3	Pp150104	2,122	12,74
	10% cristaux	1,3	Pp150201	2,035
1,3		Pp150202	1,65	30,08
1,3		Pp150203	2,375	25,21
0		Pp50207	1,026	42,71
0		Pp50206	1,023	30,58
0		Pp50203	1,022	36,42
0		Pp50201	1,01	64,76
0		Pp50101	1,109	1,85
0		Pp5-2	1,012	-57,6
0,6		Pano7-pano2_2_int	1,346	30,9
30% cristaux	0,6	Pano7-pano2_2_ext	1,312	36,09
	0,6	Pp70303	1,308	39,18
	0,6	Pp7-pano-2test	1,122	11,78
	0,6	Pp70309	1,33	10,6
	0	Pp604	1,016	-53,67
	0	Pp613	1,013	-48,17
	0	Pp602	1,007	76,6
	0,6	Pp80101	1,067	43,68
	0,6	Pp80102	1,06	51,51
	0,6	Pp80109	1,043	19,08
50% cristaux	0,6	Pp80110	1,04	16,8
	1,8	Pp90107*	1,013	42,75
	1,8	Pp90113*	1,064	33,81
	1,8	Pp90111	1,061	11,13
	1,8	Pp90112	1,05	71,04
	1,8	Pp90114*	1,024	33,02
	0	Pp120106	1,057	16,33
	0	Pp120107	1,037	-84,11
	0	Pp120206	1,014	7,01
	0	Pp120211	1,064	13,9
50% cristaux	0	Pp120302	1,058	-19,17
	0,6	Pp110110	1,013	68,22
	0,6	Pp110111	1,055	40,44
	0,6	Pp110112	1,019	55,85
	0,6	Pp110113	1,025	84,35
	0,6	Pp110114	1,057	-11,97
	0,6	Pp110205	1,041	-3,42
	0,6	Pp110212-int	1,026	-2,39
	0,6	Pp110212-ext	1,029	32,81
	1,5	Pp100104*	1,005	-21,96
	1,5	Pp100106	1,046	-42,44
	1,5	Pp100107*	1,078	28,58
	1,5	Pp100204*	1,027	30

*Synthèse de l'orientation préférentielle ( $\alpha$ ) et de la fabrique (R) des bulles pour chaque image analysée par échantillon, pour toutes les séries expérimentales. \* représente les images réalisés dans les zones riches en bulles*

**Série 0% de cristaux**

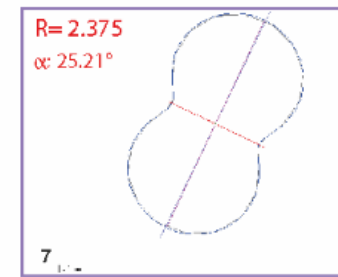
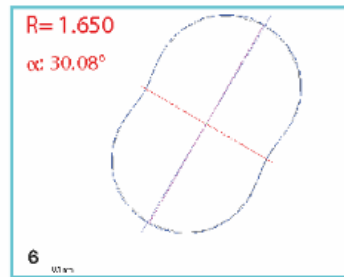
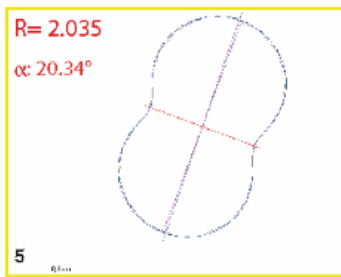


Annexes

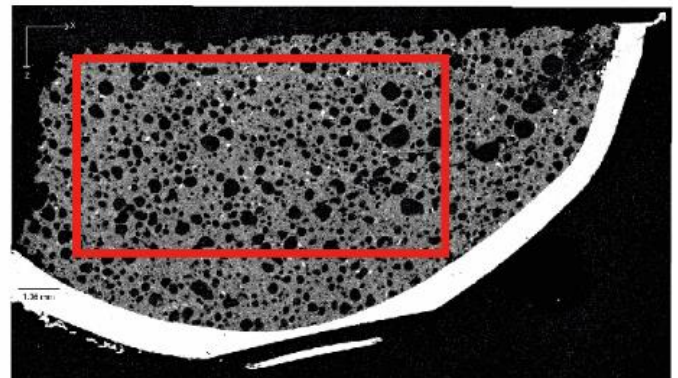
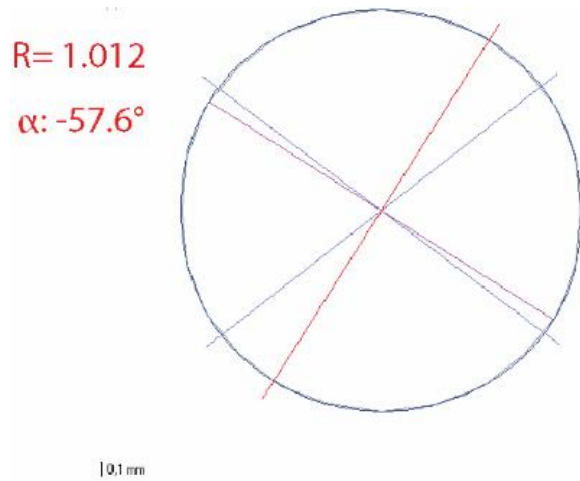


0 % de cristaux

$\gamma=1.3$



**Série 10% de cristaux**

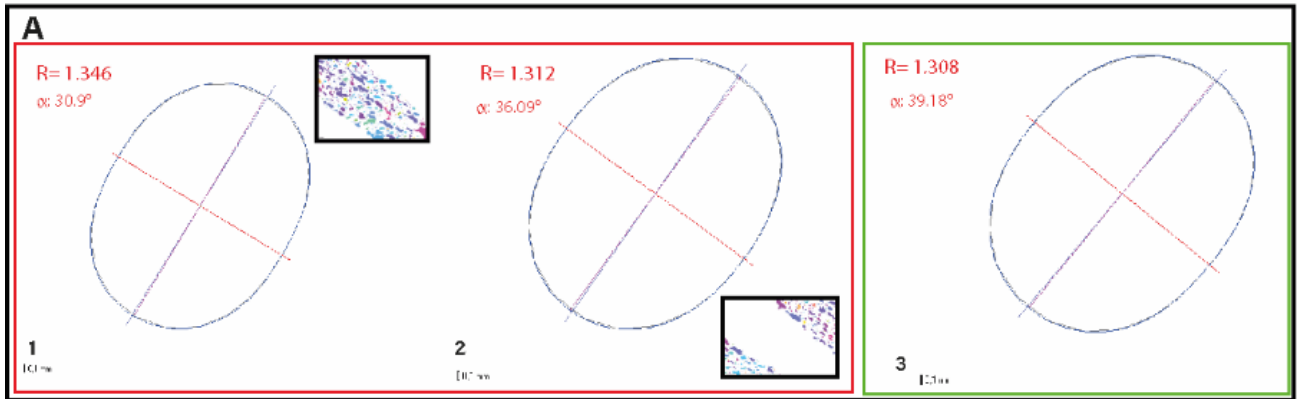


10 % de cristaux

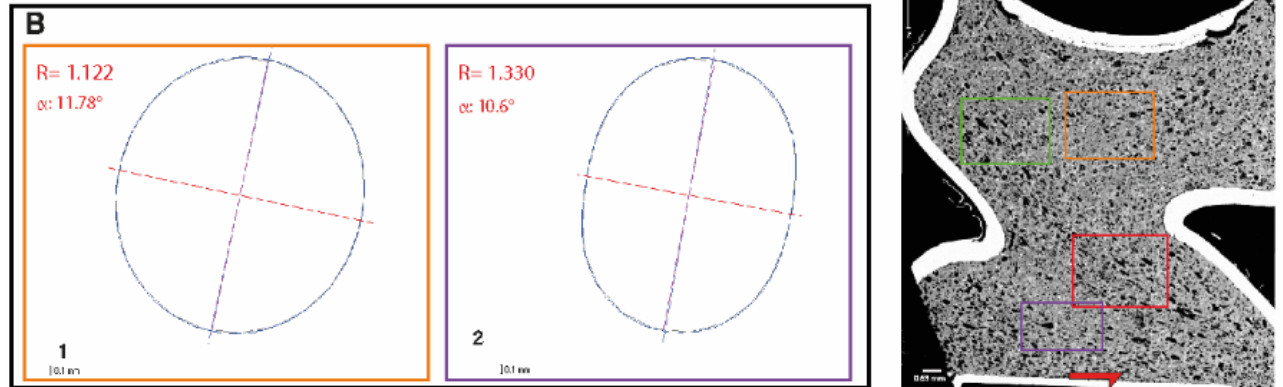
$\gamma=0$

Bande de cisaillement

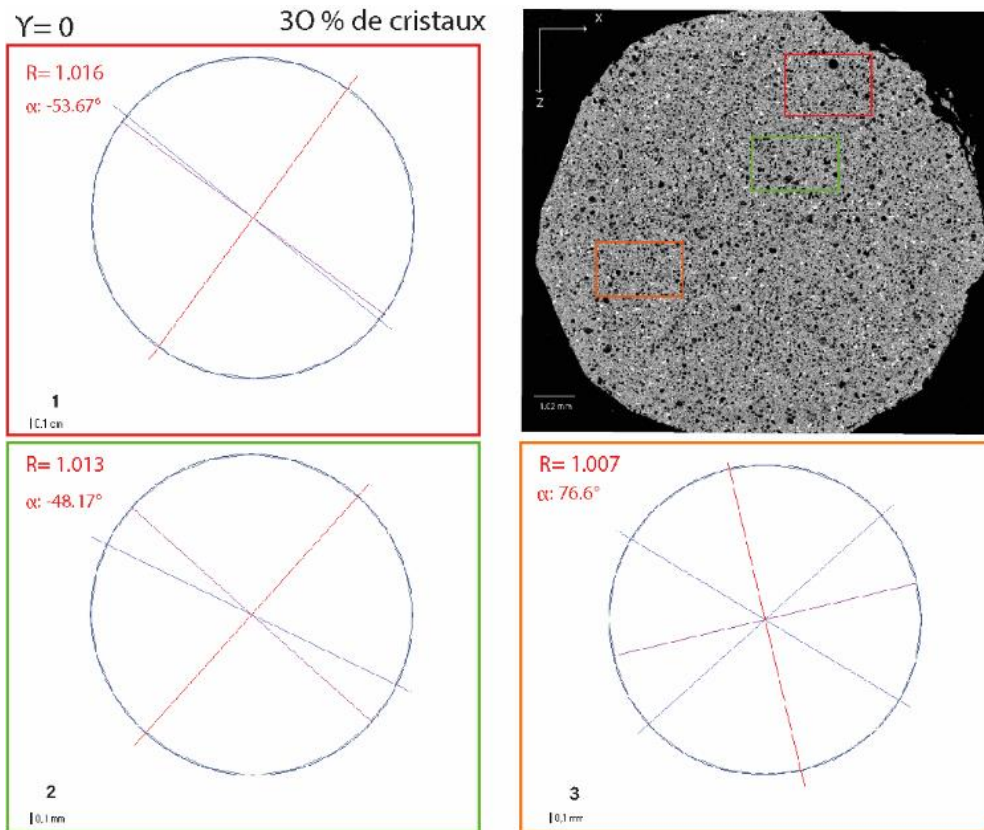
10 % de cristaux  $\gamma = 0.6$



Zone non déformées

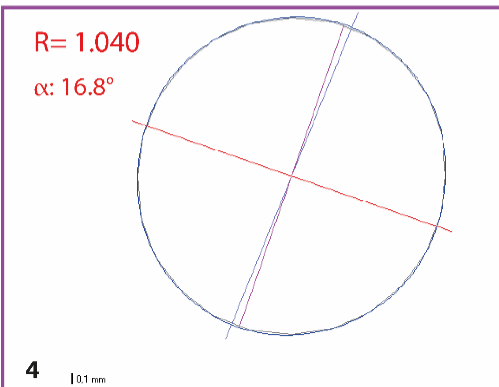
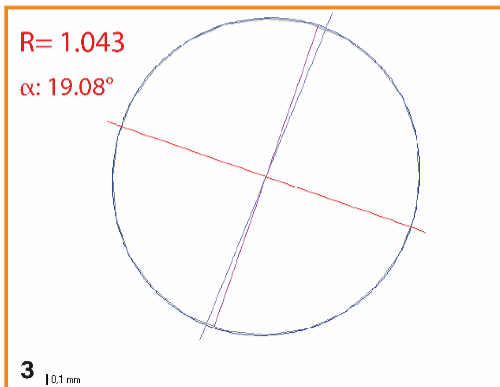
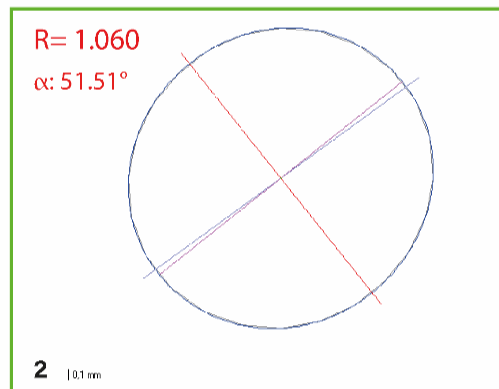
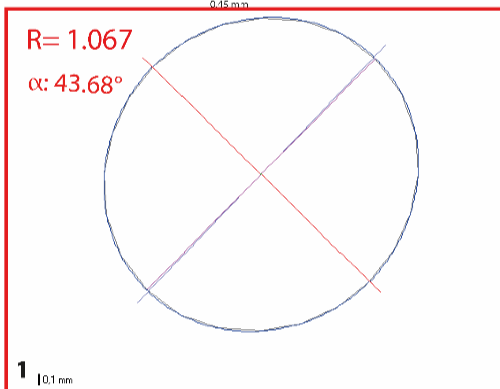
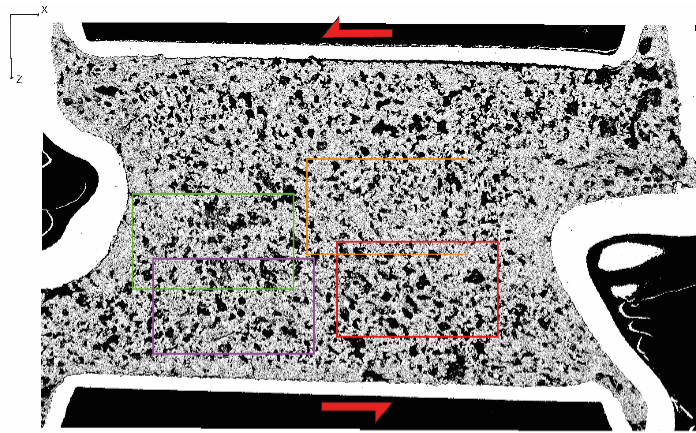


Série 30% de cristaux





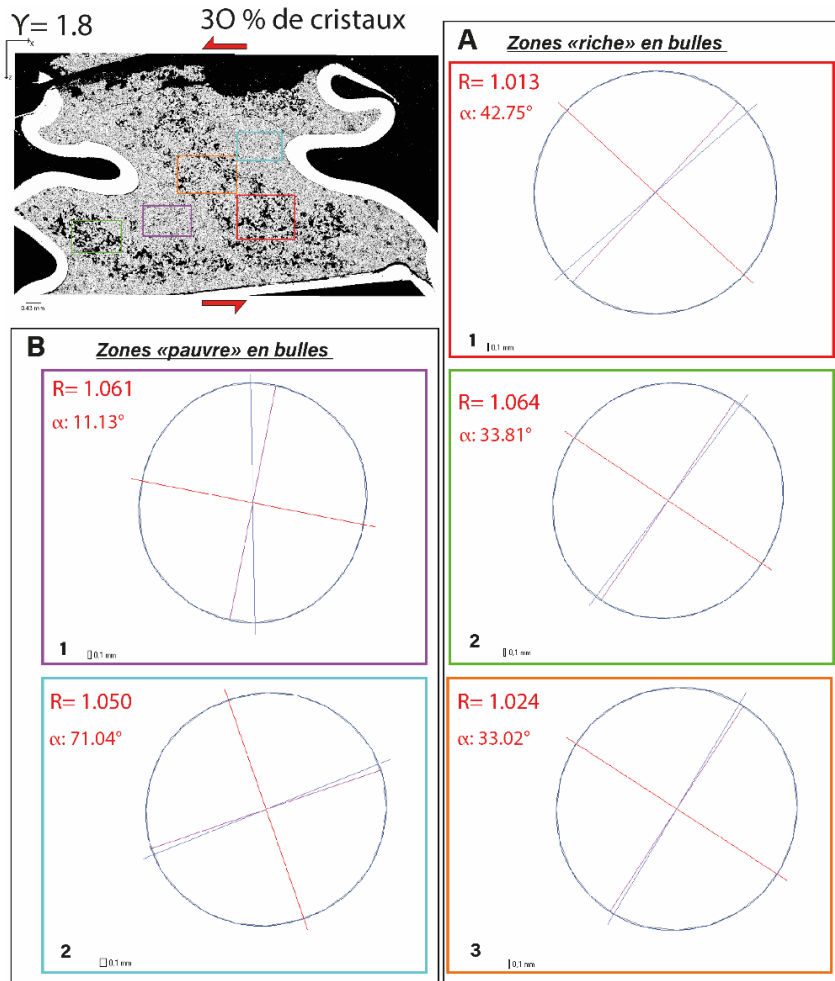
Annexes



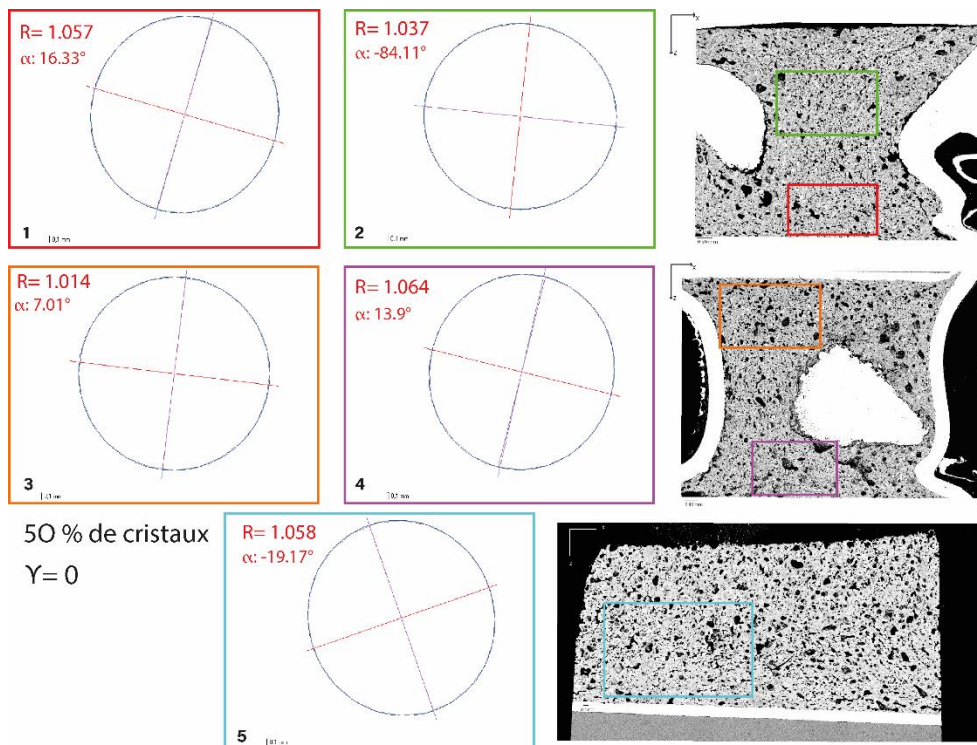
30 % de cristaux

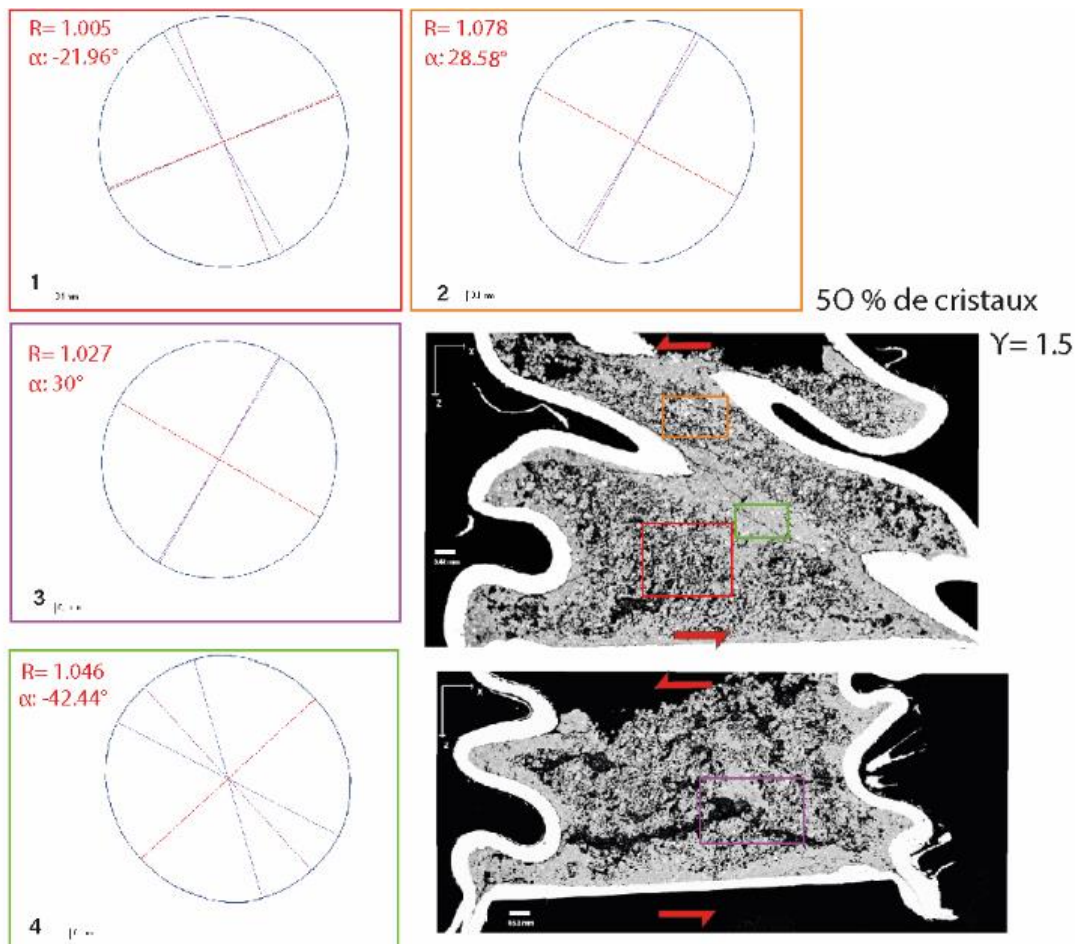
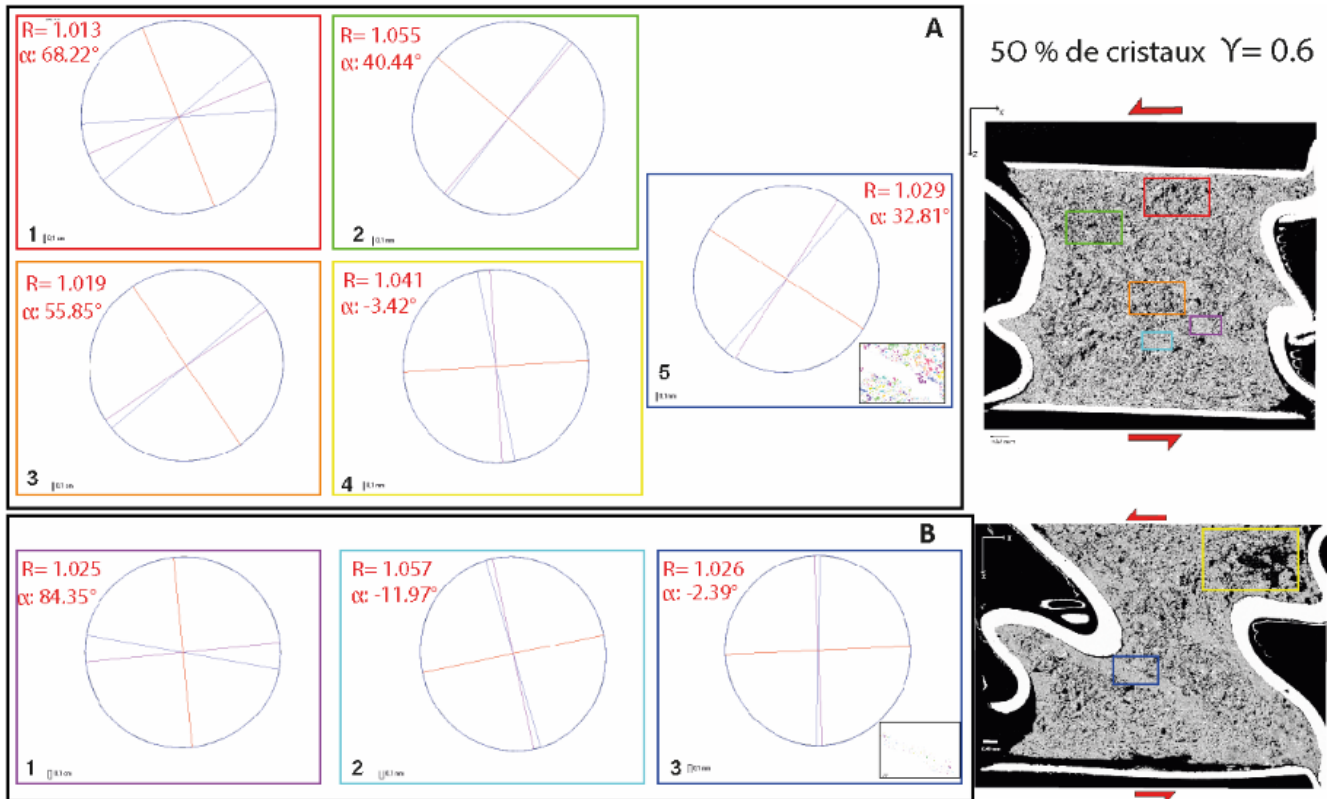
$\gamma = 0.6$





**Série 50% de cristaux**





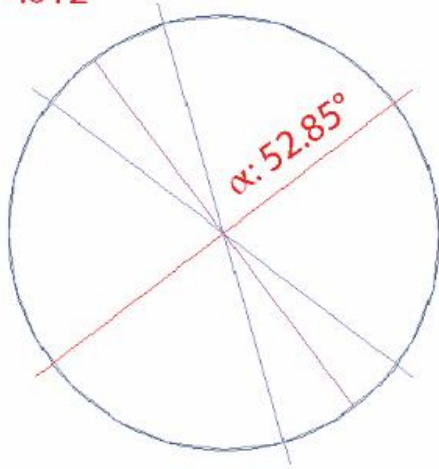
## Annexe F: Orientation préférentielle et excentricité des cristaux 2D

Série	$\Upsilon$	Echantillons	R=a/b	$\alpha^\circ$
10% cristaux	0	Pp50207	1,117	-17,84
	0	Pp50206	1,012	23,41
	0	Pp50203	1,027	8,45
	0	Pp50201	1,01	50,89
	0	Pp50101	1,041	-24,16
	0	Pp5-2	1,012	52,85
	0,6	Pano7-pano2_2_int	1,09	19,41
	0,6	Pano7-pano2_2_ext	1,135	13,99
	0,6	Pp70303	1,05	19,41
	0,6	Pp7-pano-2test	1,061	5,72
	0,6	Pp70309	1,077	6,19
30% cristaux	0	Pp604	1,065	79,19
	0	Pp613	1,015	21,34
	0	Pp602	1,019	31,52
	0,6	Pp80101	1,078	83,84
	0,6	Pp80102	1,025	30,21
	0,6	Pp80109	1,041	21,77
	0,6	Pp80110	1,045	97,95
	1,8	Pp90107	1,019	12,26
	1,8	Pp90113	1,065	40,59
	1,8	Pp90111	1,031	12,43
	1,8	Pp90112	1,049	32,52
	1,8	Pp90114	1,051	33,01
50% cristaux	0	Pp120106	1,04	40,4
	0	Pp120107	1,022	55,69
	0	Pp120206	1,027	75,88
	0	Pp120211	1,14	15,4
	0	Pp120302	1,061	10,58
	0,6	Pp110110	1,058	42,93
	0,6	Pp110111	1,066	33,75
	0,6	Pp110112	1,027	17,83
	0,6	Pp110113	1,066	27,79
	0,6	Pp110114	1,082	18,96
	0,6	Pp110205	1,045	21,27
	0,6	Pp110212-int	1,075	27,76
	0,6	Pp110212-ext	1,069	27,06
	1,5	Pp100104	1,038	27,8
	1,5	Pp100106	1,12	28,2
	1,5	Pp100107	1,089	31,07
1,5	Pp100204	1,06	26,19	

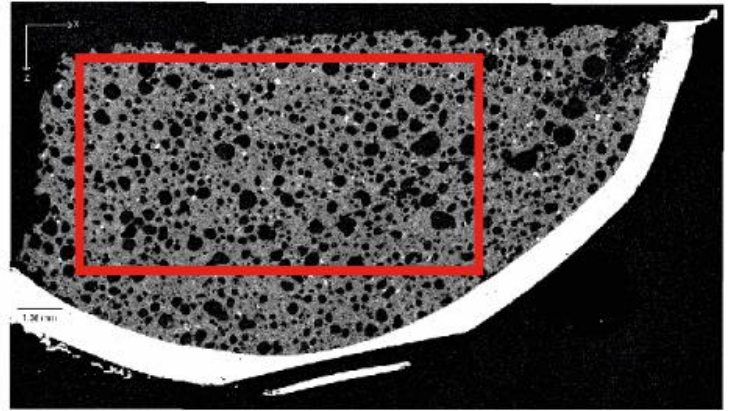
*Synthèse de l'orientation préférentielle ( $\alpha$ ) et de la fabrique (R) des cristaux pour chaque image analysée par échantillon, pour toutes les séries expérimentales*

**Série 10% de cristaux**

R= 1.012



10,1 mm

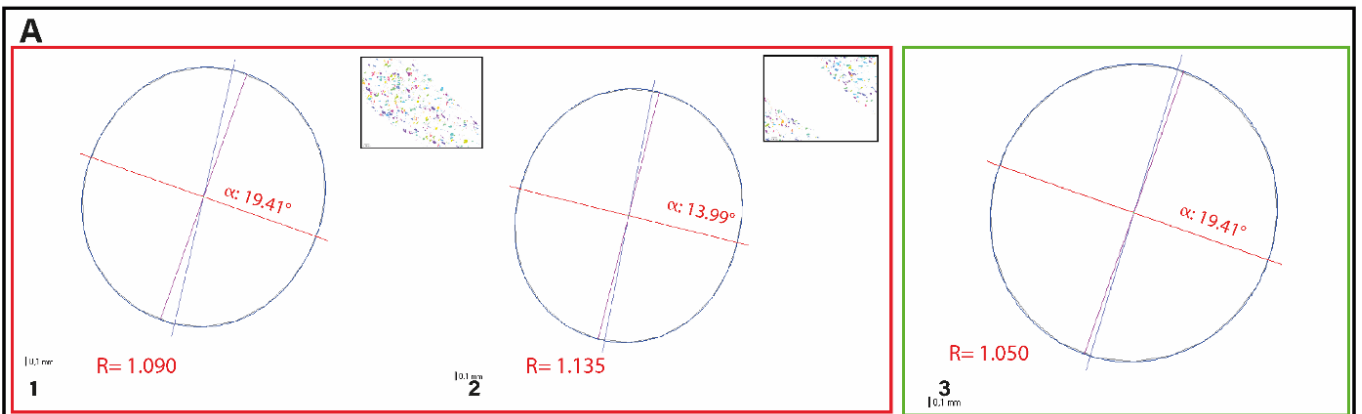


10 % de cristaux

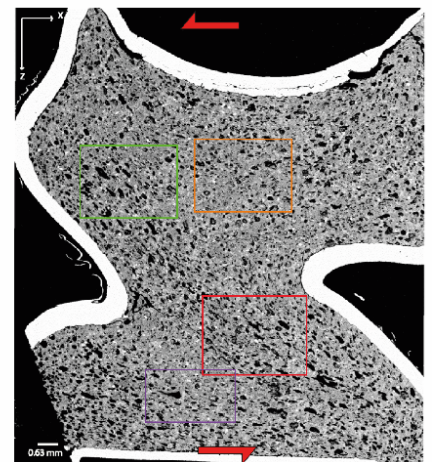
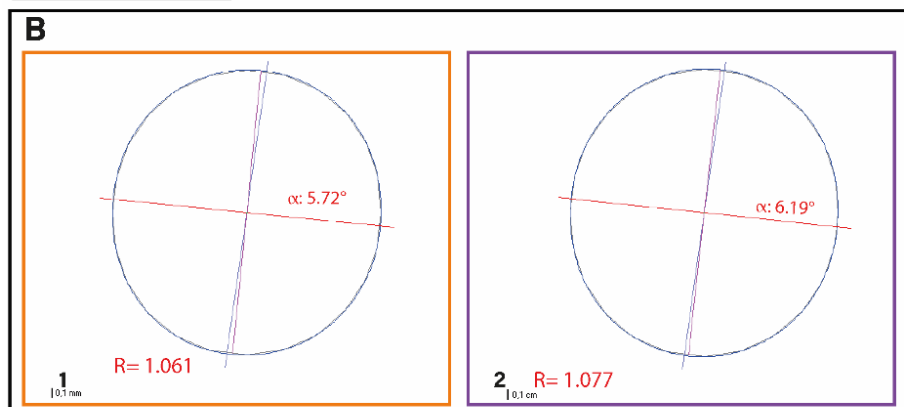
$\gamma = 0$

**Bande de cisaillement**

10 % de cristaux  $\gamma = 0.6$

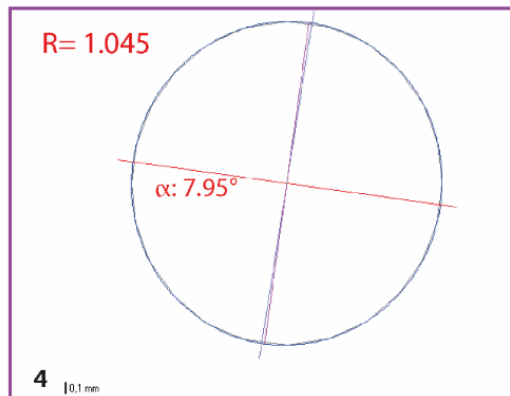
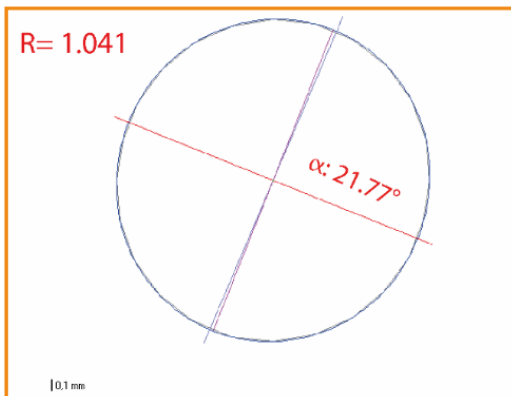
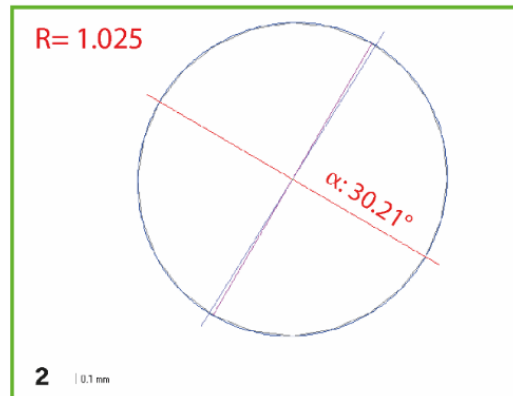
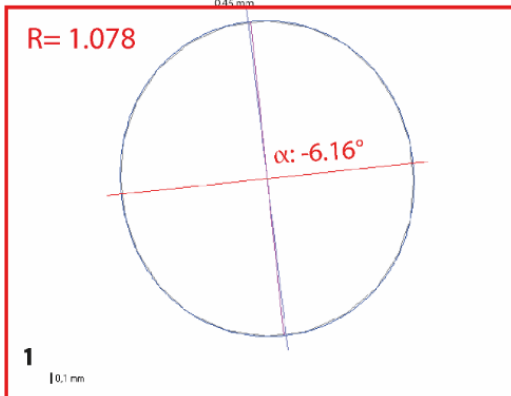
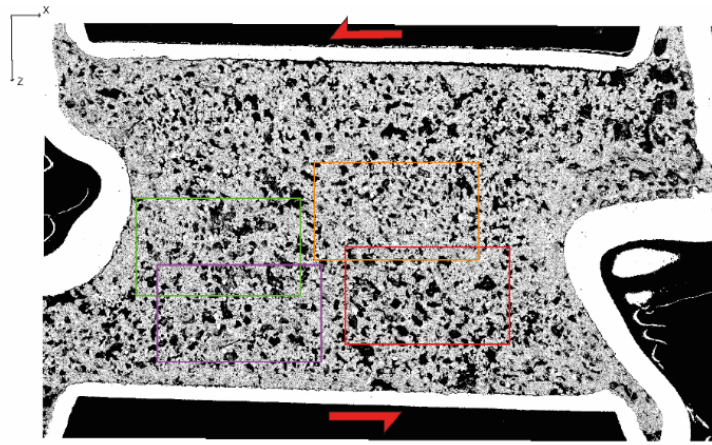


**Zone non déformées**





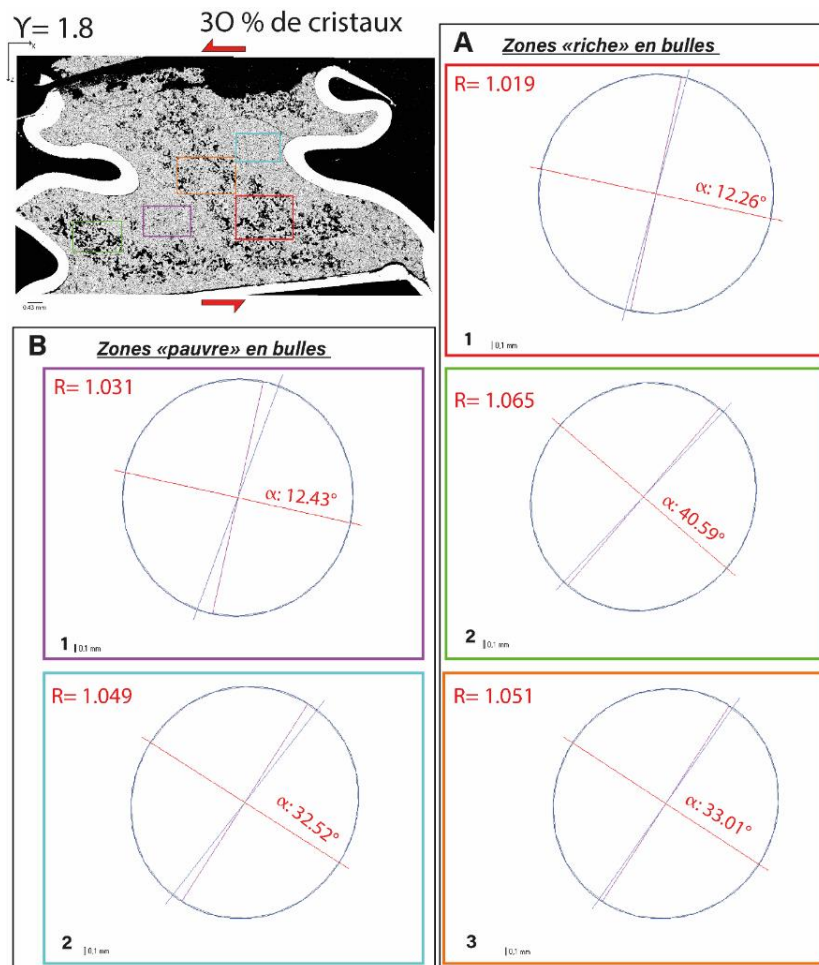
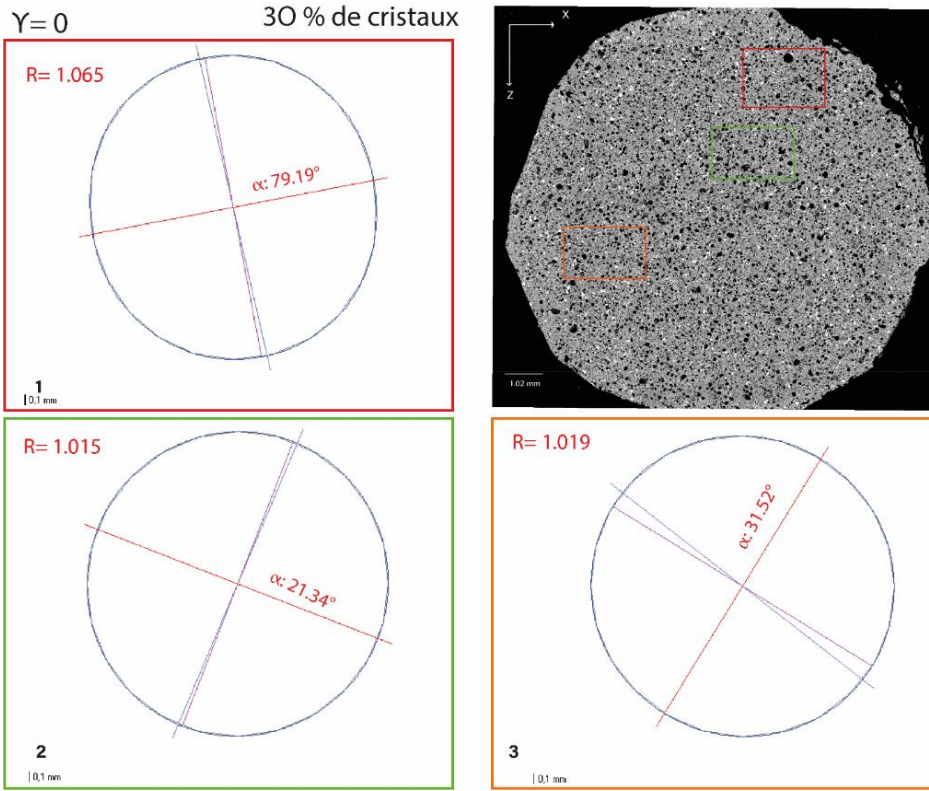
**Série 30% de cristaux**



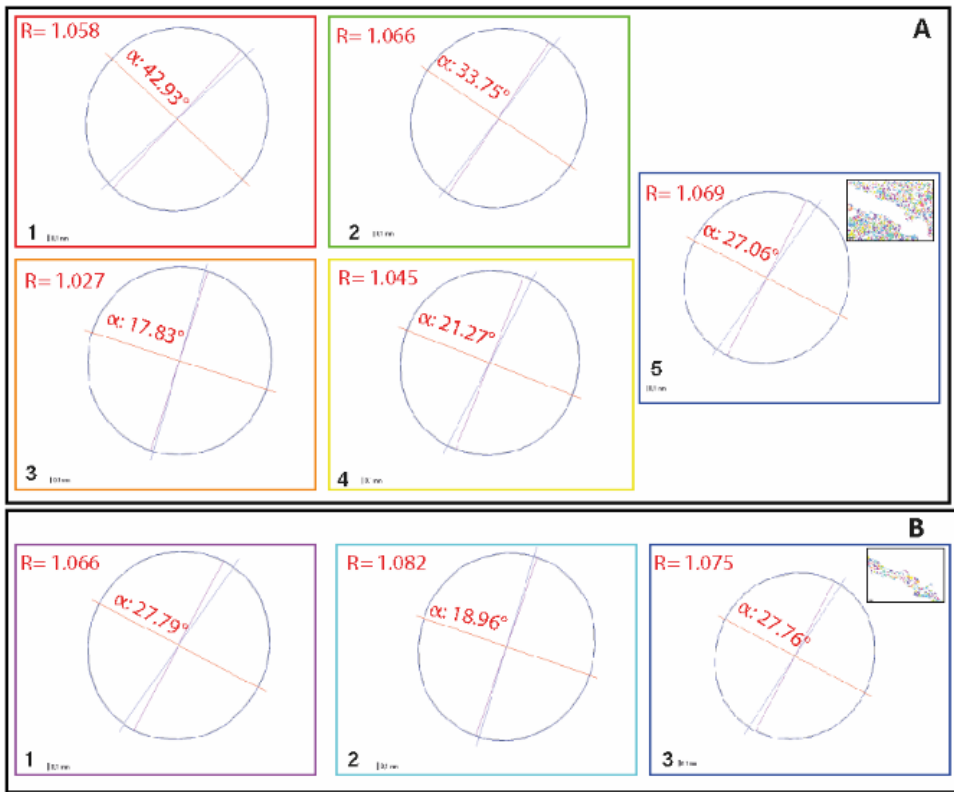
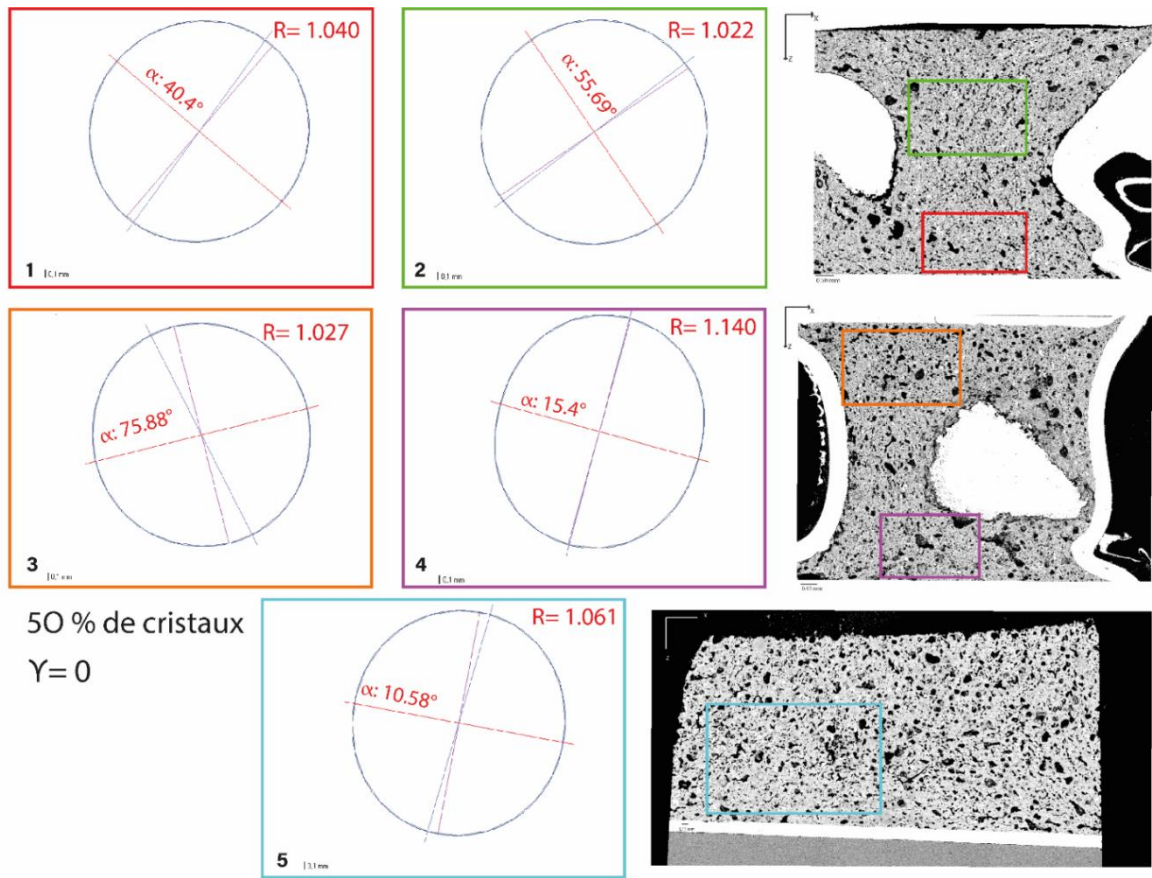
30 % de cristaux

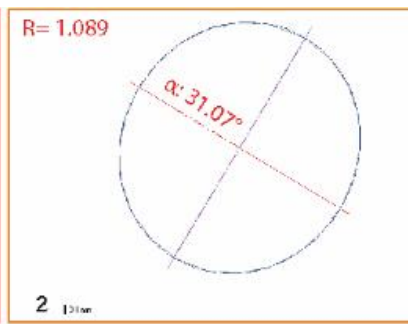
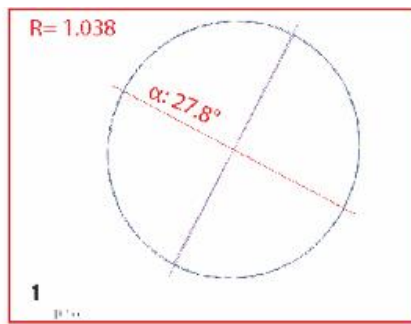
$\gamma = 0.6$



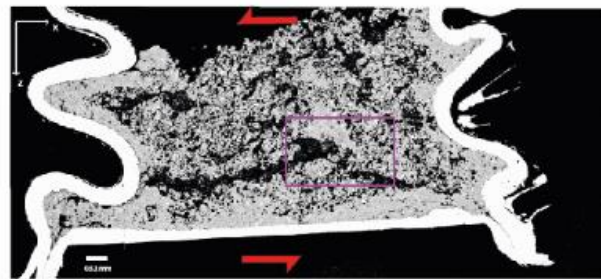
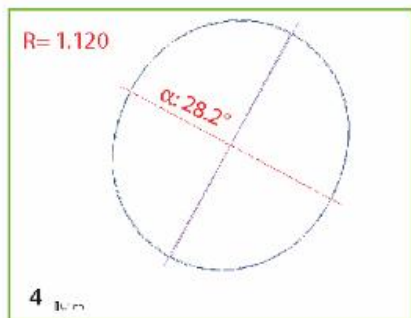
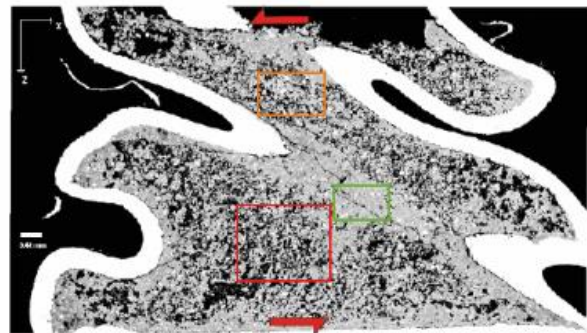
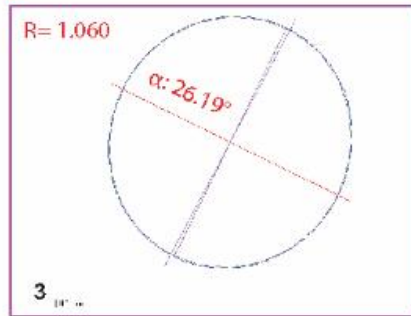


**Série 50% de cristaux**





50 % de cristaux



## **Annexe G: Analyse 2D Vs 3D**

### **Evolution du rapport de forme 2D versus 3D des bulles**

La Figure G.1 montre une évolution relativement similaire du rapport de forme des bulles en 2D et en 3D avec la déformation. On constate que pour les séries peu ou pas cristallisées ce rapport de forme augmente avec la déformation. En effet, les analyses 2D mettent en évidence une anisotropie de la fabrique de bulle augmentant avec la déformation et la mise en place d'une orientation préférentielle des bulles. Alors que pour les séries les plus cristallisées on observe peu d'évolution de ce rapport de forme avec une fabrique de bulle qui tend vers l'isotropie.

Cette analyse est réalisée sur le même volume que pour l'analyse de la distribution de taille des bulles (chapitre 5), mais pas sur l'ensemble des bulles. En effet, les bulles tronquées par un des côtés du volume ne sont pas présent en compte. Ces bulles, notamment pour les séries les plus cristallisées, peuvent faire partie d'un réseau de bulles connectées.

C'est-à-dire que pour les échantillons les plus cristallisés et les plus déformés, une partie de la population des bulles, celles formant les réseaux connectés, n'est pas présent en compte. Néanmoins, malgré cela on constate que les données 3D suivent relativement bien les données 2D (Figure G.1).

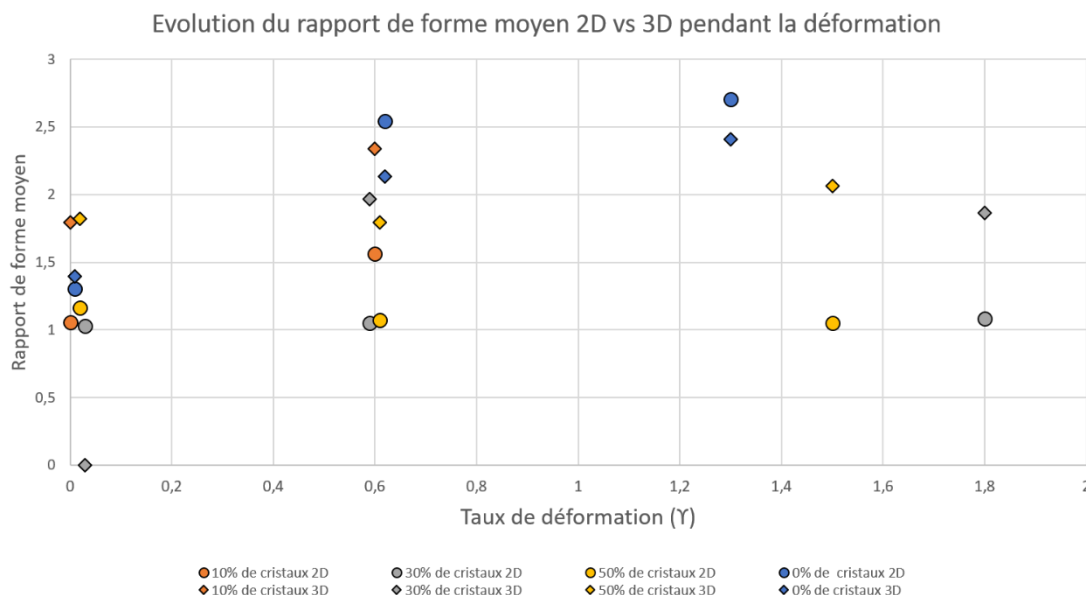


Figure G.1 : Graphique montrant l'évolution des rapports de forme des bulles pour l'ensemble des séries pendant la déformation obtenue par l'analyse 2D et 3D

## Densité numérique de bulle 2D versus 3D

L'analyse de la densité numérique des bulles 3D a été réalisée sur le volume total des bulles comme pour l'analyse de la distribution de taille. On constate que les données 3D suivent bien les données 2D. On observe cependant, que les BND moyenne calculées en 3D sont plus importante que celle obtenus en 2D essentiellement dû au fait qu'en 3D nous mesurons des volumes ( $m^3$ ) alors qu'en 2D nous mesurons des surface ( $m^2$ ). Toutefois, on observe une évolution similaire des données en 2D et en 3D (Figure G.2) mettant en évidence une faible évolution de la BND avec la déformation pour l'ensemble des séries.

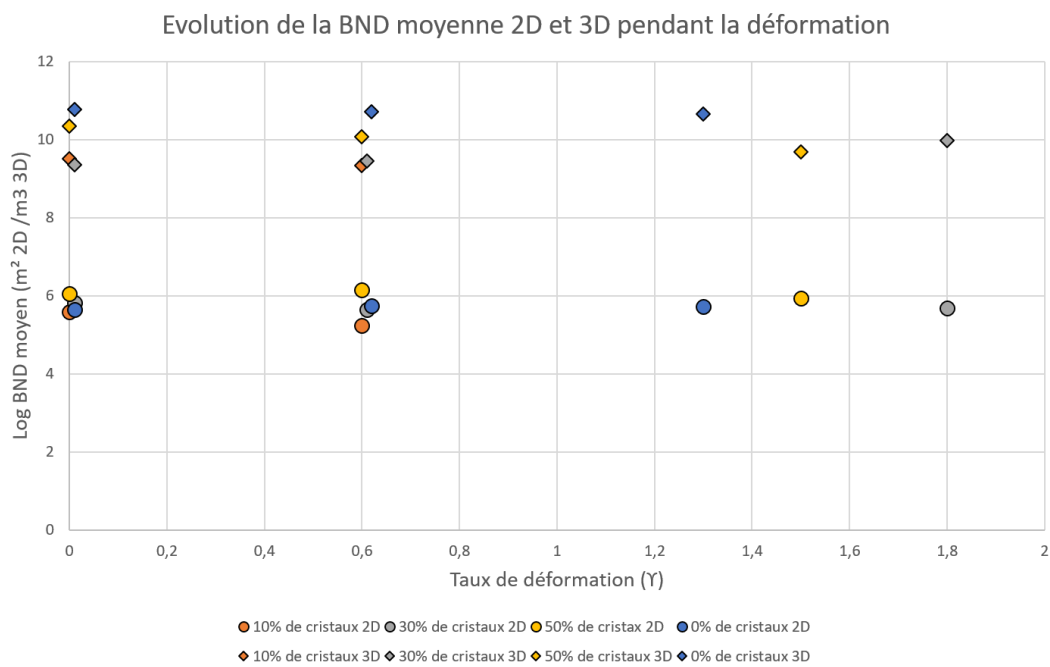
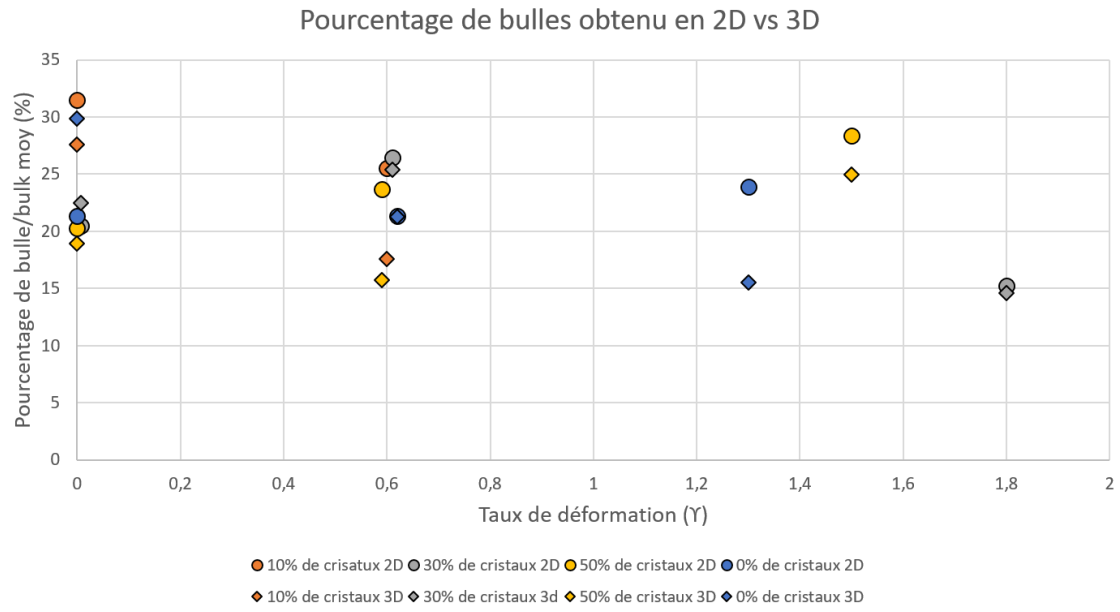


Figure G.2 : Graphique montrant l'évolution des rapports de forme des bulles pour l'ensemble des séries pendant la déformation obtenue par l'analyse 2D et 3D

## Porosité 2D versus 3D

Tout comme les analyses précédentes, la porosité a également été analysé en 2D et en 3D. Cependant, contrairement à ces dernières, l'analyse de la porosité 3D a été réalisé sur un volume de 1000 pixel de côté soit 1.4 mm. Permettant ainsi d'analyser l'ensemble de la porosité de l'échantillon. La Figure G.3 montre ainsi les porosités obtenues par l'analyse 2D et 3D pour l'ensemble des échantillons des quatre séries en fonction du taux de déformation. On constate ainsi que les porosités obtenues en 2D et 3D sont relativement similaires ( $\pm 10\%$ ), ce qui témoigne d'une bonne qualité des mesures.





*Figure G.3 : Graphique montrant l'évolution des pourcentages de bulles pour l'ensemble des séries pendant la déformation obtenue par l'analyse 2D et 3D.*

## **Annexe H: Article**

### **Bubble connectivity in experimentally-sheared crystal-bearing silicic melts**

**Camille DAFFOS, Caroline MARTEL, Laurent ARBARET, Rémi CHAMPALLIER**

*Institut des Sciences de la Terre d'Orléans (ISTO), Univ. Orléans, CNRS, BRGM, UMR  
7327, Orléans, France*

For submission to EPSL

#### **Abstract**

The explosivity of an eruption is mainly controlled by the gas ability to escape the magma column, with pressurised gases retained in melt likely triggering explosive events whereas magmas permeable to gases may emplace effusively. In order to evaluate the explosive potential of shallow magmas, we investigated the influence of crystal content and shear on the development of bubble connectivity in bubble- and crystal-bearing silicic melts. The pre-deformed samples contain 0 to 50 vol% of plagioclase crystals (40-90  $\mu\text{m}$  size) in a hydrated haplogranitic melt with 20-30 vol% vesicularity mainly consisting of decompression-induced  $\text{H}_2\text{O}$  bubbles ( $\sim$ 20-250  $\mu\text{m}$  in diameter). The samples were deformed in torsion at temperature of 650 °C (crystal-free) or 750 °C (crystal-bearing), confining pressure of 50 MPa, constant moderate shear rate of  $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , and low strains ( $\gamma < 2$ ). The sample microtextures and three-dimensional pore network show that bubbles are mostly isolated in crystal-poor (0-10 vol%) samples, whereas bubble connection reaches more than 70 % in crystal-rich (30-50 vol%) samples, whether deformed or not. With increasing strain from  $\gamma = 0$  to 2, bubbles re-organise in shear zones by forming channels. Therefore, moderately-porous (20-30 vol%) crystal-rich

magmas emplacing at shallow depths, such as in upper conduits or lava domes, may be highly permeable via a process of gas channelling effective at very low strains ( $\gamma < 2$ ). This implies that violent explosions of lava domes producing devastating surges require additional mechanisms of gas pressurisation in moderately-porous crystal-rich magmas.

## 1. Introduction

The explosivity of an eruption is mainly controlled by the gas ability to escape the magma column, with overpressurised gases trapped in melt likely leading to an explosive eruption, whereas efficient outgassing may lead to an effusive eruption ([Eichelberger et al., 1986](#); [Wood and Koyaguchi, 1994](#)). The conditions under which gas escapes the magma is thus a prerequisite to predict the eruptive dynamics, and depend on an interplay of many parameters involving magma characteristics (e.g., composition, temperature, volatile and crystal contents; [Takeuchi et al., 2021](#); [Popa et al., 2021](#)) and emplacement conditions (e.g. flow and conduit properties, rates of decompression and shear; [Cassidy et al., 2018](#)).

A volatile-bearing magma starts degassing upon ascent by exsolving gases and nucleating bubbles that grow as pressure decreases. In highly viscous magmas (viscosity  $> 10^6$  Pa.s), bubbles are commonly trapped in the melt and cannot easily migrate independently of the liquid to outgas via bubbly flows. If physical and time conditions permit, bubbles connect by coalescing and can develop gas channels that ultimately make the magma permeable to gases, thus allowing outgassing through fractured dome rocks or conduit walls. Rates of gas escape in silica-rich melts are difficult to assess because they depend on intrinsic parameters, such as the bubble characteristics (e.g., vesicularity, [Klug and Cashman, 1996](#); pore aperture size, [Wright et al., 2009](#); [Degruyter et al., 2010](#); bubble number density; [Bain et al., 2019](#); bubble network, [Burgisser et al., 2017](#)), and external parameters related to magma emplacement kinetics.

Among these external parameters, decompression rate has been demonstrated to affect bubble connectivity and permeability. The studies dealing with decompression-induced bubbles developing isotropically highlighted permeability increase at vesicularities mostly >50 vol% (Burgisser and Gardner, 2005; Takeuchi et al., 2005; Okumura et al., 2012; Martel and Iacono-Marziano, 2015). Thereafter, shear has been demonstrated to drastically affect bubble connectivity and permeability, by promoting bubble coalescence (Okumura et al., 2008) and outgassing (Okumura et al., 2009; Shield et al., 2016), but also by alternately favouring and preventing connectivity where deformation resulted in magma compaction (Gonnermann et al., 2017). If magma viscosity and/or shear rate are high enough, permeability development may proceed through magma fracturing (Stasiuk et al., 1996; Tuffen et al., 2003; Castro et al., 2012; Gaunt et al., 2014; Kushnir et al., 2017).

Many studies have been dedicated to pure or crystal-poor melts, but magmas can be highly crystallized, which affects the development of bubble connectivity. Estimates of the percolation threshold commonly range from 30 vol% (Saar and Manga, 1999; Blower, 2001) to 80 vol% vesicularity (Westrich and Eichelberger, 1994; Takeuchi et al., 2008; Wright et al., 2009), with the highest values characterizing rapidly-decompressed crystal-free magmas. Okumura et al. (2012) experimentally decompressed rhyolitic melts containing 30 and 50 vol% corundum crystals, and concluded that gas permeability remained low until vesicularity reached > 68 vol%. Lindoo et al. (2017) and deGraffenried et al. (2019) decompressed mafic and rhyolitic magmas, respectively, and reported a decrease of the percolation threshold from > 60 to < 50 vol% in the presence of more than about 20 vol% crystals. Parmigiani et al. (2017) numerically modelled the outgassing efficiency of a magmatic volatile phase in crystal-rich (mush-like) magmas, highlighting gas permeability from very low porosities (~10 vol%) via a mechanism of channelling by which crystals build sustainable channels for gas percolation. Such a permeability development and outgassing at low vesicularity and high crystal content could

explain the low porosity values inferred to occur in the volcanic conduit prior to Vulcanian eruptions (Collombet et al., 2021).

In crystal-bearing silicic magmas, the bubble network rearranges under decompression or deformation in torsion, but compared to decompression, torsion has two advantages. Firstly, it facilitates the rearrangement of the stressed crystal framework by strain localization. Secondly, torsion more accurately simulates the behaviour of crystal-rich magmas in lava domes or at conduit edges. To understand the processes governing the development of degassing pathways in crystal-rich silicic magmas, few studies have been dedicated to deform three-phase (melt, bubbles, crystals) magmas in simple shear using high-temperature and high-pressure deformation rigs of Paterson type. Laumonier et al. (2011) deformed a haplotonalitic melt containing 50 vol% plagioclase crystals and 11 vol% porosity, at temperature ( $T$ ) of 600 °C, confining pressure ( $P$ ) of 200 MPa, bulk finite shear strains ( $\gamma$ ) of 1.3 and shear rates ( $\gamma_r$ ) from  $3 \times 10^{-5}$  to  $1 \times 10^{-3}$  s<sup>-1</sup>. They highlighted gas accumulation in local microstructures caused by shear-induced crystal fabric (local  $\gamma$  up to ~9). Shield et al. (2014) sheared haplogranitic melts spanning crystal contents from 0 to 42 vol% and CO<sub>2</sub>-bubble contents from 12 to 36 vol%, at  $T < 600$  °C,  $P$  of 150-200 MPa,  $\gamma$  up to 10, and  $\gamma_r$  from  $1 \times 10^{-4}$  to  $5 \times 10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. They did not observe bubble coalescence and outgassing took place via sample-wide fracturing. These results of sample permeability reached by fracturing agreed with those obtained by Kushnir et al. (2017) using crystal-free haplogranitic melts with ~15 vol% argon bubbles deformed at magmatic  $T$  of 880 °C,  $P$  of 60 MPa,  $\gamma$  up to 7, and  $\gamma_r$  of  $1 \times 10^{-4}$  to  $8 \times 10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. Pistone et al. (2012) sheared haplogranitic melts with 24 to 65 vol% quartz crystals and 9-12 vol% CO<sub>2</sub> bubbles, at  $T$  of 450-750 °C,  $P$  of 200 MPa,  $\gamma$  up to 8, and  $\gamma_r$  from  $5 \times 10^{-6}$  to  $4 \times 10^{-3}$  s<sup>-1</sup>. In the crystal-poor (24-44 vol%) samples, the authors reported bubble stretching with increasing strain, facilitating coalescence (for  $\gamma > 2$  and for increasing  $\gamma_r$ ) and gas channel formation, eventually leading to outgassing along the walls of the sample container. In the crystal-rich (55-65 vol%) samples,



however, bubble stretching was localized in shear bands where the crystal framework (including crystal breakage) prevented gas loss.

These experimental studies provided information on the deformation of three-phase magmas at  $P$  of  $\sim 200$  MPa,  $T$  mostly close to the glass transition, for bubble contents mostly  $< 15$  vol%, and for  $\gamma$  up to  $\sim 10$ . We aim at extending these studies to the investigation of the effect of a crystal network on bubble connectivity and gas percolation in bubbly crystal-bearing magmas emplacing at shallow depth, such as in upper volcanic conduits or lava domes, from which explosive eruptions may be triggered. We performed simple shear experiments in a Paterson rig, using three-phase magmas consisting of 0 to 50 vol% plagioclase crystals (bulk recalculated) and 20-30 vol% H<sub>2</sub>O bubbles (recalculated on the melt phase) in a haplogranitic melt, under magmatic  $T$  of 650-750 °C, confining  $P$  of 50 MPa,  $\gamma$  up to  $\sim 2$ , and  $\dot{\gamma}_r$  of  $2 \times 10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. We characterized the sample microstructures and bubble connectivity as a function of crystal content and shear strain, and we discussed implications for the natural magmas and eruptive dynamics.

## **2. Methods**

### ***2.1. Experimental methods***

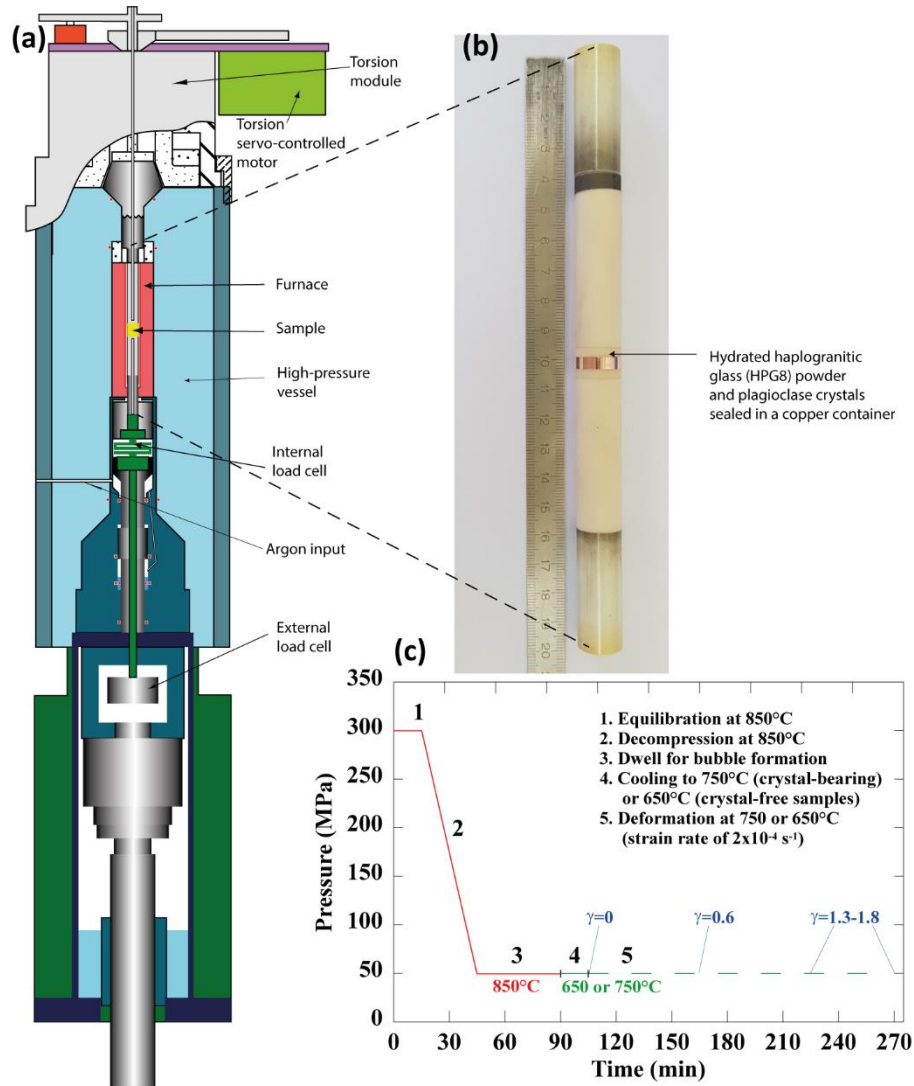
The experiments consisted in three main phases: i) synthesis of crystal-bearing hydrated glasses, ii) decompression-induced H<sub>2</sub>O-bubble formation, and iii) deformation in simple shear of the three-phase magmas.

#### ***2.1.1. Synthesis of crystal-bearing hydrated glasses***

The method of preparation is detailed in [SM1](#) and a summary is given below. The anhydrous starting glass is a haplogranite (HPG8; composition in wt%: 78.6 SiO<sub>2</sub>, 12.5 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 4.6 Na<sub>2</sub>O, 4.2 K<sub>2</sub>O). The HPG8 glass was chosen because i) it is rheologically well-characterized ([Hess and Dingwell, 1996](#)), ii) its eutectic composition allows experiments at relatively low  $T$  without crystallization, and iii) it simulates late-stage crystallization of evolved liquids such as rhyolitic melts. The HPG8 hydrations were performed in internally-heated pressure vessels (at ISTO) in order to obtain glasses with 5.0 and 9.6 wt% H<sub>2</sub>O, to which different amounts of plagioclase crystals (size of 50-90  $\mu\text{m}$ ) were manually added. Plagioclase crystals were chosen because they represent the main crystalline phase of silicic magmas, as phenocrysts or microcrysts. The crystal contents recalculated on the melt are 0, 21, 50, and 70 vol%, leading to bulk crystal volume ( $\Phi_{\text{c\_bulk\_3D}}$ , recalculated on a bubble-bearing basis) of about 0, 10, 30, and 50 vol%.

### ***2.1.2. Synthesis of a bubble-bearing magmas***

The powder mixtures of plagioclase crystals and hydrated HPG8 glass were decompressed from 300 to 50 MPa at 850 °C in the Paterson gas-medium apparatus ([Paterson and Olgaard, 2000](#); Australian Scientific Instruments Pty Ltd, at ISTO; [Fig. 1a](#)), in order to trigger a nucleation event of H<sub>2</sub>O bubbles. The strategy was to obtain amounts of bubbles around 20-40 vol%, ideally not connected to each other, in order to check whether further deformation will promote gas connectivity. The experimental details are given in [SM1](#).



**Figure 1.** Experimental device and strategy. **(a)** Paterson press, **(b)** Sample assembly, and **(c)** Pressure-temperature-time path.

### 2.1.3. Torsion experiments

Keeping the experimental setup as it was after decompression, deformation in right-lateral simple shear was carried out at  $P$  of 50 MPa,  $T$  of 650 or 750 °C,  $\dot{\gamma}_r$  of  $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , and  $\gamma$  from 0 to 2. Such  $\gamma$  are rather small compared to those observed at natural conduit margins or dome bases, but the aim was to determine the gas percolation thresholds occurring during the initiation of deformation. The experimental details and calculations confirming limited relaxation of the bubbles during quenching are given in [SM1](#).

## 2.2. Analytical methods

After experiment, the sample was cut following a section parallel to the shear plane and exposing the longitudinal tangential surfaces (maximum shear strain) for microstructural analyses using a scanning electron microscope (SEM; Merlin Compact Zeiss at ISTO). The whole section was imaged at high resolution using the SEM, and the images were segmented using the SPO2003 image-processing software (Launeau and Robin, 1996; Launeau and Cruden, 1998), in order to determine the two-dimensional (2D) contents, sizes, and orientations of the bubbles and the crystals, as detailed in SM1. A core sample bored perpendicularly to the shear plane was used for three-dimensional (3D) analyses using X-ray computed tomography (XCT; Phoenix NanoTOM at ISTO). The 3D bulk porosity ( $\Phi_{b\_bulk\_3D}$ ) and the amount of bubbles connected to the sample borders ( $\Phi_{b\_connect\_3D}$ ) were determined by segmenting the XCT images using commercial software, such as VGStudio Max and Blob3D, as detailed in A. The plagioclase crystals were hardly discernible due to their low contrast of density with the glass, so that they were not subjected to 3D analyses.

The glass H<sub>2</sub>O contents of the bubble-bearing samples were checked following the ‘by-difference’ method using an electron microprobe (EMP; Cameca SX Five at ISTO), as detailed in SM1.

## 2.3. Calculations

The calculations mainly concerned the gas fraction and the bulk viscosity of the samples. The expected gas fraction was determined using the equation of Jaupart and Allègre (1991) that

calculates the gas volume ( $\alpha_{\text{melt}}$ ) resulting from a closed-system degassing (in that gas bubbles remain in contact with the melt), as described in [A](#).

The samples were not viscous enough at 750 °C to allow viscosity measurements in the Paterson press, so that we estimated the bulk viscosity ( $\eta_{\text{bulk}}$ ) of three-phase suspensions using the equation of [Truby et al. \(2017\)](#), as detailed in [A](#).

### 3. Results

Four series with different bulk crystal contents ( $\Phi_{\text{c\_bulk\_3D}}$ ) of 0, 10, 30, 50 vol%, hereafter referred as to serie0, serie10, serie30, and serie50, respectively, were decompressed in the Paterson press for bubble formation and subsequently deformation in simple shear ( $P = 50$  MPa,  $T = 650\text{-}750$  °C,  $\dot{\gamma}_r = 2 \times 10^{-4}$  s $^{-1}$ ) to finite deformations  $\gamma = 0$  (no deformation),  $\gamma = 0.6$ , and  $\gamma = 1.3\text{-}1.8$  (no run for serie10). The experimental conditions of the deformed bubble- and crystal-bearing magmas are given in [Table 1](#). The analytical results are reported in [Table 2](#) and detailed below.



**Table 1. Experimental conditions.**

Run #	Series #	$\Phi_{c\_melt\_3D}^a$ (vol%)	$H_2O_i^b$ (wt%)	Pre-deformation bubble forming					Shear at P-T ( $\dot{\gamma}_r = 2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ )	
				Decompression (from 300 MPa and 850°C) <sup>c</sup>		Cooling at P			$\tau_{def}^d$ (min)	$\gamma$
				P (MPa)	$\tau_{DP}^d$ (min)	Dwell1 (min)	T (°C)	Dwell2 (min)		
Pp17	serie0	0	5.0	50	19	45	650	15	-	0
Pp16	serie0	0	5.0	50	18	45	650	15	60	0.6
Pp15	serie0	0	5.0	50	18	45	650	15	120	1.3
Pp5	serie10	21	9.6	50	16	45	750	240	-	0
Pp7	serie10	21	9.6	50	18	45	750	15	60	0.6
Pp6	serie30	50	9.6	50	9	45	750	15	-	0
Pp8	serie30	50	9.6	50	19	45	750	15	60	0.6
Pp9	serie30	50	9.6	50	16	45	750	15	164	1.8
Pp12	serie50	70	9.6	50	18	45	750	15	-	0
Pp11	serie50	70	9.6	50	20	45	750	15	62	0.6
Pp10	serie50	70	9.6	50	17	45	750	15	145	1.5

<sup>a</sup> $\Phi_{c\_melt\_3D}$  is the content of plagioclase crystals manually added to the hydrated HPG8 glass powder.

<sup>b</sup> $H_2O_i$  is the  $H_2O$  content of the hydrated glasses that were used for the Paterson experiments, calculated after [Newmann and Lowerstern \(2002\)](#) at 950 °C and 170 MPa (for the crystal-free series) or 400 MPa (for the crystal-bearing series).

<sup>c</sup>Decompression follows a 15-min dwell at 300 MPa and 850 °C.

<sup>d</sup> $\tau_{DP}^c$  and  $\tau_{def}^c$  are the durations of the decompressions and deformations, respectively

**Table 2. Analytical results.**

Run #	Series #	$\gamma$	Glass			Crystals				Bubbles								Viscosity <sup>e</sup>			
			$\Phi_{g\_bulk\_2D}$ (calc) (vol% $\pm 3$ )	H <sub>2</sub> O <sub>calc</sub> <sup>a</sup> (wt%)	H <sub>2</sub> O <sub>meas</sub> <sup>a</sup> (wt% $\pm 0.7$ )	$\Phi_{c\_bulk\_2D}$ (area%)	Log CND _2D (m <sup>-2</sup> )	$R_c$ <sup>b</sup>	$\theta_c$ <sup>b</sup> (°)	$\Phi_{b\_bulk\_3D}$ (vol% $\pm 3$ )	$\Phi_{b\_connect\_3D}$ (%, $\pm 3$ )	$\Phi_{b\_bulk\_2D}$ (area%)	$\Phi_{b\_melt\_2D}$ (calc) (area%)	Log BND _2D (m <sup>-2</sup> )	Log BND _3D (m <sup>-3</sup> )	$R_b$ <sup>b</sup>	$\theta_b$ <sup>b</sup> (°)	$\alpha_{melt}$ <sup>d</sup> (vol%)		Log $\eta_{melt}$ (Pa.s)	Log $\eta_{bulk}$ (Pa.s)
			with H <sub>2</sub> O <sub>calc</sub> (wt%)		with H <sub>2</sub> O <sub>meas</sub> (wt%)		$\eta_{melt}$	$\eta_{bulk}$													
Pp17	serie0	0	69	3.2	3.6	0	<i>n.a.</i>	<i>n.a.</i>	<i>n.a.</i>	30(28)	49	31 $\pm$ 3	31 $\pm$ 3	5.6 $\pm$ 0.1	10.6	1.3 $\pm$ 0.1	-10 $\pm$ 21	27	22	7.1	7.3
Pp16	serie0	0.6	76	3.2	<i>n.a.</i>	0	<i>n.a.</i>	<i>n.a.</i>	<i>n.a.</i>	21(20)	52	24 $\pm$ 2	24 $\pm$ 2	5.7 $\pm$ 0.1	10.6	1.9 $\pm$ 0.2	+22 $\pm$ 6	27	<i>n.a.</i>	<i>n.a.</i>	<i>n.a.</i>
Pp15	serie0	1.3	79	3.2	4.1	0	<i>n.a.</i>	<i>n.a.</i>	<i>n.a.</i>	15(21)	50	30 $\pm$ 4	30 $\pm$ 4	5.7 $\pm$ 0.1	10.5	2.0 $\pm$ 0.3	+23 $\pm$ 6	27	15	6.8	7.0
Pp5	serie10	0	63	2.8	6.1	9 $\pm$ 1	4.8 $\pm$ 0.2	1.1 $\pm$ 0.1	+15 $\pm$ 33	28(29)	59	29 $\pm$ 3	31 $\pm$ 3	5.6 $\pm$ 0.2	9.3	1.0 $\pm$ 0.1	+20 $\pm$ 43	60	41	4.9	5.2
Pp7	serie10	0.6	65	2.8	5.3	12 $\pm$ 2	5.1 $\pm$ 0.3	1.1 $\pm$ 0.1	+18 $\pm$ 3	18(23)	64	24 $\pm$ 3	27 $\pm$ 3	5.2 $\pm$ 0.2	9.2	1.3 $\pm$ 0.1	+35 $\pm$ 4	60	46	5.2	5.4
Pp6	serie30	0	63	2.8	<i>n.a.</i>	28 $\pm$ 1	5.5 $\pm$ 0.2	1.1 $\pm$ 0.1	+44 $\pm$ 31	22(22)	37	15 $\pm$ 3	20 $\pm$ 3	5.8 $\pm$ 0.1	9.3	1.0 $\pm$ 0.1	-8 $\pm$ 74	60	<i>n.a.</i>	<i>n.a.</i>	<i>n.a.</i>
Pp8	serie30	0.6	57	2.8	<i>n.a.</i>	29 $\pm$ 4	5.5 $\pm$ 0.1	1.1 $\pm$ 0.1	+58 $\pm$ 38	25(27)	83	20 $\pm$ 3	26 $\pm$ 3	5.6 $\pm$ 0.1	9.3	1.0 $\pm$ 0.1	+33 $\pm$ 17	60	<i>n.a.</i>	<i>n.a.</i>	<i>n.a.</i>
Pp9	serie30	1.8	62	2.8	3.0	33 $\pm$ 4	5.6 $\pm$ 0.2	1.1 $\pm$ 0.1	+26 $\pm$ 13	15(10)	80	23 $\pm$ 12	26 $\pm$ 12	5.7 $\pm$ 0.1	9.9	1.0 $\pm$ 0.1	+38 $\pm$ 22	60	57	6.2	6.9
Pp12	serie50	0	53	2.8	4.9	48 $\pm$ 3	5.5 $\pm$ 0.3	1.1 $\pm$ 0.1	+40 $\pm$ 27	19(19)	87	14 $\pm$ 2	21 $\pm$ 2	6.1 $\pm$ 0.1	10.2	1.0 $\pm$ 0.1	-13 $\pm$ 42	60	49	5.3	6.5
Pp11	serie50	0.6	54	2.8	<i>n.a.</i>	43 $\pm$ 4	5.8 $\pm$ 0.1	1.1 $\pm$ 0.1	+27 $\pm$ 8	16(15)	76	16 $\pm$ 10	23 $\pm$ 10	6.1 $\pm$ 0.1	10.0	1.0 $\pm$ 0.1	+33 $\pm$ 36	60	<i>n.a.</i>	<i>n.a.</i>	<i>n.a.</i>
Pp10	serie50	1.5	49	2.8	2.7	39 $\pm$ 7	6.1 $\pm$ 0.2	1.1 $\pm$ 0.1	+28 $\pm$ 2	25(27)	99	39 $\pm$ 17	44 $\pm$ 17	5.9 $\pm$ 0.3	9.5	1.0 $\pm$ 0.1	-1 $\pm$ 36	60	58	6.4	7.4

*n.a.* for not analyzed;

<sup>a</sup> **H<sub>2</sub>O<sub>calc</sub>** is the H<sub>2</sub>O solubility at 650 or 750 °C and 50 MPa calculated after [Newmann and Lowerstern \(2002\)](#); **H<sub>2</sub>O<sub>meas</sub>** is the glass H<sub>2</sub>O content measured by EMP (see text).

<sup>b</sup>  $\theta_c$  and  $\theta_b$  are the orientations to the horizontal of the bubbles and crystals, respectively; **R** gives the bubble mean eccentricity as the ratio of the long axes to the short axes.

<sup>c</sup>  $\Phi_{b\_bulk\_3D}$  gives the bulk porosity measured on cubic samples of 1400- $\mu$ m side volume and at smaller scale (600- $\mu$ m side) in brackets.

<sup>d</sup>  $\alpha_{melt}$  is calculated after [Jaupart and Allègre \(1991\)](#) for a degassing from the H<sub>2</sub>O content of the pre-hydrated glass (**H<sub>2</sub>O<sub>i</sub>** in [Table 1](#)) to either **H<sub>2</sub>O<sub>calc</sub>** or **H<sub>2</sub>O<sub>meas</sub>**.

<sup>e</sup>  $\eta_{melt}$  is the viscosity of the hydrated melt calculated at 650 or 750 °C after [Hess and Dingwell \(1996\)](#) using **H<sub>2</sub>O<sub>meas</sub>**;  $\eta_{bulk}$  is the viscosity of the three-phase (crystal, bubble, melt) suspension calculated after [Truby et al. \(2017\)](#) using  $\eta_{melt}$ ,  $\Phi_{c\_bulk\_2D}$ , and  $\Phi_{b\_melt\_2D}$  (see text and [appendix A](#) for details).

### 3.1. Crystal-free series (*serie0*)

The SEM pictures of the samples from *serie0* show relatively homogeneous spatial distributions of the bubbles (Fig. 2a-c), in agreement with the absence of strain localization expected from the Newtonian behaviour of pure melts. Melt porosity,  $\Phi_{b\_melt\_2D}$ , is  $31 \pm 3$ , to  $24 \pm 2$  and  $30 \pm 4$  area%, at  $\gamma = 0, 0.6$ , and  $1.3$ , respectively (Fig. 3a), in relatively good agreement with the porosities measured from the XCT images,  $\Phi_{b\_bulk\_3D}$ , which are  $30 \pm 3$ ,  $21 \pm 3$ , and  $15 \pm 3$  vol%, respectively. The content of bubbles connected to the sample outside measured from the XCT images,  $\Phi_{b\_connect\_3D}$ , represents about half of the  $\Phi_{b\_bulk\_3D}$  (i.e.,  $49 \pm 3$ ,  $52 \pm 3$ , and  $50 \pm 3$  vol%, at  $\gamma = 0, 0.6$ , and  $1.3$ , respectively). The 2D bubble number densities measured from the SEM images,  $BND_{2D}$ , are of  $10^{5.6-5.7 \pm 0.1} \text{ m}^{-2}$  (Fig. 4a) and those determined using the XCT,  $BND_{3D}$ , are of  $10^{10.5-10.6} \text{ m}^{-3}$ . In the undeformed sample, 95 % of the bubbles have equivalent diameters of 20-40  $\mu\text{m}$ , representing about half of the total vesicularity. The other half volume is made of bubbles with up to  $\sim 300 \mu\text{m}$  diameter (B.a). Bubble eccentricity,  $R_b$ , increases from  $1.3 \pm 0.1$  to  $1.9 \pm 0.2$  and  $2.1 \pm 0.3$  with increasing  $\gamma$ , with a slight preferential orientation of the bubbles,  $\theta_b$  of  $\sim 22 \pm 6^\circ$  (Fig. 4b). Glass H<sub>2</sub>O contents measured following the EMP by-difference method are of  $3.6 \pm 0.7$  wt% at  $\gamma = 0$  and  $4.1 \pm 0.7$  wt% at  $\gamma = 1.3$ , giving bulk viscosities of  $10^{7.3}$  and  $10^{7.0}$  Pa.s, respectively.

## Annexes

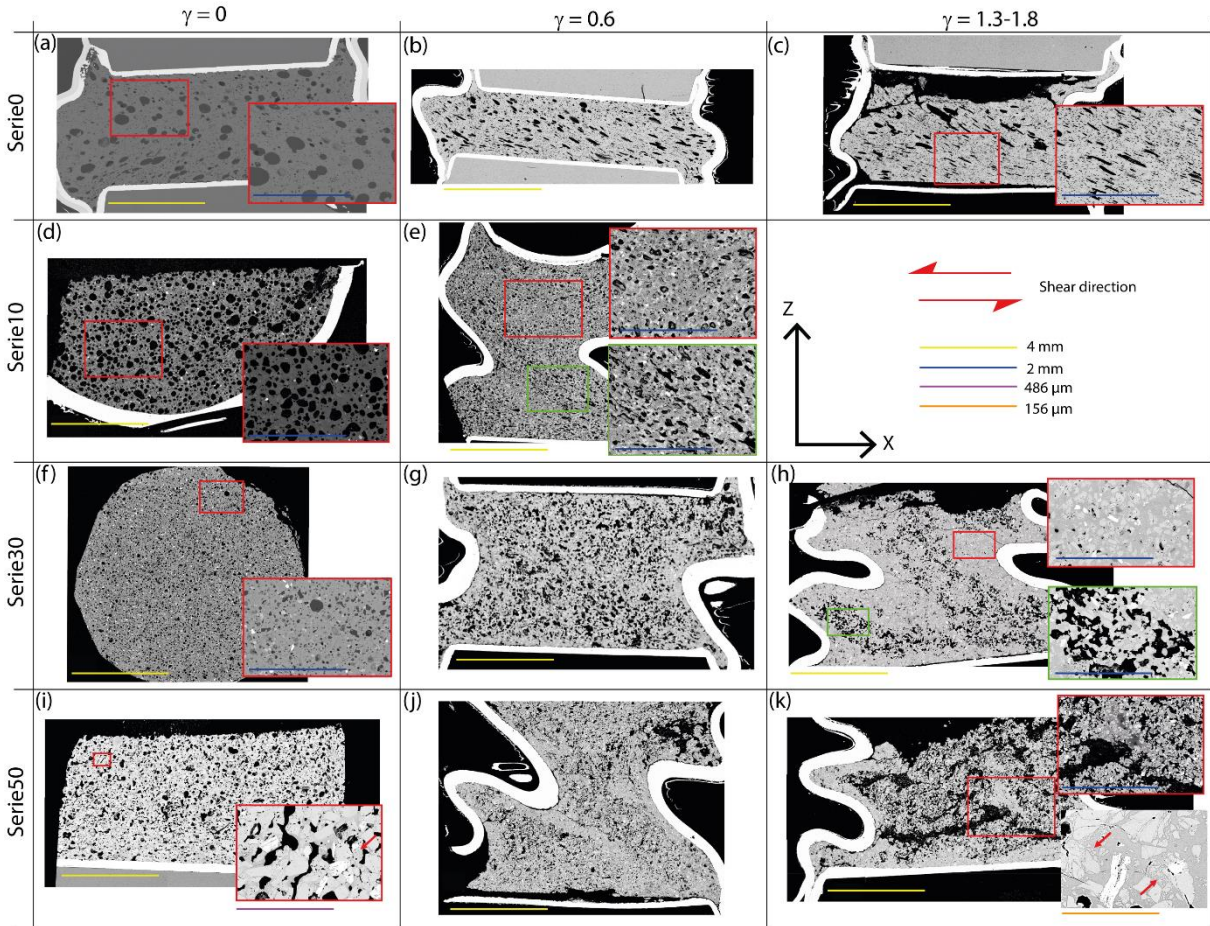


Figure 2. SEM pictures of the samples

### 3.2. Series with 10% crystals (serie10)

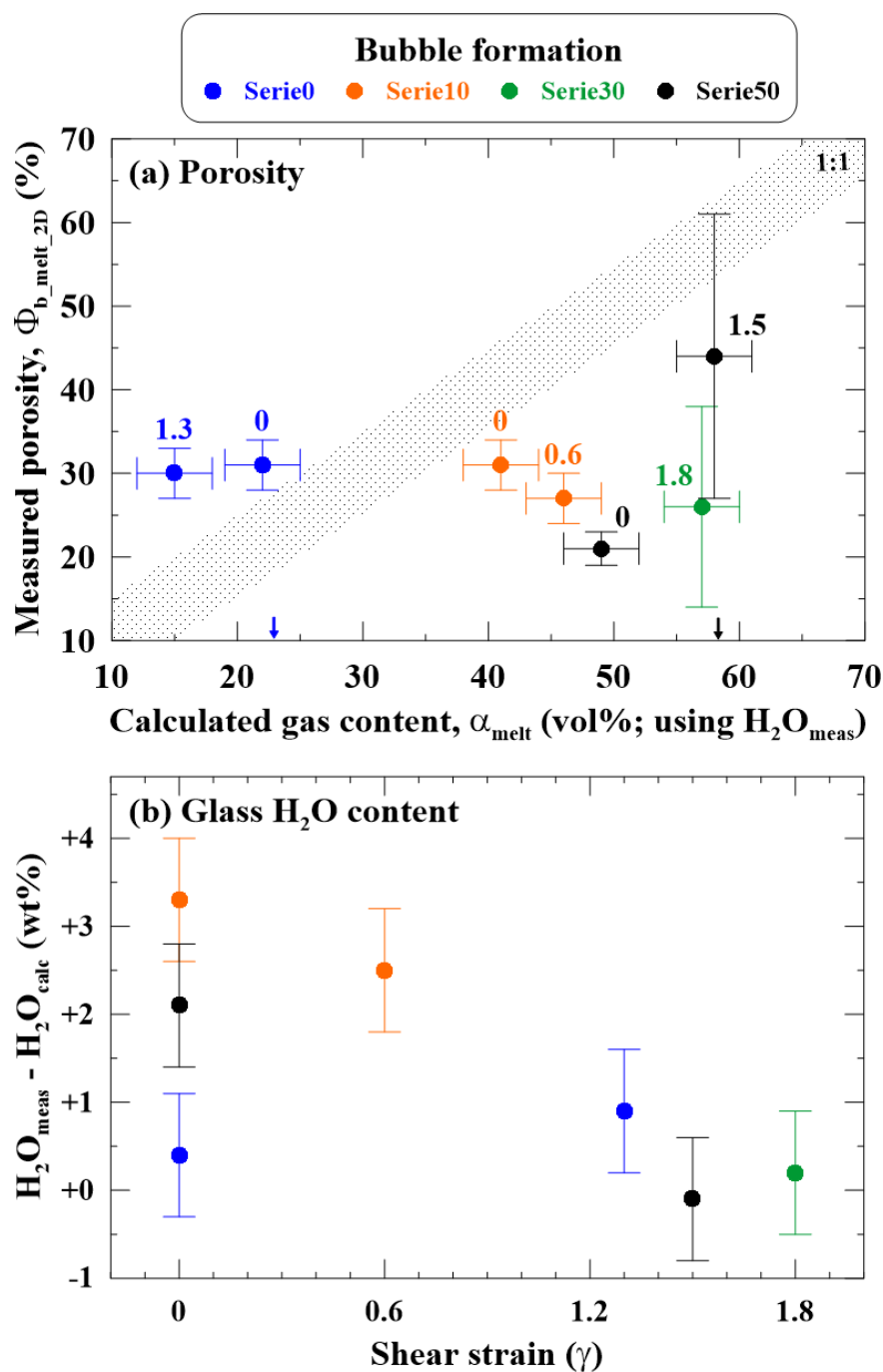
Serie10 only consists of a  $\gamma = 0$  (undeformed) sample and a  $\gamma = 0.6$  sample, since higher shear strains inevitably conducted to capsule tearing. The deformed sample shows incipient shear zones marked by discrete local reorganisation of the bubbles and crystals (Fig. 2e).  $\Phi_{b\_melt\_2D}$  slightly decreases from  $31 \pm 3$  area% at  $\gamma = 0$  to  $27 \pm 3$  area% at  $\gamma = 0.6$  (Fig. 3a). Recalculating bulk porosities (i.e. including crystals) give  $\Phi_{b\_bulk\_2D}$  of  $29 \pm 3$  area% at  $\gamma = 0$  and  $24 \pm 3$  area% at  $\gamma = 0.6$ , in good agreement with the XCT  $\Phi_{b\_bulk\_3D}$  of  $28 \pm 3$  vol% at  $\gamma = 0$  and  $18 \pm 3$  vol% at  $\gamma = 0.6$ .  $BND_{2D}$  is  $10^{5.6 \pm 0.2} \text{ m}^{-2}$  at  $\gamma = 0$  and  $10^{5.2 \pm 0.2} \text{ m}^{-2}$  at  $\gamma = 0.6$  (Fig. 4a), and  $BND_{3D}$  is  $10^{9.2-9.3} \text{ m}^{-3}$ . In the undeformed sample, about 80 % of the bubbles have diameters of 20-40  $\mu\text{m}$ , but their volumes only represent less than 10 % of total vesicularity. More than one third of the vesicularity is occupied by bubbles with equivalent diameters of 220-240  $\mu\text{m}$  (B.b). The

bubbles have  $R_b$  of  $1.0 \pm 0.1$  at  $\gamma = 0$  and  $1.3 \pm 0.1$  at  $\gamma = 0.6$ , showing no preferential orientation ( $\theta_b$  of  $20 \pm 43^\circ$ ) in the unsheared sample (Fig. 4b). The glass H<sub>2</sub>O contents are of  $6.1 \pm 0.7$  wt% at  $\gamma = 0$  and  $5.3 \pm 0.7$  wt% at  $\gamma = 0.6$ . The crystal contents,  $\Phi_{c\_bulk\_2D}$ , are of  $9 \pm 1$  area% at  $\gamma = 0$  and  $12 \pm 2$  area% at  $\gamma = 0.6$ . The crystal number densities, CND, are  $10^{4.8 \pm 0.2} \text{ m}^{-2}$  at  $\gamma = 0$  and  $10^{5.1 \pm 0.3} \text{ m}^{-2}$  at  $\gamma = 0.6$  (Fig. 4a). The crystals have eccentricities,  $R_c$ , that are not varying from  $1.1 \pm 0.1$  with  $\gamma$ , and their main orientations,  $\theta_c$ , is  $15 \pm 33^\circ$  at  $\gamma = 0$  and  $18 \pm 3^\circ$  at  $\gamma = 0.6$  (Fig. 4b).

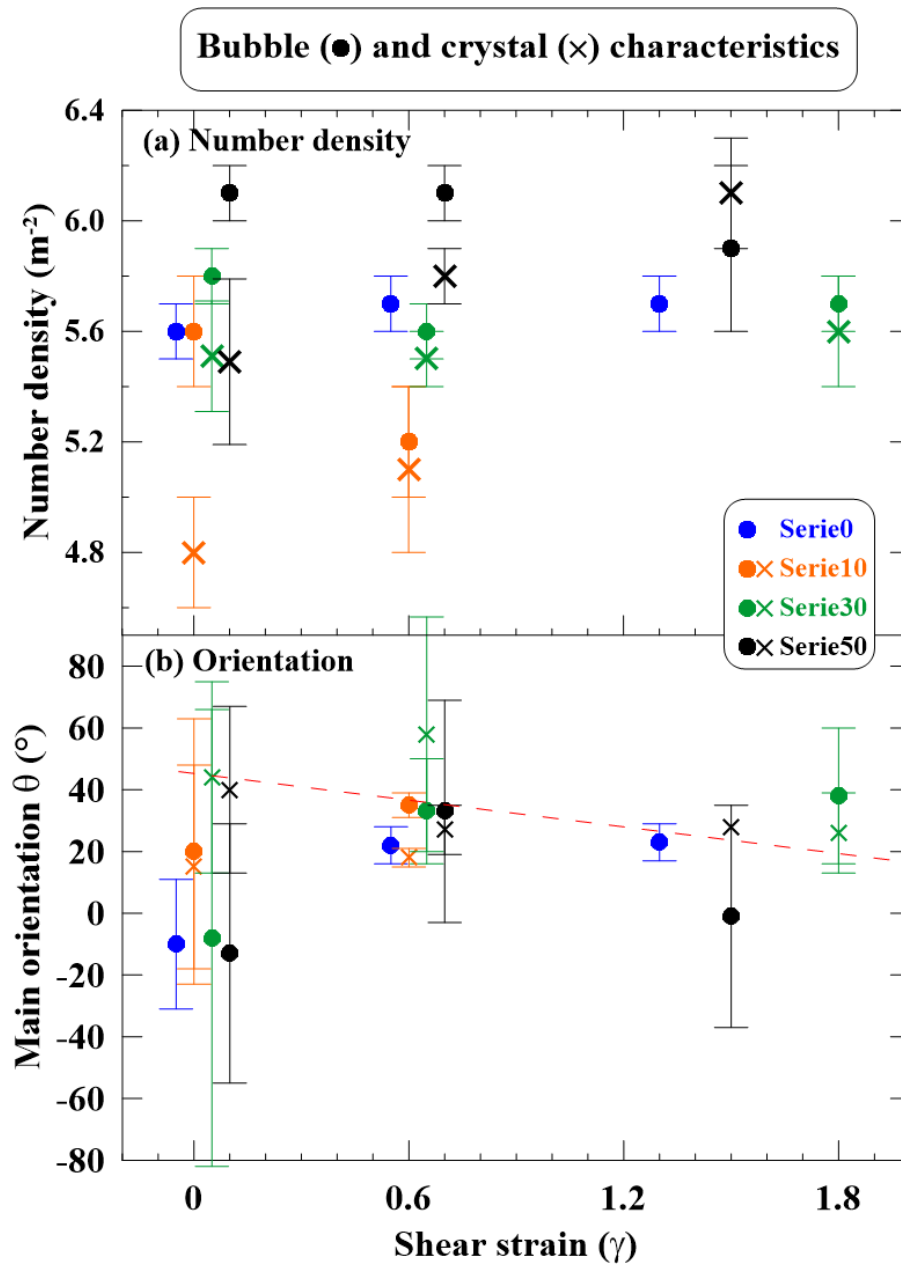
### 3.3. Series with 30% crystals (serie30)

Serie30 shows shear zones of reorganised bubbles and crystals, evidencing an intensification of strain localisation from  $\gamma = 0.6$  to 1.8 (Fig. 2g,h).  $\Phi_{b\_melt\_2D}$  are  $20 \pm 3$ ,  $26 \pm 3$ ,  $26 \pm 12$  area% at  $\gamma = 0$ , 0.6, and 1.8, respectively (Fig. 3a). Recalculating bulk porosities gives  $\Phi_{b\_bulk\_2D}$  of  $15 \pm 3$ ,  $20 \pm 3$ ,  $23 \pm 12$  area% at  $\gamma = 0$ , 0.6, and 1.8, respectively. The XCT  $\Phi_{b\_bulk\_3D}$  give  $22 \pm 3$ ,  $25 \pm 3$  and  $15 \pm 3$  vol% at  $\gamma = 0$ , 0.6, and 1.8, respectively. BND<sub>2D</sub> is  $10^{5.6-5.8 \pm 0.1} \text{ m}^{-2}$  (Fig. 4a) and BND<sub>3D</sub> is  $10^{9.3} \text{ m}^{-3}$  at  $\gamma = 0$  and 0.6, and  $10^{9.9} \text{ m}^{-3}$  at  $\gamma = 1.8$ . The undeformed sample show more than 90 % of bubbles with  $\sim 20\text{-}\mu\text{m}$  diameters, the volume of which represents one third of total vesicularity. The rest of the vesicularity is mostly occupied by bubbles with equivalent diameters from 40 to 140  $\mu\text{m}$ , with some larger bubbles up to 240  $\mu\text{m}$  diameter (B.f). The bubbles have  $R_b$  of  $1.0 \pm 0.1$  at any  $\gamma$ , showing no preferential orientations ( $\theta_b$  of  $33\text{-}38^\circ$ ; Fig. 4b). Glass H<sub>2</sub>O content was only analysed at  $\gamma = 1.8$ , giving  $3.0 \pm 0.7$  wt%.  $\Phi_{c\_bulk\_2D}$  is  $28 \pm 1$  area% at  $\gamma = 0$ ,  $29 \pm 4$  area% at  $\gamma = 0.6$ , and  $33 \pm 4$  area% at  $\gamma = 1.8$ . The CND is  $10^{5.5-5.6 \pm 0.2} \text{ m}^{-2}$  at any  $\gamma$  (Fig. 4a).  $R_c$  are not varying from  $1.1 \pm 0.1$  with  $\gamma$ .  $\theta_c$  are  $44 \pm 31^\circ$ ,  $58 \pm 38^\circ$ , and  $26 \pm 13^\circ$  in the samples at  $\gamma = 0$ , 0.6, and 1.8, respectively (Fig. 4b).





**Figure 3.** Bubble formation. (a) Measured porosity versus porosity calculated for a  $H_2O$  degassing from the initial content (5.0 wt% for the crystal-free samples and 9.6 wt% for the others) to the final content measured in the residual glasses, after the equation of Jaupart and Allègre (1991); the two arrows on the X-axis give the gas content calculated for an equilibrium  $H_2O$  exsolution (i.e., final content is  $H_2O$  solubility at 50 MPa); the vertical error bars are not statistical uncertainties but span the whole range of the measured values; (b) Difference between the  $H_2O$  contents measured in the residual glasses and  $H_2O$  solubility at final pressure, showing incomplete  $H_2O$  exsolution in some samples.



**Figure 4.** Bubble and crystal characteristics. (a) Number density and (b) Preferential orientations, with the dashed red line giving the theoretical angles between particle major axis and shear direction calculated for solid particles with eccentricity of 1.1, using the formulation of [Fernandez \(1984\)](#); the X-axis values have been slightly shifted for clarity; the vertical bars are not statistical uncertainties but span the whole range of the measured values.

### 3.4. Series with 50% crystals (serie50)

Serie50 shows strong features of strain localization in the deformed samples, with alternation of strongly bubble-depleted zones and channelized bubble zones (Fig. 2j,k).  $\Phi_{b\_melt\_2D}$  increases from  $21 \pm 2$ ,  $23 \pm 10$ ,  $44 \pm 17$  area% with  $\gamma$  increasing from 0, to 0.6 and 1.5 (Fig. 3a). Bulk  $\Phi_{b\_bulk\_2D}$ , give  $14 \pm 2$ ,  $16 \pm 10$ , and  $23 \pm 17$  area% at  $\gamma = 0$ , 0.6, and 1.5, respectively, in good agreement with the XCT  $\Phi_{b\_bulk\_3D}$  of  $19 \pm 3$ ,  $16 \pm 3$  and  $25 \pm 3$  vol%.  $BND_{2D}$  is  $10^{6.1 \pm 0.1} \text{ m}^{-2}$  at  $\gamma = 0$  and 0.6, and  $10^{5.9 \pm 0.3} \text{ m}^{-2}$  at  $\gamma = 1.5$  (Fig. 4a).  $BND_{3D}$  is  $10^{10.0-1.02} \text{ m}^{-3}$  at  $\gamma = 0$  and 0.6, and  $10^{9.5} \text{ m}^{-3}$  at  $\gamma = 1.5$ . In the undeformed sample, 95 % of the bubbles have diameters of  $\sim 20 \mu\text{m}$ , representing about 25 % of the total vesicularity. Another third of the volume is occupied by bubbles with equivalent diameters of 240-260  $\mu\text{m}$  (B.i). The bubbles have  $R_b$  of  $1.0 \pm 0.1$  at any  $\gamma$ , not showing significant preferential orientations ( $\theta_b$  from  $-13$  to  $+33^\circ$ , with standard deviations  $> 35^\circ$ ; Fig. 4b). The glass  $\text{H}_2\text{O}$  contents are  $4.9 \pm 0.7$  wt% at  $\gamma = 0$  and  $2.7 \pm 0.7$  wt% at  $\gamma = 1.5$ .  $\Phi_{c\_bulk\_2D}$  is of 39-48 area% whatever  $\gamma$ . The  $CND$  increases from  $10^{5.5 \pm 0.3} \text{ m}^{-2}$  at  $\gamma = 0$  to  $10^{5.8 \pm 0.1} \text{ m}^{-2}$  at  $\gamma = 0.6$  and  $10^{6.1 \pm 0.2} \text{ m}^{-2}$  at  $\gamma = 1.5$  (Fig. 4a).  $R_c$  are not varying from  $1.1 \pm 0.1$  with  $\gamma$ .  $\theta_c$  are  $40 \pm 27^\circ$ ,  $27 \pm 8^\circ$ , and  $28 \pm 2^\circ$  in the samples at  $\gamma = 0$ , 0.6, and 1.5, respectively (Fig. 4b).

## 4. Discussion

### 4.1. Bubble nucleation and growth

Exsolving  $\text{H}_2\text{O}$  from 9.6 to 2.8 wt% (solubility at 50 MPa and 750  $^\circ\text{C}$ ; Newmann and Lowerstern, 2002) corresponds to a calculated vesicularity of 58 vol% (Jaupart and Allègre, 1991; Eq. A.1). Yet, the average porosities measured in the decompressed samples are mostly

below 35 vol% (Fig. 3a). We propose two explanations to account for this deviation: incomplete H<sub>2</sub>O exsolution and partial loss of bubbles.

#### **4.1.1. Incomplete H<sub>2</sub>O exsolution**

Checking the H<sub>2</sub>O contents of the residual glasses in the undeformed samples of serie10 and serie50 revealed contents higher by > 2.0 wt% than expected for an equilibrium H<sub>2</sub>O exsolution (Fig. 3b). This suggests incomplete H<sub>2</sub>O exsolution during the ~1.5 h ( $\tau_{DP} + D_{well2} + D_{well3}$  in Table 1) allocated to decompression-induced bubble nucleation. Yet, these two series show equilibrium H<sub>2</sub>O exsolution (~3.0 wt% H<sub>2</sub>O) at  $\gamma$  of 1.5-1.8, that is, for another couple of hours spent at 50 MPa, thus confirming that the H<sub>2</sub>O exsolution process requires more than 1 hour under the chosen experimental conditions. This strongly disagrees with the conclusions of Martel and Schmidt (2003) that suggested H<sub>2</sub>O exsolution timescales of less than 1 min in microlite-bearing rhyolitic melts at 860 °C, but agrees with complete bubble expansion requiring several hours. We conclude that the small (~1 mm<sup>3</sup>) samples used by Martel and Schmidt (2003) likely partly lost H<sub>2</sub>O by diffusion outside the sample, thus helping rapid achievement of equilibrium H<sub>2</sub>O content, which may not be the case in the ~1 cm<sup>3</sup> samples used in the present study. We infer that with limited H<sub>2</sub>O loss by diffusion, the timescale of bubble expansion controls the residual melt H<sub>2</sub>O content, so that incomplete bubble expansion might explain the higher H<sub>2</sub>O contents of the residual glasses in the present samples. In contrast, the undeformed crystal-free sample degassed to equilibrium, which may be attributed to either the absence of crystals or the lower initial H<sub>2</sub>O content (5.0 instead of 9.6 wt%).

#### **4.1.2. Partial loss of bubbles**

Knowing that H<sub>2</sub>O exsolution was not completed in all samples, the gas fractions were calculated using the final H<sub>2</sub>O contents measured in the residual glasses (instead of using H<sub>2</sub>O

solubility at 50 MPa). The results show that the measured porosities are in average lower by 10 to 30 vol% than expected for an equilibrium degassing (Fig. 3a), suggesting that these samples lost a part of their bubble cargo. One explanation could be that the melt partially outgassed by bubble connection at some point during bubble growth, and partially collapsed via compaction. Yet, the released gas pockets cannot escape the sealed capsule and were considered in the measurement of total vesicularity. Therefore, we infer that these gas pockets were heterogeneously distributed in the capsule corners and were not systematically visible on our SEM pictures (for instance, a large gas pocket is visible below the capsule roof in Fig. 2c), so that they may miss from some porosity budget. This hypothesis is supported by the lack of clear relationships between the bubble deficiency and parameters such as H<sub>2</sub>O content, crystal content, or finite deformation.

#### ***4.1.3. Pre-deformation porosity***

The undeformed samples show total vesicularities of 19-30 vol% (Fig. 3a) and bubble number densities not varying by more than 0.5 log unit (Fig. 4a), which suggests a comparable and reproducible process of bubble formation. Within this 0.5 log unit, however, BND increases with crystal content, as experimentally observed by Cáceres et al. (2021). The bubble number densities of  $10^{9.3-10.6} \text{ m}^{-3}$  measured from the XCT images are lower by 1 log unit compared to those predicted in crystal-free magmas by the formulation of Toramaru (2006) for decompression rates of  $10^{5-6} \text{ Pa/s}$  (i.e., BNDs of  $10^{10.5-11.5} \text{ m}^{-3}$ ), highlighting a possible role of the crystals in controlling nucleation sites for bubbles, as already pointed out by Cáceres et al. (2021). In the undeformed samples from all series, more than half (and up to 95 % in serie 0 and serie50) of the bubbles have diameters of about 20  $\mu\text{m}$ . These small bubbles occupy about one third of total porosity in all series but serie0. In serie0, the volume of the small bubble population nearly disappeared at the expense of larger (220-240  $\mu\text{m}$  diameter) bubble volume



(B.a). In serie50, the population of 20- $\mu\text{m}$  diameter bubbles coexist with some 240-260  $\mu\text{m}$  diameter bubbles (Fig. 2i) representing one third of total porosity (B.i). The homogeneous spatial distribution of the small 20-40  $\mu\text{m}$  bubbles (Fig. 2a) confirms a process of homogeneous nucleation (Mourtada-Bonnefoi and Laporte, 2002), in agreement with the observations in natural and experimental products that plagioclase is not a wetting phase for nucleating  $\text{H}_2\text{O}$  bubbles (Navon et al., 1998; Cáceres et al., 2021). The population of 200-300  $\mu\text{m}$  bubbles may have three possible origins: coalescence of the 20-40  $\mu\text{m}$  bubbles, a separate nucleation event, or pre-decompression bubbles. A separate nucleation event or bubble coalescence would lead to more or less similar bubble size distributions in the different series, which is not the case (B.a,d,f,i). Therefore, we argue in favour of bubbles that formed before decompression, as often observed in experiments starting with powdered material that is able to trap  $\text{H}_2\text{O}$  in the intergranular voids before melting (i.e., the ‘hydration bubbles’ in Gardner et al., 1999). The number and size of these bubbles would then be affected by the crystal content in the glass powder. The undeformed samples of serie30 and serie50 show that bubbles started channelling along the crystals (Fig. 2f,i). According to the model of Burgisser et al. (2017), melts with total vesicularity of 20-30 vol% and bubble number density of  $10^{9-11} \text{ m}^{-3}$  would be impermeable, either with ~50 % or > 70 % connected porosity. In contrast, gas permeability measurements in natural crystal-bearing samples with connected porosities of 50 % and 70-80 % give permeabilities of  $\sim 10^{-12}$  to  $10^{-14}$  and  $10^{-10}$  to  $10^{-12} \text{ m}^2$ , respectively (Bain et al., 2019). Therefore, in absence of permeability measurements in our samples, it is not clear whether the gas percolation thresholds were met before deformation.

#### **4.1.4. Bulk viscosity**

The bulk viscosities calculated using the formulation of Truby et al. (2017) range from  $10^{5.2-5.4}$  Pa.s for the series containing 10 vol% crystals at 750 °C,  $10^{6.5-7.4}$  Pa.s for the series containing

30 and 50 vol% crystals at 750 °C, to  $10^{7.1-7.3}$  Pa.s for the crystal-free series at 650 °C (Table 2). The regime of low capillary number ( $Ca < 1$ ) calculated for our sample deformation conditions (see A for details) results in considering the 20-30 vol% bubbles as rigid particles that increase the hydrated melt viscosity by about 0.2 log unit (e.g. serie0 in Table 2). Adding crystals further increases bulk viscosity, from ~0.3 log unit for 10 vol% added crystals to ~0.7 log unit for 30 vol% crystals, and 1.0-1.2 log unit for 40-50 vol% crystals, which agrees with most of the common models of particle suspension rheology (see in Mader et al., 2013).

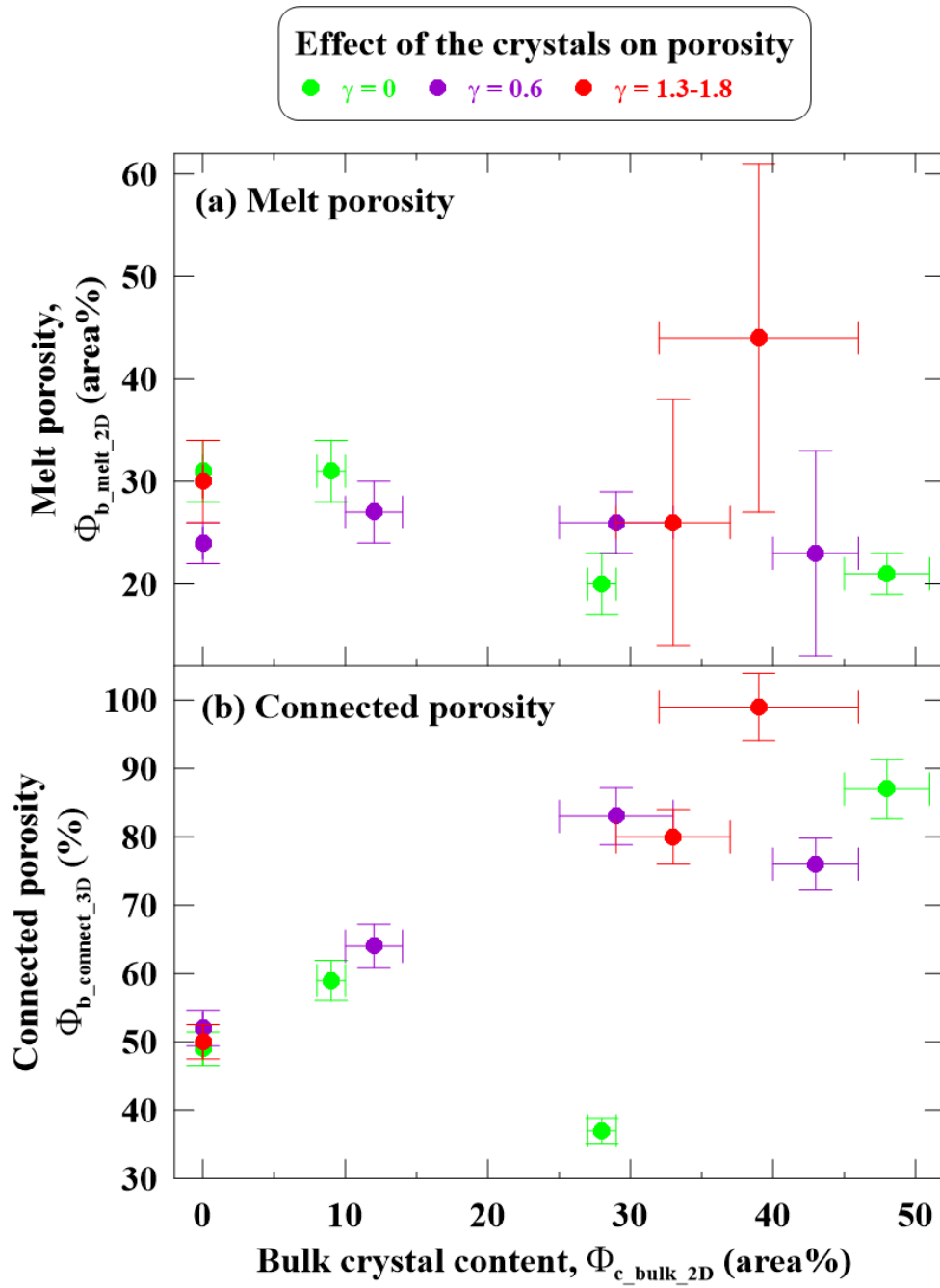
#### ***4.2. Effect of the crystal network on porosity development under small shear ( $\gamma < 2$ )***

##### ***4.2.1. Crystalline fabric***

The crystals were nearly isotropic in shape ( $R_b = 1.1 \pm 0.1$ ; Table 2), suggesting that the cutting of the labradorite block using the Selfrag apparatus did not permit to reproduce the elongated plagioclase crystals commonly observed in the natural magmas. This small anisotropy likely limited the development of strong crystalline fabrics in the sheared samples. Nevertheless, the crystals show main orientations that agree with those calculated as a function of  $\gamma$  by Fernandez et al. (1983) for solid particles of  $R_b = 1.1$  (Fig. 4b). Yet, the high standard deviations associated to these angles, especially at  $\gamma = 0$  and 0.6, suggest that the crystalline fabric is very weak, with the exception of serie50 at  $\gamma = 0.6$  and 1.5, for which the crystalline fabrics are well marked (standard deviations  $< 10^\circ$ ). The serie30 and serie50 samples show crystal breakage features, evidenced by the appearance of a population of small crystals (Fig. 2i,k) that are also visible in the 2D crystal size distributions (not shown). Crystals breakage was also observed in crystal-rich samples deformed under low strains by Forien et al. (2011), likely resulting from intense stress localization at some grain contact.

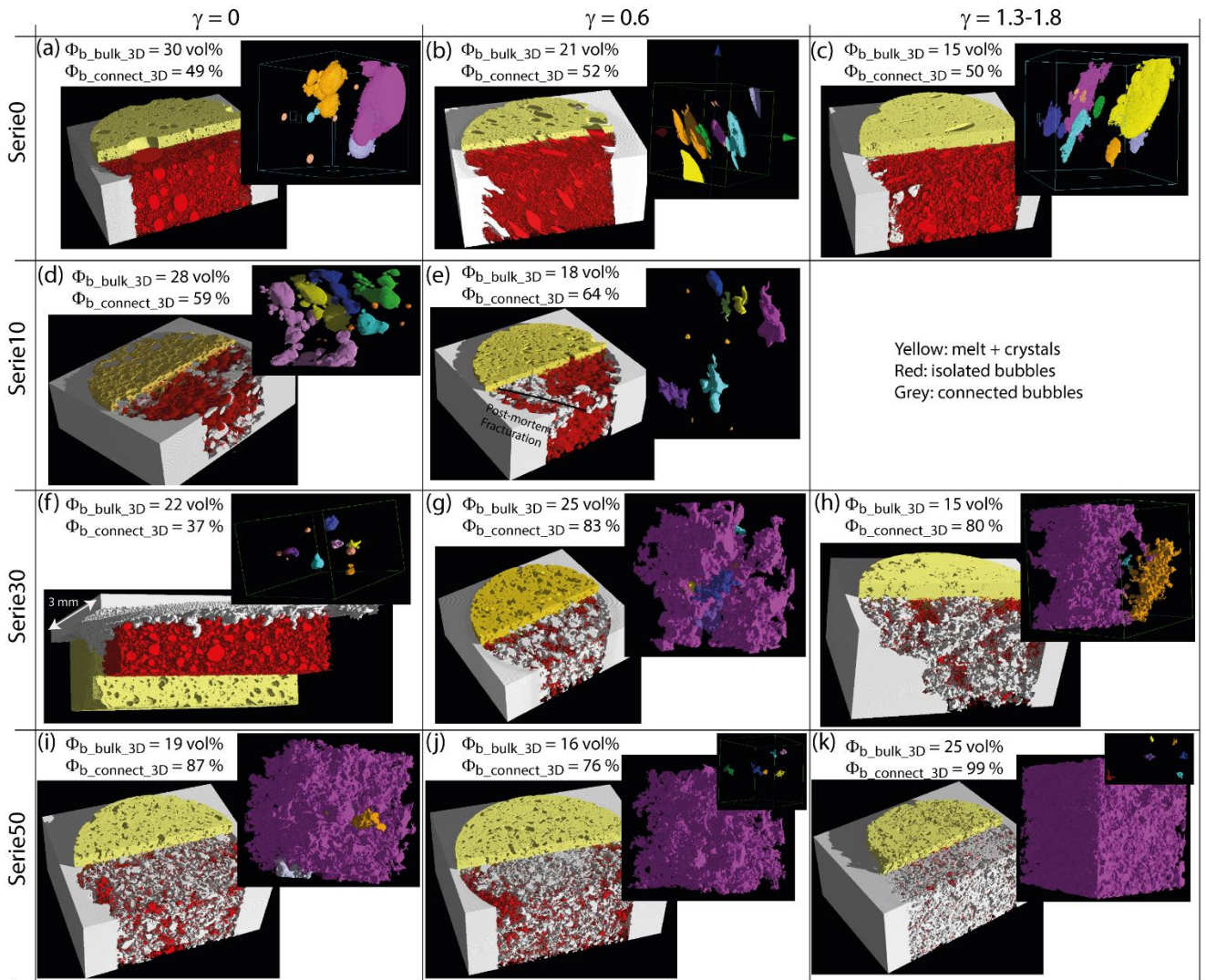
#### **4.2.2. Bubble spatial distribution**

The bulk melt porosity of 20-30 area% is maintained whatever crystal content and  $\gamma$ , with the exception of one sample (Fig. 5a), which agrees with the results of Pistone et al. (2012) obtained on their samples sheared at  $T$  high enough to prevent bubble loss through shear fracturing. Yet in details, increasing both, bulk crystal content  $\geq 30$  vol% and finite strain, increases heterogeneities in bubble spatial distribution, as reflected by the error bars representing the whole range of measured porosities in Fig. 5a. Indeed, these samples show porosity variations up to  $\pm 20$  % between bubble-poor and bubble-rich zones, with the variation being positively correlated to  $\gamma$ . For these samples, the gas accumulated in local microstructures caused by the shear-induced crystal fabric (Fig. 2h,k), in agreement with the observations of Laumonier et al. (2011). In samples with bulk crystal contents  $< 30$  vol%, however, our results suggest that the spatial distribution of the bubbles remain homogeneous (variations below  $\pm 5$  vol%; Fig. 5a).



**Figure 5.** Effects of the crystals on (a) melt porosity and (b) connected porosity.

Annexes



**Figure 6.** XCT image processing of the core samples (3 mm diameters). The left blocks were processed using VGStudioMax, with the melt and crystals in yellow, the isolated bubbles in red and the bubbles connected to the sample outside in grey. The upper right insets show details of the bubbles processed using Blob3D.



### 4.2.3. Connectivity development

At  $\gamma = 0$ , the 20-30 vol% bubbles increase connections to each other with increasing crystal content (Fig. 6), reaching a connected porosity of up to ~87 % in the sample with bulk crystal contents of 50 vol% (Fig. 5b; one exception is the undeformed sample of serie30 with only 37 % connected porosity, for which we have no explanation). These results agree with those of Cáceres et al. (2021) who observed that phenocryst-bearing magma noticeably showed a higher degree of bubble coalescence, but disagree with those of Okumura et al. (2012) who reported no clear effect of crystallinity (30-50 vol% recalculated on the melt) on the degree of bubble coalescence and connectivity until melt vesicularities reached ~68 vol%. This disagreement may be explained by differences in bubble texture. Indeed, their crystal-rich samples with vesicularity ~20-30 vol% (i.e. those decompressed to 20 MPa; number densities of  $\sim 10^{12} \text{ m}^{-3}$ ) do not show bubble channelling features, such as observed in the undeformed samples of our serie50 (Fig. 2). This could also result from different bulk viscosities, different bubble to crystal size ratios, or unimodal versus polymodal bubble size distributions (i.e. the ~200-300  $\mu\text{m}$  bubble population in our samples may have played a key role in early connectivity development).

In our samples, increasing bubble connections with increasing crystal content before shearing highlights the role of the crystal network on the decompression-induced formation of bubbles. Firstly, the crystals possibly influence bubble nucleation, by slightly increasing bubble number density with increasing crystals (see log BND at  $\gamma = 0$  in Fig. 4a). The effect would only act on 0.5 log unit, but if it is confirmed, the physical process at the origin of more bubble nuclei in crystal-richer magmas could involve modified gas-melt interfacial tensions or excess free energy. After nucleation, bubble growth must have been partly dictated by the crystal network, forcing bubble coalescence and channelling, eventually reaching full bubble connection in

serie50 (Fig. 5b and 6). These observations confirm the results of the numerical modelling of Parmigiani et al. (2017) predicting maximum outgassing efficiency via 40-50 % connected porosity in crystal-rich (40-70 vol%) magmas.

Increasing  $\gamma$  from 0 to  $\sim 2$  does not significantly influence the amount of connected porosity (Fig. 5b), thus highlighting the large predominance of crystal content over shear strain up to  $\gamma = 2$  in favouring bubble connections.

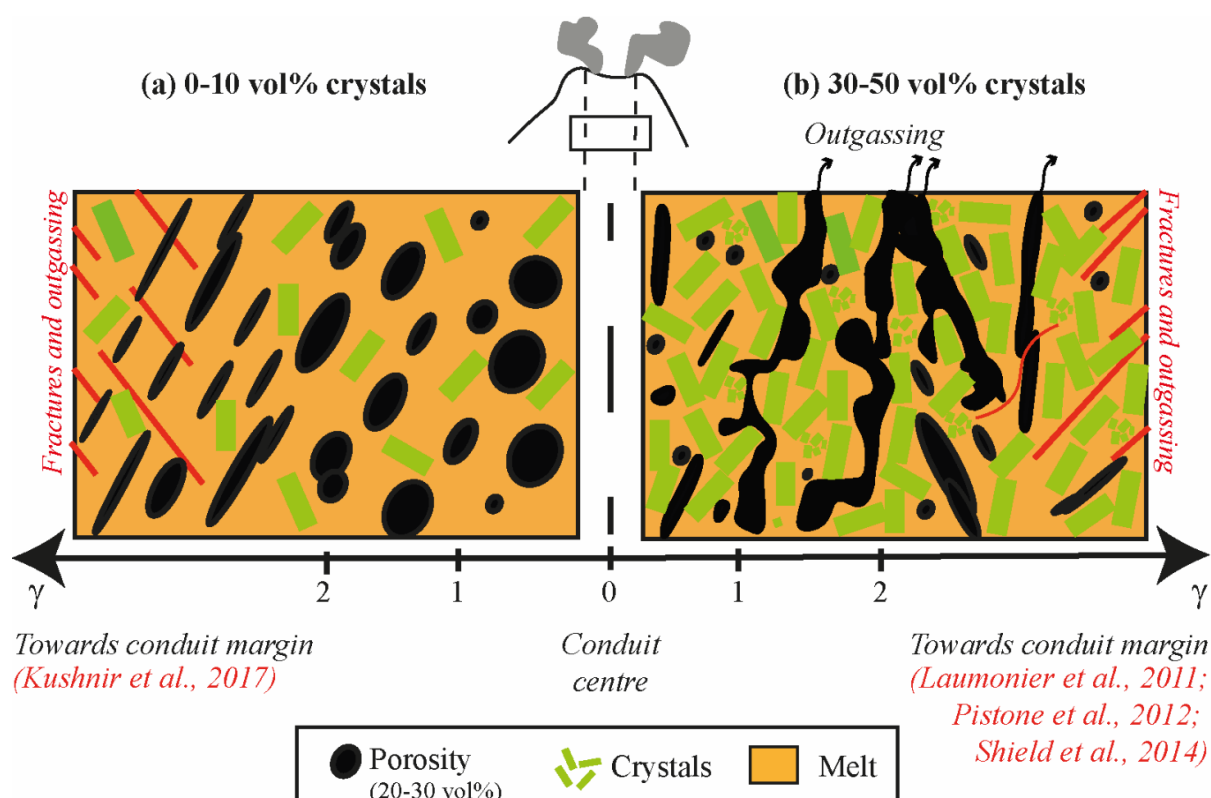
#### ***4.3. Implication for natural volcanic systems***

The experimental samples are silica-rich melts containing 20-30 vol% bubbles and 0 to 50 bulk vol% plagioclase crystals that cover a range from natural moderately-porous obsidians to crystal-rich (mush-like) rhyolitic magmas. The 50-90  $\mu\text{m}$  crystal size typically scales microlites to microphenocrysts (e.g. Hammer et al., 1999; Martel and Poussineau, 2007). The low confining pressure of 50 MPa and the low shear strains ( $\gamma < 2$ ) applied to the samples simulate a shear initiation at shallow depth (about 2 km deep, considering rock density of  $2400 \text{ kg/m}^3$ ), such as in a volcanic upper conduit or at the base of a lava dome. Overall, these conditions may be representative of Vulcanian events or dome-related eruptions, during which a moderately-porous magma degasses and crystallizes microcrysts at shallow depths, eventually emplacing effusively (as domes or plugs) or erupting explosively (as surges), depending on outgassing efficiency. In particular, vesicularities of 20-30 vol% are representative of those measured in lava domes and blast-generated pyroclastic density currents, such as the ones generated in 1350 AD (P1) and 1902 at Montagne Pelée, Martinique (Martel et al., 2000) and in 1980 at Mount St Helens, USA (Hoblitt and Harmon, 1993).

The implications of our results to volcanic systems are schematized in Fig. 7 and detailed below. Our results suggest that  $\text{H}_2\text{O}$  bubbles nucleating in undeformed aphyric or crystal-poor (0-10

vol%) magmas by decompression at rates of  $10^{5-6}$  Pa/s (i.e. bubble number densities around  $10^{9-11}$  m<sup>-3</sup>) can connect to 50 % (Fig. 6a,d), but the magma could still be impermeable mainly due to the moderate total porosity of 20-30 vol% (Burgisser et al., 2017). Such moderately-porous crystal-poor melts may reach permeability via a process of fracturing at high strains ( $\gamma > 2$ ) along the conduit margins, as experimentally demonstrated by Kushnir et al. (2017). Adding crystals drastically increases bubble connectivity ( $> 70\%$ ; Fig. 5b), by favouring channelling even at low shear strains (Fig. 2h,k). Channelling creates gas permeability of the order of  $10^{-10}$  m<sup>2</sup>, which is two to five orders of magnitude higher than the other permeability processes at the equivalent bubble content (Collombet et al., 2021). Therefore, magmas with matrix crystallinity  $> 30$  vol% and vesicularity of 20-30 vol%, as commonly observed in lava domes (Boudon et al., 2015), may show bubble connectivity  $> 70$  % (Fig. 5b) and gas permeabilities  $> 10^{-12}$  m<sup>2</sup> (Bain et al., 2019). In natural samples, connectivity would be surely enhanced by unequal bubble sizes that favour bubble coalescence (Lin and Lin, 2009), microtextures made of crystals with high aspect ratios (Lindoo et al., 2017), and polydisperse crystal size distributions involving phenocrysts and microlites (Cáceres et al., 2021). Therefore, comparatively to crystal-poor magmas, crystal-rich melts are able to outgas much more easily (at lower  $\gamma$ ) for comparable temperature, pressure, and strain rate, confirming the effusive mode of crystal-rich lava-dome emplacement and the unnecessary to invoke dominant outgassing mechanisms other than channelling (Collombet et al., 2021). On a crystallinity point of view and regardless of melt H<sub>2</sub>O content and magma storage pressure, the gas-permeable nature of the 30-50 vol% crystal-bearing rhyolitic melts investigated in this study agrees with the eruptions of low magnitude reported by Takeuchi et al. (2021) and the crystallinity-controlled effusive eruptions reported by Popa et al. (2021). Yet, the present experiments highlight the major control of an exsolved volatile phase (20-30 vol%) and low shear ( $\gamma < 2$ ) on the permeability development, with consequences on eruptive style that may deviate from those

expected from the sole consideration of crystallinity and melt H<sub>2</sub>O content. Contrary, this poses the question of the mechanisms behind dome-related explosive eruptions, such as Vulcanian or Pelean surges, which require additional processes capable of building up overpressure in gas bubbles. Among these processes are a second boiling event in response to late-stage extensive microlite crystallization (Sparks, 1997) and gas volume reduction by silica-phase deposition in bubbles (Boudon et al., 2015).



**Figure 7.** Schematic representation of bubble connectivity in magmas with (a) 0-10 vol% crystals or (b) 30-50 vol% crystals, deformed under shear at magmatic temperatures (650-750 °C), moderate shear-strain rates ( $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) and low pressures (50 MPa, that is at level of upper conduit to lava dome interior). The gas bubbles in crystal-poor magmas with 20-30 vol% porosity hardly connect under strain below  $\gamma = 2$ , so that outgassing requires fracture opening under high strains or strain rates, likely only reachable at conduit margins (Kushnir et al., 2017). In contrary, a dense crystalline fabric favours bubble connectivity under strains as low as  $\gamma = 2$  and total porosity of 20-30 vol%, so that outgassing may be an early process upon magma emplacement. Crystal fragmentation commonly occurs in crystal-rich magmas and heightens with increasing crystal content and strain. If temperature decreases and/or strain increases as expected at conduit margins, fractures may open and assist outgassing (Pistone et al., 2012; Shield et al., 2014).

## 5. Conclusions

By deforming silicic melts with 20-30 vol% H<sub>2</sub>O bubbles and 0 to 50 vol% crystals at magmatic temperatures (650-750 °C) and low confining pressures (50 MPa), we highlighted that:

- Torsion experiments using three-phase (bubbles, crystals, and melt) suspensions are valuable analogues to shear initiation in moderately-porous aphyric to crystal-bearing silicic magmas at shallow depth, such as in lava domes or upper conduits.
- Increasing crystal content from 0 to 50 vol% increases bubble connectivity from < 50 % to > 70%.
- Increasing strain from  $\gamma = 0$  to  $\sim 2$  in crystal-bearing magmas drastically increases the heterogeneity in bubble spatial distribution, by concentrating pores in shear zones.
- Crystal-rich magmas develop gas permeability via a process of channelling in shear zones, even at moderate porosities (20-30 vol%) and low strains ( $\gamma < 2$ ).
- Natural crystal-rich magmas stalling in upper conduits or lava domes are thus likely permeable, so that violent dome explosions into devastating surges require additional mechanisms of gas pressurisation in shallow crystal-rich magmas.

## Acknowledgements

The authors greatly thank I. di Carlo, S. Erdmann, and P. Benoist for assistance with the SEM and EMP, M. Hatton for the analyses using the elemental analyser, P. Penhoud for the technical assistance with the X-ray microtomograph, and M. Beaulieu for the crystal block grinding using the Selfrag device at BRGM. This work is part of C. Daffos PhD thesis that was funded by the French MNRT grant. The research costs were provided by the CNRS-INSU TelluS program, the Agence Nationale de la Recherche (ANR-19-CE31-0007; L. Arbaret), and the LABEX VOLTAIRE project (ANR-10-LABX-100-01; B. Scaillet).



**References**

- Bain, A.A., Lamur, A., Kendrick, J.E., Lavallée, Y., Calder, E.S., Cortés, J.A., Butler, I.B., Cortés, G.P., 2019. Constraints on the porosity, permeability and porous micro-structure of highly-crystalline andesitic magma during plug formation. *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 379, 72-89.
- Blower, J., 2001. Factors controlling permeability–porosity relationships in magma. *Bull. Volcanol.* 63(7), 497–504.
- Boudon, G., Balcone-Boissard, H., Villemant, B., Morgan, D.J., 2015. What factors control superficial lava dome explosivity? *Sci. Reports* 5. DOI: 10.1038/srep14551.
- Burgisser, A., Chevalier, L., Gardner, J.E., Castro, J.M., 2017. The percolation threshold and permeability evolution of ascending magmas. *Earth Planet. Sci. Lett.* 470, 37–47. <https://doi.org/10.1016/j.epsl.2017.04.023>.
- Burgisser, A., Gardner, J.E., 2005. Experimental constraints on degassing and permeability in volcanic conduit flow. *Bull. Volcanol.* 67, 42–56.
- Cassidy, M., Manga, M., Cashman, K., Bachmann, O., 2018. Controls on explosive-effusive volcanic eruption styles. *Nat. Com.* 9, 2839. DOI: 10.1038/s41467-018-05293-3.
- Cáceres, F., Scheu, B., Colombier, M., Hess, K.-U., Feisel, Y., Ruthensteiner, B., Dingwell, D.B., 2021. The roles of microlites and phenocrysts during degassing of silicic magma. *Earth Planet. Sci. Lett.* 577, 117264.
- Castro, J.M., Cordonnier, B., Tuffen, H., Tobin, M.J., Puskar, L., Martin, M.C., Bechtel, H.A., 2012. The role of melt-fracture degassing in defusing explosive rhyolite eruptions at volcan Chaiten. *Earth Planet. Sci. Lett.* 333, 63–69. <http://dx.doi.org/10.1016/j.epsl.2012.04.024>.
- Collombet, M., Burgisser, A., Colombier, M., Gaunt, E., 2021. Evidence for deep gas loss in open volcanic systems. *Bull. Volcanol.* 83:7. <https://doi.org/10.1007/s00445-020-01433-0>.

- deGraffenried, R.L., Larsen, J.F., Graham, N.A., Cashman, K.V., 2019. The influence of phenocrysts on degassing in crystal-bearing magmas with rhyolitic groundmass melts. *Geophys. Res. Lett.* 46, 5127–5136. <https://doi.org/10.1029/2018GL081822>
- Degruyter, W., Bachmann, O., Burgisser, A., 2010. Controls on magma permeability in the volcanic conduit during the climactic phase of the Kos Plateau Tuff eruption (Aegean Arc). *Bull. Volcanol.* 72, 63–74.
- Eichelberger, J.C., Carrigan, C.R., Westrich, H.R., Price, R.H., 1986. Non-explosive silicic volcanism. *Nature* 323, 598–602.
- Fernandez, A.N., Febesse, J.L., Mezure, J.F., 1983. Theoretical and experimental study of fabrics developed by different shaped markers in two-dimensional simple shear. *Bull. Soc. Géol. France*, 7, vol. XXV, n° 3, 319-326.
- Forien, M., Arbaret, L., Burgisser, A., Champallier R., 2011. Experimental constrains on shear-induced crystal breakage in magmas, *J. Geophys. Res.* 116, B08217. doi:10.1029/2010JB008026.
- Gardner, J.E., Hilton, M., Carroll, M.R., 1999. Experimental constraints on degassing of magma: isothermal bubble growth during continuous decompression from high pressure. *Earth Planet. Sci. Lett.* 168, 201-218.
- Gaunt, H.E., Sammonds, P.R., Meredith, P.G., Smith, R., Pallister, J.S., 2014. Pathways for degassing during the lava dome eruption of Mount St. Helens 2004-2008. *Geology* 42 (11), 947–950. <http://dx.doi.org/10.1130/g35940.1>.
- Gonnermann, H. M., Giachetti, T., Fliedner, C., Nguyen, C. T., Houghton, B. F., Crozier, J. A., Carey, R. J., 2017. Permeability during magma expansion and compaction. *J. Geophys. Res., Solid Earth*, 122, 9825–9848. <https://doi.org/10.1002/2017JB014783>.

- Hammer, J.E., Cashman, K.V., Hoblitt, R.P., Newman, S., 1999. Degassing and microlite crystallization during pre-climactic events of the 1991 eruption of Mt Pinatubo, Philippines. *Bull. Volcanol.* 60, 355–380.
- Hess, K.-U., Dingwell, D.B., 1996. Viscosities of hydrous leucogranitic melts: non-Arrhenian model. *Am. Mineral.* 81, 1297–1300.
- Hoblitt, R.P., Harmon, R., 1993. Bimodal density distribution of cryptodome dacite from the 1980 eruption of Mount St Helens, Washington. *Bull. Volcanol.* 55, 421–438.
- Klug, C., Cashman, K.V., 1996. Permeability development in vesiculating magmas: implications for fragmentation. *Bull. Volcanol.* 58, 87–100.
- Kushnir, A.R.L., Martel, C., Champallier, R., Arbaret, L., 2017. In situ confirmation of permeability development in shearing bubble-bearing melts and implications for volcanic outgassing. *Earth Planet. Sci. Lett.* 458, 315–326. <https://doi.org/10.1016/j.epsl.2016.10.053>.
- Laumonier, M., Arbaret, L., Burgisser, A., Champallier, R., 2011. Porosity redistribution enhanced by strain localization in crystal-rich magmas. *Geology* 39 (8), 715–718. <http://dx.doi.org/10.1130/g31803.1>.
- Launeau, P., Cruden, A.R., 1998. Magmatic fabric acquisition mechanisms in a syenite: results of a combined anisotropy of magnetic susceptibility and image analysis study. *J. Geophys. Res.* 103, 5067–5089.
- Launeau, P., Robin, P.-Y., 1996. Fabric analysis using the intercept method. *Tectonophysics* 267, 91–119.
- Lin, T.-J., Lin, G.-M., 2009. Mechanisms of in-line coalescence of two-unequal bubbles in a non-Newtonian fluid. *Chem. Eng. J.* 155, 750-756. DOI:10.1016/j.cej.2009.09.019.

- Lindoo, A., Larsen, J. F., Cashman, K.V., Oppenheimer, J., 2017. Crystal controls on permeability development and degassing in basaltic andesite magma. *Geology* 45, 831–834. <https://doi.org/10.1130/G39157.1>.
- Mader, H.M., Llewellyn, E.W., Mueller, S.P., 2013. The rheology of two-phase magmas: a review and analysis. *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 257, 135–158. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jvolgeores.2013.02.014>.
- Martel, C., Bourdier, J.-L., Pichavant, M., Traineau, H., 2000. Textures, water content and degassing of silicic andesites from recent plinian and dome-forming eruptions at Mount Pelée volcano (Martinique, Lesser Antilles arc). *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 96, 191–206. doi: S0.77-0273(99)00147-X.
- Martel, C., Dingwell, D.B., Spieler, O., Pichavant, M., Wilke, M., 2000. Fragmentation of foamed silicic melts: an experimental study. *Earth Planet. Sci. Lett.* 178, 47–58. doi: S0012-821X(00)00062-5.
- Martel, C., Iacono-Marziano, G., 2015. Timescales of bubble coalescence, outgassing, and foam collapse in decompressed rhyolitic melts. *Earth Planet. Sci. Lett.* 412, 173–185. <http://dx.doi.org/10.1016/j.epsl.2014.12.010>.
- Martel, C., Poussineau, S., 2007. Diversity of eruptive style inferred from the microlites of Mt. Pelée andesite (Martinique, Lesser Antilles). *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 166, 233–254. doi: 10.1016/j.jvolgeores.2007.08.003.
- Martel, C., Schmidt, B.C., 2003. Decompression experiments as an insight into magma ascent rates. *Contrib. Mineral. Petrol.* 144, 397–415. doi: 10.1007/s00410-002-0404-3.
- Mourtada-Bonnefoi, C., Laporte, D., 2002. Homogeneous bubble nucleation in rhyolitic magmas: an experimental study of the effect of H<sub>2</sub>O and CO<sub>2</sub>. *J. Geophys. Res.* 107, 10.1029/2001JB000290.

- Navon, O., Chekhmir, A., Lyakhovskiy, V., 1998. Bubble growth in highly viscous melts: theory, experiments, and autoexplosivity of dome lavas. *Earth Planet. Sci. Lett.* 160, 763–776.
- Newman, S., Lowenstern, J.B., 2002. VOLATILECALC: a silicate melt–H<sub>2</sub>O–CO<sub>2</sub> solution model written in Visual Basic for Excel. *Comput. Geosci.* 28 (5), 597–604. [http://dx.doi.org/10.1016/s0098-3004\(01\)00081-4](http://dx.doi.org/10.1016/s0098-3004(01)00081-4).
- Okumura, S., Nakamura, M., Nakano, T., Uesugi, K., Tsuchiyama, A., 2012. Experimental constraints on permeable gas transport in crystalline silicic magmas. *Contrib. Mineral. Petrol.* 164(3), 493–504.
- Okumura, S., Nakamura, M., Takeuchi, S., Tsuchiyama, A., Nakano, T., Uesugi, K., 2009. Magma deformation may induce non-explosive volcanism via degassing through bubble networks. *Earth Planet. Sci. Lett.* 281 (3–4), 267–274. <http://dx.doi.org/10.1016/j.epsl.2009.02.036>.
- Okumura, S., Nakamura, M., Tsuchiyama, A., Nakano, T., Uesugi, K., 2008. Evolution of bubble microstructure in sheared rhyolite: formation of a channel-like bubble network. *J. Geophys. Res., Solid Earth* 113 (B7). <http://dx.doi.org/10.1029/2007jb005362>.
- Paterson, M.S., Olgaard, D.L., 2000. Rock deformation tests to large shear strains in torsion. *J. Struct. Geol.* 22, 1341–1358.
- Parmigiani, A., Degruyter, W., Leclaire, S., Huber, C., Bachmann, O., 2017. The mechanics of shallow magma reservoir outgassing, *Geochem. Geophys. Geosyst.* 18, 2887–2905, doi:10.1002/2017GC006912.
- Pistone, M., Caricchi, L., Ulmer, P., Burlini, L., Ardia, P., Reusser, E., Marone, F., Arbaret, L., 2012. Deformation experiments of bubble- and crystal-bearing magmas: rheological and microstructural analysis. *J. Geophys. Res., Solid Earth* 117. <http://dx.doi.org/10.1029/2011jb008986>.



- Popa, R.G., Bachmann, O., Huber, C., 2021. Explosive or effusive style of volcanic eruption determined by magma storage conditions. *Nature Geosci.* 14, 781-786. <https://doi.org/10.1038/s41561-021-00827-9>.
- Saar, M. O., Manga, M., 1999. Permeability-porosity relationship in vesicular basalts. *Geophys. Res. Lett.* 26(1), 111–114.
- Shields, J.K., Mader, H.M., Caricchi, L., Tuffen, H., Mueller, S., Pistone, M., Baumgartner, L., 2016. Unravelling textural heterogeneity in obsidian: shear-induced outgassing in the Rocche Rosse flow. *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 310, 137–158. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jvolgeores.2015.12.003>.
- Shields, J.K., Mader, H.M., Pistone, M., Caricchi, L., Floess, D., Putlitz, B., 2014. Strain-induced outgassing of three-phase magmas during simple shear. *J. Geophys. Res., Solid Earth* 119 (9), 6936–6957. <http://dx.doi.org/10.1002/2014jb011111>.
- Sparks, R.S.J., 1997. Causes and consequences of pressurization in lava domes. *Earth Planet. Sc. Lett.* 160, 177–189.
- Stasiuk, M.V., Barclay, J., Carroll, M.R., Jaupart, C., Ratte, J.C., Sparks, R.S.J., Tait, S.R., 1996. Degassing during magma ascent in the Mule Creek vent (USA). *Bull. Volcanol.* 58 (2–3), 117–130. <http://dx.doi.org/10.1007/s004450050130>.
- Takeuchi, S., Nakashima, S., Tomiya, A., 2008. Permeability measurements of natural and experimental volcanic materials with a simple permeameter: toward an understanding of magmatic degassing processes. *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 177(2), 329–339.
- Takeuchi, S., Nakashima, S., Tomiya, A., Shinohara, H., 2005. Experimental constraints on the low gas permeability of vesicular magma during decompression. *Geophys. Res. Lett.* 32, L10312. doi:10.1029/2005GL022491.
- Takeuchi, S., Toshida, K., Miura, D., Ito, H., Uesawa S., 2021. Relationships between magmatic properties and eruption magnitude of explosive eruptions at Japanese arc

- volcanoes during the last one hundred thousand years. *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 419, 107345. <https://doi.org/10.1016/j.jvolgeores.2021.107345>.
- Toramaru, A., 2006. BND (bubble number density) decompression rate meter for explosive volcanic eruptions. *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 154, 303–316.
- Truby, J. M., Mueller, S. P. E., Llewellyn, W., Mader, H. M., 2017. The rheology of three-phase suspensions at low bubble capillary number. *Proc. R. Soc. A* 471, 20140557. <http://dx.doi.org/10.1098/rspa.2014.0557>.
- Tuffen, H., Dingwell, D.B., Pinkerton, H., 2003. Repeated fracture and healing of silicic magma generate flow banding and earthquakes? *Geology* 31 (12), 1089–1092. <http://dx.doi.org/10.1130/g19777.1>.
- Westrich, H. R., Eichelberger, J. C., 1994. Gas transport and bubble collapse in rhyolitic magma: an experimental approach. *Bull. Volcanol.* 56(6-7), 447–458.
- Woods, A.W., Koyaguchi, T., 1994. Transitions between explosive and effusive eruptions of silicic magmas. *Nature* 370 (6491), 641–644. <http://dx.doi.org/10.1038/370641a0>.
- Wright, H.M.N., Cashman, K.V., Gottesfeld, E.H., Roberts, J.J., 2009. Pore structure of volcanic clasts: Measurements of permeability and electrical conductivity. *Earth Planet. Sci. Lett.* 280(1–4), 93–104. <https://doi.org/10.1016/j.epsl.2009.01.023>.

### **Supplementary Material 1 (SM1)\_Methods**

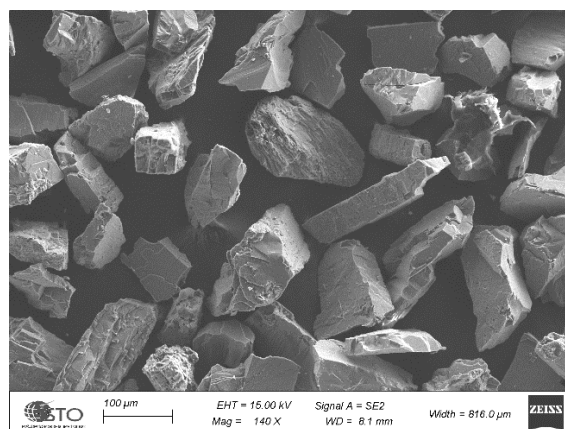
The experiments consisted in three main phases: i) synthesis of a crystal-bearing hydrated glass by melt hydration in an internally-heated pressure vessel and mixing of the obtained hydrated glass with plagioclase crystals, ii) H<sub>2</sub>O-bubble formation by decompression in the Paterson-type apparatus, and iii) subsequent deformation in simple shear of the three-phase magma.

## 1. Experimental methods

### *1A. Synthesis of crystal-bearing hydrated glasses*

The anhydrous starting glass is a haplogranite (HPG8, prepared by Schott AG, Germany) with the eutectic composition of the quartz–albite–orthoclase system (Holtz et al., 1992; composition in wt%: 78.6 SiO<sub>2</sub>, 12.5 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 4.6 Na<sub>2</sub>O, 4.2 K<sub>2</sub>O). About 10 g of the powdered (< 90 μm) anhydrous HPG8 glass was mixed with either about 1 g or 0.5 g deionized H<sub>2</sub>O, and sealed in 20-mm diameter and 30-mm long Au capsules. The HPG8 hydrations were performed in internally-heated pressure vessels pressurized with argon (at ISTO) at *T* of 750 and 950 °C and *P* of 400 MPa (for the capsules containing 1 g H<sub>2</sub>O) and *P* of 170 MPa (for the capsules containing 0.5 g H<sub>2</sub>O). The H<sub>2</sub>O contents introduced in the capsules were enough to ensure H<sub>2</sub>O solubilities at *P* of 400 MPa and 170 MPa (950 °C) according to the H<sub>2</sub>O solubility model of Newman and Lowenstern (2002), i.e. 9.6 and 5.0 wt% H<sub>2</sub>O, respectively. Hydration durations were 48 to 96 h, which is long enough to homogenize H<sub>2</sub>O by diffusion in the HPG8 glass powder, according to Zhang and Behrens (2000). The samples were isobarically quenched by shutting down the furnace, in order to avoid H<sub>2</sub>O exsolution from the melt. The recovered hydrated HPG8 glasses were ground in an agate mechanical grinder to obtain a ~20-μm grain size powder, to which plagioclase crystals were added. We purchased commercially a plagioclase block of labradorite (anorthite content of 50 to 70 mol%) whose composition was tested for chemical resistance at the contact of the HPG8 hydrated melt under the elected run conditions. The labradorite block was reduced into pieces using a high-voltage pulsed power fragmentation apparatus (Selfrag, at BRGM, Orléans, France). The main advantage of the Selfrag is to crush rocks at the grain joints, so that we were expecting more or less elongated bits, i.e. resembling the natural plagioclase shapes. The recovered fragments were sieved to 50-90 μm (Fig. SM1A), before manual mixing with the hydrated HPG8 glass powder following

different weight proportions. Very minor amounts of crystals other than plagioclase (presumably Fe-Ti oxides and pyroxenes) have been found in the fragments, likely coming from mineral inclusions trapped in the labradorite block. Recalculated to volume proportions using a 2.7 density for labradorite, four series based on their crystal contents ( $\Phi_{c\_melt\_3D}$ ) have been chosen: 0, 21, 50, and 70 vol%.



**Fig. SM1A.** The 50-90  $\mu\text{m}$  fraction size of the plagioclase crystals.

### ***1B. Synthesis of bubble-bearing magmas***

About 1.6-2.0 g of the crystal-glass mixtures were sealed in 14-mm diameter and 12-mm long Cu capsules in order to prevent H<sub>2</sub>O loss. The capsules were sandwiched between alumina spacers, alumina and zirconia pistons, and the whole assembly was coated by an iron jacket (**Fig. 1b**). The sample column was placed at the hot spot of the internal Mo-furnace of the gas-medium (argon) Paterson rig ([Paterson and Olgaard, 2000](#); Australian Scientific Instruments Pty Ltd, at ISTO; **Fig. 1a**). The samples were i) pressurized to 240 MPa, ii) heated to 850 °C (pressure will reach 300 MPa) at a rate of 10 °C/min and maintained during 15 min for thermal equilibration, then iv) decompressed to 50 MPa within 9 to 20 min in order to generate H<sub>2</sub>O bubble nucleation, v) maintained for 45 min to let bubbles grow, and vi) cooled to 650 °C (crystal-free samples) or 750 °C (crystal-bearing samples), in order to allow further deformation

without inconvenient jacket breakage, followed by a 15-min dwell for thermal equilibration (Fig. 1c).

### *1C. Torsion experiments*

Keeping the experimental setup as it was after decompression, deformation in right-lateral simple shear was carried out at  $T$  of 650 °C (crystal-free samples) or 750 °C,  $P$  of 50 MPa, and shear rate  $\dot{\gamma}_r$  of  $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Torsion durations were 1 or 2 h, which led to bulk finite shear  $\gamma$  of 1 and 2, respectively, (see Paterson and Olgaard, 2000, for  $\gamma$  calculation); note that in torsion, the sample centre experiences zero torque and, therefore, zero strain; both strain and strain rate increase radially toward the sample exterior. Temperature, pressure, shear stress and angular displacement were live recorded on a computer. The experiment was ended by relaxing the stress, followed by an isobaric quench (shut of the furnace while maintaining 50 MPa confining pressure) at a rate of  $\sim 40 \text{ °C/min}$  from 750 to 200 °C. According to Mader et al. (2013), the relaxation time ( $\lambda$ ) of a bubble writes as:  $\lambda = (a \times \eta_{\text{melt}})/\sigma$ , where  $a$  is the bubble's equivalent spherical radius,  $\eta_{\text{melt}}$  is the viscosity of the hydrated melt, and  $\sigma$  is the surface tension at the bubble-liquid interface. Considering  $a = 10$  and  $100 \text{ }\mu\text{m}$  (from the sample analyses),  $\eta_{\text{melt}} = 10^{6.3} \text{ Pa}\cdot\text{s}$  (HPG8 melt with 2.9 wt%  $\text{H}_2\text{O}$  at 50 MPa and 750 °C; Hess and Dingwell, 1996), and  $\sigma = 0.2 \text{ N/m}$  at 50 MPa (Bagdassarov et al., 2000),  $\lambda$  would be about 2 and 17 min, respectively. At 700 °C,  $\eta_{\text{melt}} = 10^{6.9} \text{ Pa}\cdot\text{s}$  and  $\lambda$  becomes 7 and 66 min for bubble radius of 10 and 100  $\mu\text{m}$ , respectively. During quenching, about 42 s are spent between 750 and 700 °C, so that we infer that in our experiments, the small 10- $\mu\text{m}$  radius bubbles fully relaxed (returned to sphericity), whereas the larger 100- $\mu\text{m}$  radius bubbles experienced limited relaxation during quenching. After experiment, the sample column was extracted from the vessel and the extent of deformation was verified by the progress of the pen-markers between the non-deformed

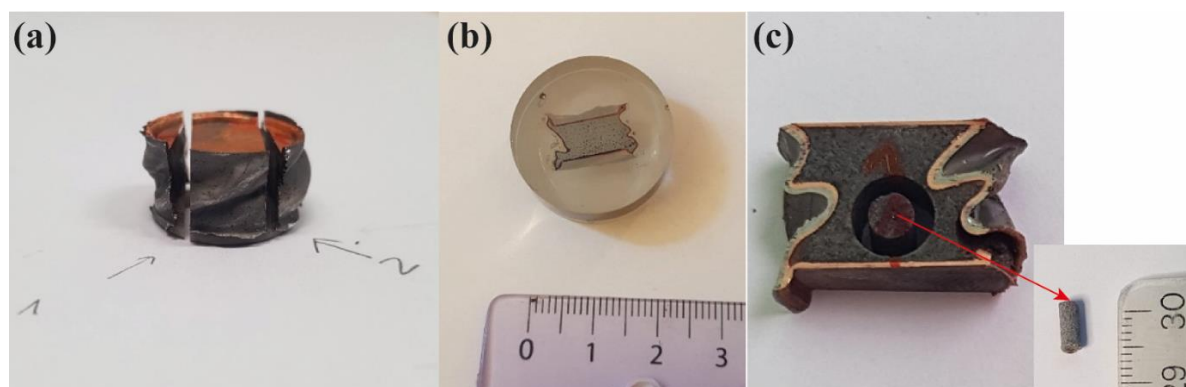


(piston) and deformed (sample) parts. The iron jacket was removed to release the Cu-capsule containing the sample.

## 2. Analytical methods

### 2A. Microstructural analysis

After experiment, the Cu capsule containing the sample was cut following two sections parallel to the shear plane, in order to expose their longitudinal tangential surfaces, which represent the planes of maximum shear strain (Paterson and Olgaard, 2000) (Fig. SM1Ba). One of the two sections was placed in epoxy, polished, and carbon coated for two-dimensional (2D) observations using a scanning electron microscope (SEM; Merlin Compact Zeiss at ISTO) (Fig. SM1Bb).



**Fig. SM1B.** After run sample preparation for analyses. (a) Cutting, (b) polish section with one outer piece of the sample, and (c) bore of a 3-mm cylinder in the middle piece.

The sample polished sections being about 5-10 mm long by 10-15 mm wide and often showing microtextural heterogeneities, the sample analysis was performed by processing 5 to 10 thumbnail images that covered the whole section. The SEM images were segmented using the SPO2003 image-processing software (Launeau and Robin, 1996; Launeau and Cruden, 1998), in order to determine the average 2D bubble and crystal contents (accuracy of  $\pm 3$  area%

determined on repeated measurements), bubble and crystal sizes, shapes, and orientations (following the method of intercepts; [Launeau and Robin, 1996](#)), and bubble and crystal number densities, as follows:

- Crystal-free bubble content:  $\Phi_{b\_melt\_2D} = (\text{bubble area})/(\text{bubble area} + \text{glass area}) \times 100$ ;
- 2D-bulk porosity:  $\Phi_{b\_bulk\_2D} = (\text{bubble area})/(\text{bubble area} + \text{glass area} + \text{crystal area}) \times 100$ ;
- 2D-bubble-free crystal content:  $\Phi_{c\_melt\_2D} = (\text{crystal area})/(\text{crystal area} + \text{glass area}) \times 100$ ;
- 2D-bulk crystal content:  $\Phi_{c\_bulk\_2D} = (\text{crystal area})/(\text{bubble area} + \text{glass area} + \text{crystal area}) \times 100$ ;
- 2D-bulk glass content:  $\Phi_{g\_bulk\_2D} = \text{glass area}/(\text{bubble area} + \text{glass area} + \text{crystal area}) \times 100$ ;
- Crystal-free areal bubble number density:  $BND = (\text{number of bubbles})/(\text{glass area})$ .
- Bubble-free areal crystal number density:  $CND = (\text{number of crystals})/(\text{glass area})$ .
- Bubble long and short axes; bubble eccentricity:  $R = (\text{long axis})/(\text{short axis})$ ; the radius ( $a$ ) equivalent to the bubble surface; bubble orientation to the horizontal ( $\theta_b$ ).

## ***2B. X-ray Computed Tomography (XCT)***

After the removal of the two longitudinal tangential sections for the 2D analysis, the sample rest was bored perpendicularly to the shear plane (0 strain in centre; [Fig. SM1Bc](#)) in order to get an oriented 3-mm core sample for three-dimensional (3D) analysis using XCT (Phoenix NanoTOM at ISTO). The XCT images were reconstructed using a Phoenix 3D software with a voxel resolution of 1.4- $\mu\text{m}$  side. A qualitative analysis of the whole core sample was performed in order to segment the glass+crystal matrix, the isolated bubbles, and the bubbles connected to the outside of the core sample, using the commercial software VGStudio Max. Smaller sample volumes (cubes of 600 and 1400- $\mu\text{m}$  side) were defined to qualify bubble size and spatial distribution, as well as to quantify the 3D bulk porosity ( $\Phi_{b\_bulk\_3D}$ ) and the volume content of bubbles connected to the sample border ( $\Phi_{b\_connect\_3D}$ ), using the commercial software Blob3D.

The porosity measurements,  $\Phi_{b\_bulk\_3D}$  and  $\Phi_{b\_connect\_3D}$ , were determined with an accuracy of  $\pm 3$  vol%. Because the small size of the experimental samples precludes porosity 3D measurement iterations, the assumption made here is that the volumes on which the measurements have been made are representative of the whole experimental sample.

### ***2C. Glass H<sub>2</sub>O contents***

The H<sub>2</sub>O contents of the starting hydrated glasses were checked using an elemental analyser (ThermoFlash2000 at ISTO), given with a precision of  $\pm 0.15$  wt%. The results confirmed the H<sub>2</sub>O solubility data from [Newman and Lowenstern \(2002\)](#), i.e. H<sub>2</sub>O contents of 9 to 10 wt% for the 400-MPa hydrations and  $\sim 5$  wt% for the 170-MPa hydrations. As the elemental analyser is a destructive method (sample pyrolyze), the H<sub>2</sub>O contents of the residual glasses from the run products were analysed using an electron microprobe (EMP; Cameca SX Five at ISTO) following the ‘by-difference’ method of [Devine et al. \(1995\)](#), and using HPG8 glass standards with known H<sub>2</sub>O contents (samples from [Martel et al., 2000](#)). The analysed elements were Si, Al, Ca, Na, K, with alkalis analysed first, in order to minimize loss under the electron beam. The EMP conditions were set to an acceleration voltage of 15 kV, a beam current of 6 nA, peak/background counting times of 10/5 s for all elements, and a defocussed beam of 10x10  $\mu\text{m}$  size. The analytical errors on major elements were calculated at  $\sim 1\%$  (relative) for SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and CaO, and 5% for Na<sub>2</sub>O and K<sub>2</sub>O, and  $\pm 0.7$  wt% on the H<sub>2</sub>O content.

## **3. Calculations**

### ***3A. Gas fraction***

The gas fraction equation of [Jaupart and Allègre \(1991\)](#) calculates the gas volume ( $\alpha_{\text{melt}}$ ) resulting from degassing of a H<sub>2</sub>O-saturated melt in closed-system. The equation writes as follows:

$$\alpha_{\text{melt}} = 1 / \{1 + \rho_{\text{gas}} / [(C_{\text{wi}} - C_{\text{wf}}) \times \rho_{\text{liq}}]\} \times 100 \quad \text{Eq. 1}$$

where  $\rho_{\text{gas}}$  is the H<sub>2</sub>O density at  $T$  and final  $P$  calculated after [Burnham et al. \(1969\)](#),  $\rho_{\text{liq}}$  is the melt density taken as 2400 kg/m<sup>3</sup>,  $C_{\text{wi}}$  and  $C_{\text{wf}}$  are the H<sub>2</sub>O solubilities at initial and final pressures, respectively, calculated after [Newman and Lowenstern \(2002\)](#). The uncertainty associated with the  $\alpha_{\text{melt}}$  calculation mostly depends on the precision of the melt H<sub>2</sub>O contents ( $C_{\text{wi}}$  and  $C_{\text{wf}}$ ). Assuming an uncertainty of  $\pm 0.7$  wt% on the EMP ‘by-difference’ H<sub>2</sub>O measurements suggests uncertainties of  $\pm 3$  vol% on  $\alpha_{\text{melt}}$  calculations.

### **3B. Bulk viscosity**

The bulk viscosity ( $\eta_{\text{bulk}}$ ) of our samples were calculated using the equation 3.2 of [Truby et al. \(2017\)](#) that gives the relative viscosity ( $\eta_r$ , with  $\eta_r = \eta_{\text{bulk}} / \eta_{\text{melt}}$ ) of a three-phase suspension of bubbles and crystals in a Newtonian liquid undergoing steady flow. The model adopts an ‘effective medium’ approach in which the bubbly liquid is treated as a continuous medium which suspends the crystals. The model is valid for a low bubble capillary number ( $Ca$ ) regime.  $Ca$  describes the ratio of the viscous stress to the restoring stress and writes as follows:  $Ca = (\eta_{\text{melt}} \times \gamma_r) / (\sigma/a)$ , where  $a$  is the bubble’s equivalent spherical radius. For  $\gamma_r$  of  $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , bubble radius of 10 and 100  $\mu\text{m}$ ,  $\sigma$  of 0.2 N/m ([Bagdassarov et al., 2000](#)), and  $\eta_{\text{melt}}$  of  $10^{6.3} \text{ Pa}\cdot\text{s}$  (HPG8 liquid with 2.9 wt% H<sub>2</sub>O at 750 °C; [Hess and Dingwell, 1996](#)),  $Ca$  is  $\sim 0.02$  and 0.2, respectively, which satisfies the low  $Ca$  regime ( $Ca < \sim 1$ ) required for the viscosity calculation. The equation writes:

$$\eta_r = (1 - \Phi_{\text{b\_melt\_3D}}/100)^{-1} \times (1 - \Phi_{\text{c\_bulk\_3D}}/\Phi_{\text{max}})^{-2} \quad \text{Eq. 2}$$

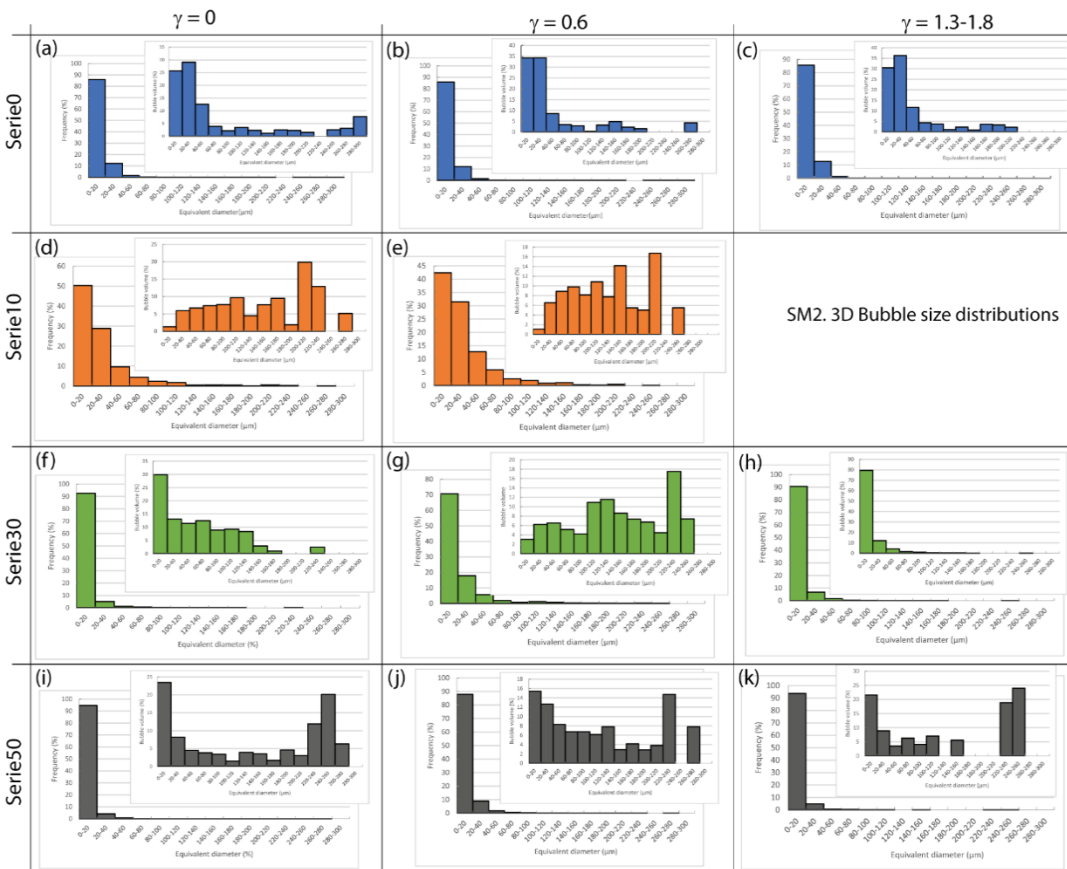
where  $\Phi_{\text{max}}$  is the particle maximum packing of 66 vol% ([Truby et al., 2017](#)).

## References

- Bagdassarov, N.S., Dorfman, A., Dingwell, D.B., 2000. Effect of alkalis, phosphorus, and water on the surface tension of haplogranite melt. *Am. Mineral.* 85, 33–40.
- Burnham, C. W., Holloway, J. R., Davis, N. F., 1969. Thermodynamic properties of water to 1000°C and 10 000 bars. *Geol. Soc. Am. Spec. Papers* 132, 1-96.
- Devine, J. D., Gardner, J. E., Brack, H. P., Layne, G. D., Rutherford, M. J., 1995. Comparison of microanalytical methods for estimating H<sub>2</sub>O contents of silicic volcanic glasses. *Am. Mineral.* 80, 319-328.
- Holtz, F., Behrens, H., Dingwell, D.B., Taylor, R.P., 1992. Water solubility in aluminosilicate melts of haplogranite composition at 2 kbar. *Chem. Geol.* 96 (3–4), 289–302.  
[http://dx.doi.org/10.1016/0009-2541\(92\)90060-i](http://dx.doi.org/10.1016/0009-2541(92)90060-i).
- Zhang, Y., Behrens, H., 2000. H<sub>2</sub>O diffusion in rhyolitic melts and glasses. *Chem. Geol.* 169, 243–262.



Supplementary Material 2 (SM2): 3D Bubble size distributions





## Camille DAFFOS

### Transition explosive-effusive des éruptions volcaniques : étude expérimentale du développement de la porosité connectée des magmas siliceux riches en cristaux sous une déformation cisailante

**Résumé :** Les volcans de magmas riches en silice peuvent présenter deux types principaux de dynamisme éruptif : effusif (croissance de dôme de lave) ou explosif (éruptions vulcaniennes ou pliniennes). L'explosivité d'une éruption est principalement contrôlée par la capacité du magma à relâcher ou à conserver ses gaz, i.e. à développer une porosité plus ou moins connectée. Le seuil de percolation des gaz dans un magma est principalement contrôlé par des paramètres intrinsèques, tels que la fraction de bulles et de cristaux et la viscosité du magma, mais aussi par des paramètres extrinsèques tels que la vitesse d'ascension et de déformation du magma. L'objectif de ce travail de thèse est de mettre en évidence expérimentalement le rôle de la fraction cristalline et de la déformation sur le développement d'une porosité connectée dans un liquide riche en silice et contenant des bulles et des cristaux. Pour cela, les échantillons ont été déformés en torsion ( $\gamma < 2$ ) en Presse Paterson à 50 MPa, 750/650°C et à une vitesse constante de  $2 \times 10^{-4} s^{-1}$ . Ces conditions expérimentales simulent l'initiation de la déformation dans un magma se mettant en place peu profondément, dans la partie supérieure d'un conduit volcanique ou dans un dôme de lave.

Les résultats obtenus montrent que l'augmentation de la teneur en cristaux et de la déformation entraîne une réorganisation des bulles créant des zones de localisation de la déformation et de coalescence intensive. Ainsi, des magmas riches en cristaux (30-50 vol%) et modérément vésiculés (20-30 vol%), peuvent développer un réseau de bulles connectées pour de très faibles taux de déformation ( $\gamma < 2$ ). Ceci implique donc que les éruptions explosives à partir de dômes de lave fortement cristallisés doivent faire intervenir d'autres mécanismes de mise en pression des gaz dans le magma.

Mots clés : Porosité connectée, expérimentation, dynamisme éruptif, déformation cisailante, Presse Paterson

### Explosive-effusive transition from volcanic eruptions: an experimental study of the development of connected porosity in crystal-rich siliceous magmas under shear deformation

**Summary :** Volcanoes of silica-rich magmas may present two main types of eruptive dynamic: effusive (lava-dome growth) or explosive (Vulcanian and Plinian eruptions). The explosivity of an eruption is mainly controlled by the magma ability to release or retain gases, i.e. to develop a more or less connected porosity. Gas percolation threshold in magmas is primarily controlled by intrinsic parameters, such as bubble and crystal fraction and magma viscosity, and by external parameters, such as ascent and strain rates of the magma. The aim of this PhD work is to highlight experimentally the influence of crystal content and shear on the development of bubble connectivity in bubble- and crystal-bearing silicic melts. To this aim, the samples have been deformed in torsion ( $\gamma < 2$ ) in a Paterson Press at 50 MPa, 750/650°C and constant shear rate of  $2 \times 10^{-4} s^{-1}$ . These experimental conditions simulate shear initiation during magma shallow emplacement at level of upper conduit or in lava domes.

The results obtained show that the increase of the crystal fraction and shear leads to a bubble re-organization by creating zones of shear localization and intensive coalescence. Thus, moderately-vesiculated (20-30 vol%) crystal-rich (30-50 vol%) magmas can develop a network of connected bubbles under very low strain ( $\gamma < 2$ ). This implies that additional mechanisms may be invoked to explain the gas pressurization that triggers lava dome explosions into violent surges.

Keywords : Connected porosity, experimentation, eruptive dynamic, shear deformation, Paterson Press



Institut des Sciences de la Terre d'Orléans  
1a, rue de la Férollerie, 45071 Orléans Cedex 2,  
FRANCE

