

Université des Sciences et Technologies de Lille

Ecole doctorale Sciences de la Matière du Rayonnement et de l'Environnement

Pour obtenir le grade de

Docteur de l'université

Spécialité : Sciences des Matériaux

par

Elodie Amiguet

Déformation expérimentale de diopside dans les conditions de
pression et température du manteau supérieur

Soutenue le 12 janvier 2009

M. Y. Guéguen

Président du Jury

M. J. Ingrin

Rapporteur

Mme A. Tommasi

Rapporteur

M. W. Crichton

Examineur

M. P. Cordier

Co-encadrant de thèse

M. P. Raterron

Directeur de thèse

Remerciements

Ces trois années de thèse au Laboratoire de Structure et Propriétés de l'Etat Solide de l'Université des Sciences et Technologies de Lille m'ont beaucoup appris tant sur le plan scientifique que personnel. Elles m'ont permis de m'épanouir à mon rythme à l'abri des intempéries (seulement au sens figuré !!). A l'heure du bilan, je tiens à remercier l'ensemble des personnes qui ont fait de cette thèse un moment fort de ma formation.

Je voudrais tout d'abord remercier mon directeur de thèse Paul Raterron pour sa confiance et pour m'avoir permis de travailler de manière autonome.

Je souhaite également remercier mon co-directeur de thèse Patrick Cordier pour son soutien et ses conseils ; en étant toujours disponible pour les discussions scientifiques (et les autres...). Il a grandement contribué à faire de moi une chercheuse adulte.

Je tiens à remercier les membres du Jury pour avoir accepté de juger ce travail : Jannick Ingrin et Andrea Tommasi : les deux rapporteurs ainsi qu'Yves Gueguen et Wilson Crichton : les deux examinateurs.

Merci à Andrea Tommasi de l'université de Montpellier pour les études en EBSD des textures dans les polycristaux.

Un merci tout particulier à Hélène Couvy, binôme de ligne, pour ses précieux conseils et son aide. Merci d'avoir partagé avec moi les longues nuits sur synchrotron.

Je tiens également à remercier Denise Ferré (physique assistance), Philippe Carrez (dislocation assistance), Damien Jacob, Jean-François Dhenin, Ahmed Addad, ainsi que l'ensemble des membres du laboratoire pour avoir contribué à faire de ces trois ans un moment agréable.

Enfin ces trois années n'auraient pu être ce qu'elles ont été sans mes camarades. Merci Greg pour ton soutien dès mon arrivée au laboratoire. Les soirées partagées m'auront permis de me mettre sur les rails. Merci Arnaud pour ton humeur changeante, ta générosité et ta musique (mais est-ce vraiment de la musique ?). Merci Jonathan (dernier arrivé dans le bureau 212) pour ta gentillesse. Un grand merci à Mathieu, Matthieu, Seb pour les bonnes bouffes et les soirées passées à tester les innombrables bières de France et de Belgique. Merci à Carole, Julien, Jessy, Caroline ... bonne continuation à toutes et tous.

Je souhaite remercier mes parents et ma famille. C'est grâce à leur soutien sans faille que j'ai pu y arriver.

Pour finir, merci à toi Harold d'avoir fait ce choix de vie avec moi. Ces trois années entre Lille et Toulouse ont parfois été difficiles. Merci pour ton soutien et pour ton immense patience à la hauteur de mon caractère.

Résumé

La plasticité des minéraux aux conditions pression et température du manteau supérieur terrestre joue un rôle majeur dans les grands processus qui affectent la dynamique de l'intérieur de la Terre. Les propriétés des minéraux du manteau restent cependant mal connues à ce jour. L'objectif de ce travail est d'étudier la déformation sous pression des clinopyroxènes (au travers du diopside), qui sont un des constituants majeurs du manteau supérieur.

Des monocristaux orientés et des polycristaux de diopside ont été déformés dans les conditions de pression du manteau supérieur et pour des températures comprises entre 1000°C et 1400°C. Les expériences de déformation ont été réalisées en presse multi-enclume de type D-DIA couplée à un rayonnement synchrotron permettant la mesure *in situ* de la contrainte et de la déformation. Les microstructures des échantillons après déformation ont été caractérisées en Microscopie Electronique en Transmission.

Les données mécaniques nous ont permis de déterminer la loi rhéologique de haute pression pour les systèmes $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$. A haute pression et haute température, les glissements $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ et [001] sont dominants. Les glissements [100] et [010], plus difficilement activables à basse pression et haute température, le restent à haute pression.

Des modélisations VPSC basées sur nos résultats expérimentaux rendent parfaitement compte des textures observées dans nos polycristaux déformés expérimentalement comme de celles des échantillons déformés naturellement. Les clinopyroxènes ont tendance à réduire l'anisotropie sismique du manteau supérieur.

Abstract

The plasticity of minerals under Earth's upper mantle conditions plays a major role in the processes that affect the dynamics of the Earth's interior. The properties of mantle minerals are still not well constrained. The purpose of this work is to study the deformation of clinopyroxenes (taking diopside as a proxy) under pressure since they are a major constituent of the upper mantle.

Oriented single-crystals as well as polycrystals of diopside were deformed under upper mantle pressures and temperatures. Deformation experiments have been conducted using a D-DIA multi-anvil press coupled with synchrotron radiation in order to perform *in situ* stress and strain measurements. The microstructures of deformed samples were characterized by Transmission Electron Microscopy.

Mechanical data have enabled us to determine the high-pressure rheological law for $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$ glide systems. At high pressure and temperatures, $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$ and $[001]$ slips are dominant while $[100]$ and $[010]$ slips remain the hardest slip systems.

VPSC modelling based on our experimental results agree well with the textures observed in our experimentally deformed polycrystals as well as those in naturally deformed samples. We conclude that clinopyroxenes tend to reduce the upper mantle seismic anisotropy.

Sommaire

Introduction	-1-
Chapitre I : Présentation et données rhéologiques	-5-
I – cristallographie des clinopyroxènes	-7-
II – Plasticité du diopside	-10-
II-1- Les systèmes de glissement attendus	-10-
II-1-1- Les plans de glissement	-10-
II-1-2- Les vecteurs de Burgers	-11-
II-2- Les travaux antérieurs	-11-
II-2-1- Le maillage mécanique	-12-
II-2-2- Les systèmes de glissement observés	-13-
II-2-2-1- Dans les échantillons naturels	-13-
II-2-2-2- Dans les polycristaux déformés expérimentalement	-17-
II-2-2-3- Dans les monocristaux déformés expérimentalement	-19-
II-2-3- Les données rhéologiques existantes	-20-
II-2-3-1- La fusion du diopside	-22-
II-2-3-2- L'effet de l'eau sur le comportement mécanique des clinopyroxènes	-23-
Chapitre II : Techniques expérimentales	-25-
I – appareils de déformation sous pression	-27-
II – La "Deformation-DIA"	-29-
II-1- La presse	-29-
II-2- Les expériences de déformation	-30-

II-2-1-Les échantillons	-30-
II-2-1-1-La composition	-30-
II-2-1-2-Les orientations	-31-
II-2-1-3-Le chargement des échantillons	-32-
II-2-2-Les assemblages	-33-
II-2-3-Le déroulement des expériences	-36-
III – Mesures in situ de la contrainte et de la déformation	-38-
III-1-Caractéristiques techniques	-38-
III-2-Mesure de la déformation	-40-
III-3-Mesure de la contrainte	-41-
III-3-1-Principe de la mesure contrainte	-41-
III-3-2-Calcul de la contrainte	-42-
IV– Méthodes d’analyse des échantillons après déformation	-44-
IV-1-Microscopie Electronique en Transmission (MET)	-44-
IV-1-1-Préparation des échantillons	-44-
IV-1-2-Présentation du microscope	-44-
IV-1-2-1-Les techniques de diffraction électronique	-44-
IV-1-2-2-Diffraction en faisceau convergent à grand angle (LACBED)	-45-
IV-1-2-3-Le mode image en MET (contraste de diffraction)	-47-
IV-1-3-La caractérisation des dislocations	-48-
IV-1-3-1-Le critère d’extinction	-48-
IV-1-3-2-Caractérisation des dislocations par LACBED	-48-
IV-1-3-3-Caractérisation des dislocations par la méthode des franges d’Ishida	-50-
IV-2-EBSD (Electron BackScaterring Diffraction)	-50-
IV-2-1-Préparation des échantillons	-50-

IV-2-2-La technique de l'EBSD	-51-
IV-3-Spectroscopie à transformée de Fourier - FTIR (Fourier Transform Infra-Red)	-51-
IV-3-1-Préparation des échantillons	-51-
IV-3-2-Les mesures de teneur en OH ⁻	-51-
Chapitre III : Résultats	-53-
I – Expériences de déformation sur monocristaux de diopside	-55-
I-1 – Déformation de monocristaux de diopside déformés selon l'axe [010] (orientation notée [2]) pour l'activation des systèmes de glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$	-55-
I-1-1 – Traitement des données de déformation	-55-
I-1-1-1 – Mesures de la déformation	-56-
I-1-1-2 – Calculs des valeurs de contraintes et de pression	-59-
I-1-1-3 – Incertitudes sur la température	-63-
I-1-2 – Détermination de la loi rhéologique à haute pression	-64-
I-1-2-1 - Le volume d'activation (V*)	-64-
I-1-2-2 – L'exposant de contrainte (n)	-67-
I-1-2-3- L'énergie d'activation Q et le terme préexponentiel Ln(A)	-67-
I-1-2-4-Variations de Q et Ln(A) en fonction de la valeur du volume d'activation	-69-
I-2 – Déformation de monocristaux de diopside déformés selon l'axe [225] à 50° de [001] (orientation notée [4]) pour l'activation des systèmes de glissement [001](100), [001](010) et [001](110)	-72-
I-2-1 – Données expérimentales	-72-
I-2-2 – Comparaison entre orientation [2] et orientation [4]	-76-
I-3 – Déformation de monocristaux de diopside déformés selon l'axe [110] (orientation notée [3]) pour l'activation des systèmes de glissement [100](010) et [010](100)	-78-
I-3-1 – Données expérimentales	-78-
I-3-2 – Comparaison entre orientation [2] et orientation [3]	-82-

I-4-Les analyses IRTF	-84-
II – Etude des microstructures par MET	-85-
II-1-Microstructure de l'échantillon Dio19	-85-
II-2-Microstructure de l'échantillon Dio12	-90-
II-3-Microstructures de l'échantillon Dio24	-100-
III – Expériences de déformation sur polycristaux de diopside	-110-
III-1 – Les expériences de déformation	-110-
III-2- Les résultats obtenus grâce à l'EBSD	-114-
Chapitre IV : Discussion	-117-
I – Les expériences de déformation haute pression – haute température en D-DIA	-119-
I-1-Les expériences de déformation sous pression en D-DIA	-119-
I-2-L'état et le calcul des contraintes	-121-
II–La déformation du diopside	-125-
II-1-Les systèmes de glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$	-125-
II-2- Les systèmes de glissement [001](100), [001](010) et [001](110)	-129-
II-3-Les systèmes de glissement [100](010) et [010](100)	-133-
III–Du monocristal au polycristal	-137-
Conclusion	-141-
Annexes	-147-
Bibliographie	-153-

Introduction

Les manifestations géologiques qui ont lieu à la surface de la Terre comme la tectonique des plaques, le volcanisme et l'activité sismique sont la conséquence directe des mouvements et processus qui affectent l'intérieur de la Terre. Le moteur de la dynamique de la Terre est lié à l'évacuation de sa chaleur interne dont une des sources est la désintégration radioactive de certains éléments (U, K, Th). La compréhension de la convection du manteau, principal phénomène responsable de la géodynamique terrestre reste un des enjeux majeurs de la géophysique.

La structure interne de la Terre est connue grâce à l'étude des ondes sismiques de compression et de cisaillement. En effet, leurs vitesses sont fonction de la densité et des propriétés élastiques des matériaux qu'elles traversent. L'étude des sauts de vitesse des ondes sismiques a révélé la présence de discontinuités à l'intérieur de la Terre et a permis d'individualiser les différentes enveloppes que nous connaissons aujourd'hui (Preliminary Reference Earth Model, Dziewonski et Anderson, 1981) :

- la croûte à une épaisseur de 5 à 70 km selon qu'elle est océanique ou continentale.
- Le manteau est divisé en deux parties, le manteau supérieur jusqu'à 410 km et le manteau inférieur qui s'étend de 670 km à 2900 km. Ces deux parties sont séparées par une zone de transition.
- Le noyau est constitué d'une enveloppe externe liquide de 2900 km à 5100 km dans laquelle les ondes de cisaillement S ne se propagent pas, et d'une graine solide qui s'étend jusqu'au centre de la Terre à 6370 km.

La sismologie nous donne également des informations sur les mouvements qui ont eu lieu dans le manteau grâce à l'étude de l'anisotropie des ondes sismiques. L'anisotropie du manteau supérieur est généralement interprétée comme étant la conséquence d'orientations cristallographiques préférentielles liées à la déformation plastique des minéraux. Une meilleure compréhension de la dynamique du manteau passe donc par l'observation et l'étude des phénomènes de surface ainsi que dans nos connaissances des propriétés physiques des minéraux qui le compose.

Cependant les ondes sismiques ne permettent pas de contraindre avec précision la composition chimique du manteau. Il existe un modèle de composition globale proposé par Green et Ringwood, (1963), appelé modèle pyrolitique. Ce modèle basé sur les études pétrologiques des basaltes et des dunités permet de prédire une composition minéralogique du manteau supérieur correspondant à environ 60% d'olivine, 30% de pyroxènes (orthopyroxènes 20%, clinopyroxènes 10%) et 10% d'une phase alumineuse.

Les clinopyroxènes, sont une des phases majeures du manteau supérieur et restent très peu étudiés à l'exception des omphacites présentes dans les éclogites. Bien qu'ils soient moins abondants que l'olivine, leur forte anisotropie élastique (Mainprice et al., 2000) en font des objets d'études particulièrement intéressants lorsque l'on cherche à interpréter l'anisotropie sismique du manteau supérieur.

La rhéologie des matériaux de la Terre profonde a longtemps été hors de portée des expériences de laboratoire. Les récents développements des machines de déformation permettent aujourd'hui d'étudier la déformation plastique des minéraux aux conditions de pression et de température du manteau supérieur. Dans cette étude, nous avons choisi de nous intéresser à la déformation sous pression du diopside, qui est le meilleur représentant de la famille des clinopyroxènes de par sa structure et son abondance. Les caractéristiques des clinopyroxènes dont le diopside et les études expérimentales dont ils ont été l'objet sont présentées dans le Chapitre I de ce document. Le Chapitre II est consacré à la présentation des techniques expérimentales de déformation sous pression utilisées dans cette étude. Les résultats de nos expériences de déformation ainsi que l'analyse des microstructures des échantillons sont présentés dans le Chapitre III. Enfin, le Chapitre IV, nous permet de discuter des avancées dans le domaine des expériences de déformation sous pression, des propriétés mécaniques du diopside et des microstructures observées et de présenter les implications de notre étude sur l'anisotropie sismique du manteau supérieur.

Chapitre I: Présentation et données rhéologiques

I – Cristallographie des clinopyroxènes

Les pyroxènes sont des inosilicates c'est à dire des silicates à chaînes simples de SiO_4 orientées selon la direction [001] du cristal quelle que soit la structure du pyroxène considéré. La formule générale peut être exprimée sous la forme XYSi_2O_6 où X et Y sont des cations, avec X représentant Na, Ca, Mn^{2+} , Fe^{2+} , Mg et Li et Y représentant Mn^{2+} , Fe^{2+} , Mg, Fe^{3+} , Al, Cr et Ti.

Ces substitutions cationiques permettent de former un grand nombre de solutions solides dans le système ternaire $\text{Mg}_2\text{Si}_2\text{O}_6$ (enstatite, En) – $\text{Fe}_2\text{Si}_2\text{O}_6$ (ferrosilite, Fs) – $\text{Ca}_2\text{Si}_2\text{O}_6$ (wollastonite, Wo) (Figure I.1a).

Cependant les pyroxènes prépondérants sur terre sont généralement représentés par un quadrilatère, défini par les pôles $\text{CaMgSi}_2\text{O}_6$ (diopside) – $\text{CaFeSi}_2\text{O}_6$ (hedenbergite) – $\text{Mg}_2\text{Si}_2\text{O}_6$ (enstatite) – $\text{Fe}_2\text{Si}_2\text{O}_6$ (ferrosilite) (Figure I.1a et Figure I.2).

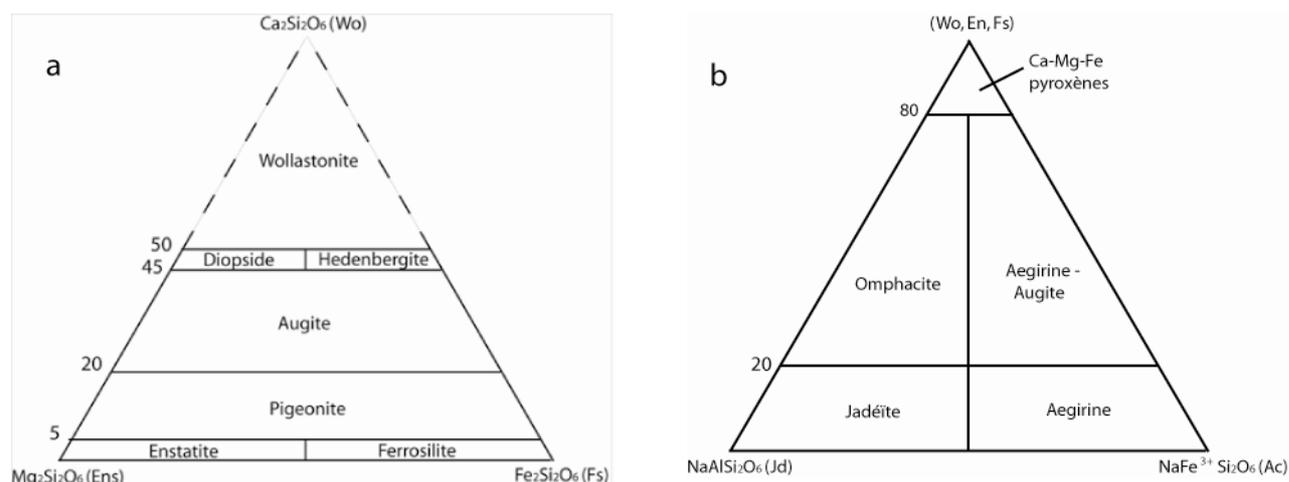


Figure I.1 : Compositions et nomenclature des pyroxènes a) dans le système Ca – Mg – Fe, avec le quadrilatère des pyroxènes définis par les pôles Diopside-Hédenbergite-Enstatite-Ferrosilite b) dans le système (Ca-Mg-Fe) – Na – Fe^{3+} .

La famille des pyroxènes est composée de deux sous-groupes que sont les clinopyroxènes et les orthopyroxènes, différenciés respectivement par leurs structures monoclinique et orthorhombique. Les orthopyroxènes correspondent essentiellement à un ensemble de compositions simples comprises dans la solution solide enstatite-ferrosilite (Figure I.1a), en opposition avec les clinopyroxènes, qui sont définis par une large gamme de compositions chimiques possibles. Ces compositions correspondent à des solutions solides entre la jadéite, l'aéirine et l'omphacite dans le système (Ca-Mg-Fe) – Na – Fe^{3+} et la pigeonite, l'augite, l'hédenbergite et le diopside dans le système Ca-Mg-Fe (Figure I.1a et b). Cependant, cette dernière solution solide n'est pas continue. En effet il existe un domaine d'immiscibilité à basse température entre la pigeonite et l'augite qui disparaît pour les domaines de hautes températures.

Les clinopyroxènes cristallisent dans le système monoclinique défini par un angle β proche de 106° mais sont caractérisés par des groupes d'espaces différents dus à la distorsion des chaînes tétraédriques induite par la substitution des cations. Le groupe d'espace $C2/c$ est le plus commun et correspond à la géométrie classique des pyroxènes. Il caractérise les phases contenues dans la solution solide diopside-hédénbergite-augite. La structure $C2/c$ reste également possible pour la pigeonite mais seulement pour des températures supérieures à 900°C . Pour des températures inférieures, le groupe d'espace sera $P2_1/c$. Enfin, en ce qui concerne le système omphacite-jadéite, la symétrie est réduite et le groupe d'espace correspondant est $P2/n$.

Bien que tous ces clinopyroxènes soient présents dans des roches ayant des modes de formation différents, il est possible de définir une gamme de composition pour les pyroxènes terrestres les plus communs. Les clinopyroxènes les plus abondants dans le système Mg-Fe-Ca ont des compositions chimiques comprises entre les pôles diopside et hédénbergite (Figure I.2).

Dans cette étude nous avons choisi de nous intéresser aux clinopyroxènes et il paraît donc naturel de choisir un représentant de ce sous-groupe parmi les minéraux les plus abondants dans les roches terrestres. Notre choix pour cette étude s'est porté sur le diopside qui est un très bon candidat de par sa composition; en effet il ne contient pas ou peu de fer et il est relativement abondant dans les roches terrestres. De plus, bien que la littérature sur la déformation des clinopyroxènes soit peu abondante, ce minéral reste parmi les plus étudiés de son groupe.

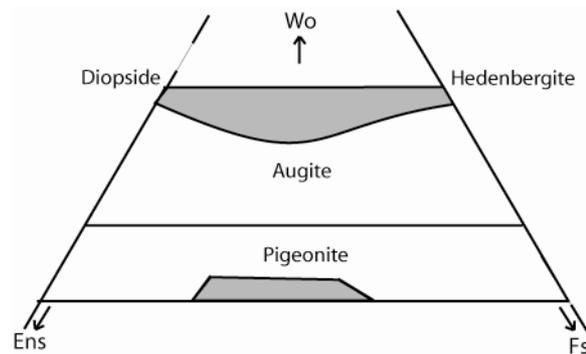


Figure I.2 : Les clinopyroxènes dans les systèmes Ca-Mg-Fe. Les zones grisées représentent les compositions chimiques approximatives des clinopyroxènes terrestres les plus abondants.

Le diopside a pour formule chimique $\text{MgCaSi}_2\text{O}_6$. Il cristallise dans le système monoclinique et son groupe d'espace est $C2/c$. La maille élémentaire du diopside est représenté figure I.3a. Ses paramètres de maille à température ambiante et 1 atm sont $a = 9,75 \text{ \AA}$, $b = 8,92 \text{ \AA}$ et $c = 5,25 \text{ \AA}$, et $\beta = 105,86^\circ$. Une maille de diopside contient quatre unités formulaires. Ce silicate à chaîne simple est constitué de huit tétraèdres par maille avec deux types de sites octaédriques M1 et M2 occupés respectivement par le magnésium et le calcium. Les tétraèdres sont reliés de proche en proche par un de leur sommet occupé par un atome d'oxygène. Chaque tétraèdre SiO_4 partage donc avec les tétraèdres voisins deux de ses oxygènes présents à

ses sommets. Ils forment donc des chaînes $(\text{SiO}_3)_\infty$ parallèle à l'axe $[001]$ du cristal et dont la base de chaque tétraèdre est quasiment parallèle au plan (001) . La distance de répétition suivant la longueur des chaînes est d'environ 5,2 Å ce qui permet de définir le paramètre c de la maille (Figure I.3b). Ces chaînes tétraédriques sont reliées latéralement par des chaînes d'octaèdres contenant les cations M en coordinance 6 ou 8. Les cations M des couches octaédrique peuvent occuper différentes positions M1 et M2. Les atomes en M1 se trouvent entre les sommets des chaînes SiO_3 alors que les atomes en M2 se situent entre leurs bases. En général les gros cations tels que Ca ou Na se placent sur les sites M2 comme c'est le cas pour le diopside (Figure I.3c).

Une nomenclature pour décrire la structure des pyroxènes a été introduite par Cameron et Papike, (1981), de manière à pouvoir comparer plus facilement les pyroxènes à chaînes simples et doubles. Cette méthode consiste à représenter la forme qui apparaît lorsque l'on relie deux paires de tétraèdres opposées en passant par les sites M1 situés entre les sommets des tétraèdres. On obtient alors une forme en I, allongée selon l'axe c , qui est appelée "I-beam" (Figure I.3c). Dans cette projection, les unités "I-beam" sont arrangées dans la même position quelle soit la structure du pyroxène considérée.

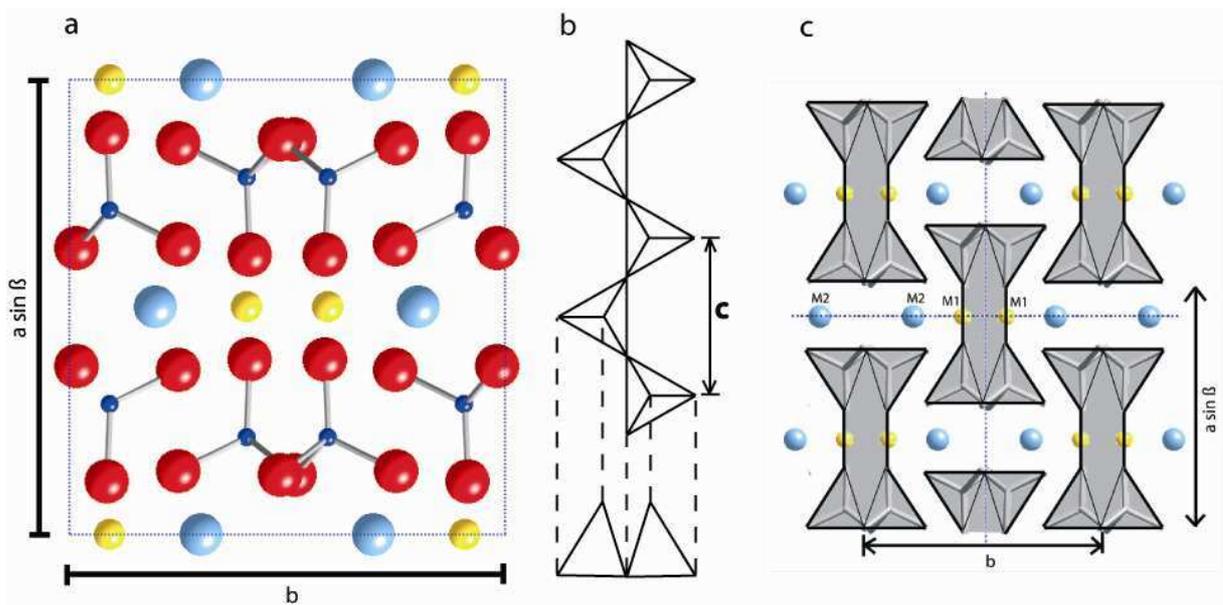


Figure I.3 : a) : Maille élémentaire du diopside projetée parallèlement à $[001]$, b) : Chaîne de tétraèdres SiO_3 parallèle à l'axe c du cristal et c) : Structure du diopside projetée parallèlement à $[001]$ (d'après Cameron et Papike, 1981). Les parties grisées représentent la projection des unités "I-beam".

II-Plasticité du diopside

II-1-Les systèmes de glissement attendus

II-1-1-Les plans de glissement

Pour identifier les systèmes de glissement possibles dans le diopside, il faut considérer sa structure. Les plans de glissement ne peuvent être que des plans qui sont liés entre eux par peu de liaisons atomiques ou par des liaisons atomiques faibles, de manière à minimiser l'énergie mise en œuvre pendant le glissement. Les liaisons atomiques les plus fortes sont les liaisons les plus courtes. Les constantes de force de liaison peuvent être estimées en fonction de la distance qui sépare les atomes. Hill et al., (1994), ont déterminé que ces constantes de force de liaison notées F_{MX} entre deux atomes M-X, dépendent de la longueur de la liaison R_{MX} entre ces deux atomes selon l'équation :

$$F_{MX} = 7,5 \cdot 10^3 * (R_{MX})^{-5,4} \quad (1)$$

Les constantes de forces correspondantes aux différentes liaisons dans le diopside sont présentées dans le tableau ci-dessous :

Liaison	Longueur de la liaison (Å)	Constante de force de liaison (N /m)
Si - O	1,59	613
	1,61	573
	1,72	401
Mg - O	2,04	160
	2,05	155
	2,12	130
Ca - O	2,36	73
	2,38	69
	2,60	43

Tableau I.1 : Longueurs des liaisons atomiques et calculs des forces de liaisons pour le diopside.

Les liaisons Si-O sont les plus fortes. Couper les tétraèdres SiO_4 demande donc une énergie beaucoup plus importante (Durinck et al, 2005). Les plans de glissement activables seront, par conséquent, des plans cristallographiques qui ne coupent pas les chaînes de tétraèdres. La figure I.4 montre que dans le diopside ces plans sont (100), (010) et la famille de plans équivalents {110}.

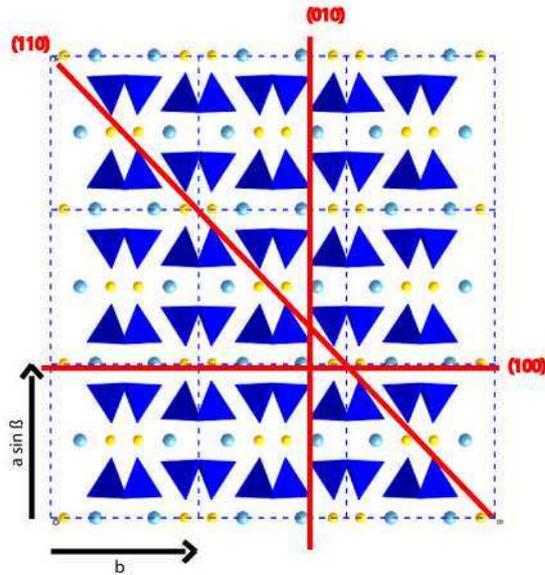


Figure I.4 : La structure du diopside ($C2/c$) projetée selon $[001]$ et les plans de glissement attendus

II-1-2-Les vecteurs de Burgers

Les systèmes de glissement correspondent aux plus petits vecteurs de Burgers possibles c'est à dire aux translations de réseau les plus petites, contenues dans les plans de glissement identifiés pour la structure $C2/c$. Les vecteurs de Burgers possibles sont donc les vecteurs les plus courts à choisir parmi ceux présentés dans le tableau suivant :

Vecteurs de Burgers	[001]	$1/2\langle 110 \rangle$	$1/2\langle 112 \rangle$	[010]	$1/2\langle 11\bar{2} \rangle$	[100]	[101]
Longueur (en Å)	5,25	6,60	7,57	8,92	9,21	9,75	9,75

Tableau I.2 : Les vecteurs de Burgers dans le diopside et leurs longueurs respectives

Les vecteurs de Burgers les plus facilement activables sont donc les vecteurs [001] et $1/2\langle 110 \rangle$.

II-2 Les travaux antérieurs

Les études qui ont été menées jusqu'à présent sur la déformation des clinopyroxènes sont peu nombreuses. Elles portent aussi bien sur des échantillons déformés naturellement que sur des monocristaux déformés expérimentalement. Quelle que soit l'origine des clinopyroxènes étudiés, on peut distinguer deux grands domaines de déformation :

- un domaine de haute température qui implique la déformation par glissement des dislocations suivant divers plans cristallographiques ainsi que la recristallisation dynamique.
- un domaine de basse température et/ou de forte contrainte dans lequel prédomine le maillage mécanique dont le mécanisme est maintenant détaillé.

II-2-1-Le maillage mécanique

Les deux systèmes de maillage mécanique dans le diopside ont été identifiés pour la première fois en microscopie optique par Raleigh et Talbot, (1967). Grâce à des expériences de déformation sur des échantillons de roches riches en diopside (60%) à une pression hydrostatique de 0,5 GPa, ils ont caractérisé les deux systèmes de maillage [001](100) et [100](001) responsables de la déformation des clinopyroxènes pour des températures inférieures à 800°C et à fortes vitesses de déformation.

Une étude structurale, effectuée sur des polycristaux de diopside déformés à 400°C, à une pression de 1,6 GPa et pour une vitesse de déformation de l'ordre de 10^{-4} s^{-1} , a permis à Kirby et Christie (1977) de mettre en évidence que les deux systèmes de maillage pouvait être produit par un cisaillement de vecteur $\bar{c}/2$ des couches octaédriques dans le plan (100) entraînant des réarrangements des couches tétraédriques adjacentes. Les macles (100) seraient donc la conséquence d'un cisaillement de vecteur $c/2$ dans (100). Cette dissociation des dislocations [001] en deux partielles dépend du sens de cisaillement de la contrainte dans le plan de macle ce qui permet d'interdire ou d'autoriser le maillage en orientant convenablement les échantillons (Figure I.5). Le système de macle [100](001) résulterait quant à lui d'un mécanisme de pliage suivant le plan (001).

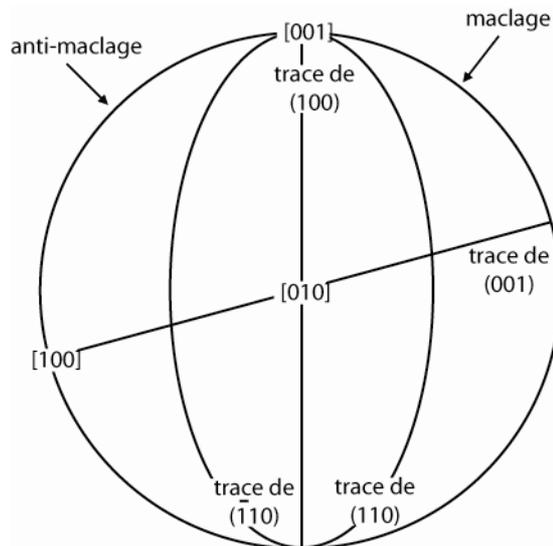


Figure I.5 : Projection stéréographique dans l'hémisphère inférieur montrant les directions de contraintes axiales pour autoriser ou interdire le maillage.

Avé Lallemand, (1978), réalisa des études de déformation sur monocristaux de diopside orientés de manière à favoriser le maillage. Ces expériences, effectuées en appareil de Griggs à une pression de 0,5 GPa

ont permis de mettre en évidence une limite du phénomène de maclage mécanique comprise entre 800° et 1050 °C pour des vitesses de déformation respectivement de 10^{-6} et 10^{-3} s^{-1} .

Une autre étude portant sur la déformation de monocristaux de diopside et d'hédenbergite a été menée par Kollé et Blacic, (1982). Toutes leurs expériences ont été réalisées dans un appareil de Griggs sous une pression de confinement de 1 GPa, pour des températures comprises entre 400°C et 1200°C et pour des vitesses de déformation allant de 10^{-4} à 10^{-8} s^{-1} . Cette étude montre que le maclage mécanique est indépendant de la température entre 400 et 850°C et de la vitesse de déformation entre 10^{-4} et 10^{-8} s^{-1} . Cependant il est activé pour des contraintes résolues de 100 MPa pour le diopside et de 140 MPa pour l'hédenbergite. Pour des températures comprises entre 800°C et 1000°C pour le diopside et des températures supérieures à 1000°C pour l'hédenbergite, la déformation des clinopyroxènes se fait par glissement multiples de dislocations et devient fortement dépendante de la température et de la vitesse de déformation.

Ces observations ont été confirmées par Kirby et Kronenberg, (1984), dans une étude détaillée effectuée sur la déformation de clinopyroxénites dans un appareil de Griggs. Les conditions expérimentales correspondent à des températures de 400° à 900°C et de 1000° à 1200°C avec respectivement NaCl et NaF comme milieu de confinement. L'intérêt de l'étude réside dans l'exploration de l'influence de la pression de confinement, de la température et de la vitesse de déformation sur les microstructures des clinopyroxènes déformés. Les conclusions de cette étude confirment les résultats obtenus par Kollé et Blacic, (1982). Pour une pression de confinement de 1,5 GPa, on voit apparaître deux régimes de déformations différents : pour des températures inférieures à 800°C et des fortes vitesses de déformation, le maclage mécanique est prépondérant alors que pour des températures élevées et des vitesses de déformation plus lentes, plusieurs systèmes de glissement dominent la déformation.

Ce phénomène de maclage dans le plan (100) est prépondérant dans les échantillons naturels et déformés expérimentalement (Raleigh et Talbot, 1967; Kirby et Christie, 1977). Les macles (001) se trouvent principalement dans les échantillons de diopside terrestre et lunaire choqués (Hornemann et Müller, 1991) et dans les météorites (Leroux et al., 2004), bien qu'elles apparaissent exceptionnellement comme déformation parasite en bout d'éprouvette dans les essais en machine de Griggs (Avé Lallemand, 1978) .

II-2-2-Les systèmes de glissement observés

II-2-2-1-Dans les échantillons naturels

La déformation et les microstructures des clinopyroxènes ont été en majorité étudiées dans des roches métamorphiques. Cependant, il existe de nombreuses roches riches en clinopyroxènes formées de manières très différentes. Le paragraphe suivant détaille brièvement les modes de gisement possibles pour les clinopyroxènes ainsi que les études réalisées sur les matériaux naturels.

Le manteau à la composition des péridotites. Ces roches sont un assemblage minéralogique d'olivine d'orthopyroxène, de clinopyroxène et d'une phase alumineuse représentée par les plagioclases pour des pressions < 1 GPa, par le spinelle pour des pressions comprises entre 1 et 2,5 GPa et par du grenat pour des

pressions supérieures à 2,5 GPa. Les proportions relatives des ces phases varient considérablement en fonction du taux de fusion subi par les péridotites. En effet, lors de la fusion les phases alumineuses et les clinopyroxènes entrent préférentiellement dans le liquide. Un manteau primitif "modèle" correspond à des proportions de ~ 60% d'olivine, de ~ 20% d'orthopyroxènes, de ~ 10% de clinopyroxènes et de ~ 10% de phase alumineuse, alors qu'un manteau ayant subi des taux de fusion importants est quasiment dépourvu de phases alumineuses et de clinopyroxènes. Dans le manteau supérieur primitif, le clinopyroxène, qui est l'objet de notre étude, est un constituant secondaire. Cependant, en fonction du type de gisement, ses proportions peuvent varier fortement de 5 à 20%. Il est donc normal de trouver des quantités importantes de clinopyroxène dans des roches correspondantes à des morceaux de manteau remonté à la surface. Ces roches sont soit des ophiolites, morceau de croûte océanique exhumée par mouvements tectoniques sur une croûte continentale pendant un épisode orogénique, soit des xénolites, correspondant à des morceaux de manteau arrachés et remontés en surface dans les basaltes alcalins (formés à des profondeurs de 80 à 100 km) ou dans les kimberlites (formées à des profondeurs de 250 à 300 km). Bien que ces roches contiennent des clinopyroxènes, la prédominance de l'olivine dans le manteau, nous a conduit dans les dernières années à privilégier l'étude de celle-ci et les données existantes sur la déformation des clinopyroxènes au sein de ces roches reste très peu nombreuses (Avé Lallemant, 1978). Cependant, il existe dans les conditions pression-température du manteau supérieur, des roches dans lesquelles le clinopyroxène est prédominant et contrôlera donc la déformation : il s'agit des éclogites. Ce sont des roches magmatiques basiques métamorphisées dans les conditions du faciès éclogitique (haute pression-haute température). Elles sont composées d'omphacite de grenat et de quartz et/ou de rutile. Parmi ces minéraux, l'omphacite est un clinopyroxène de composition riche en sodium qui correspond à une solution solide entre les pôles diopside ($\text{CaMgSi}_2\text{O}_6$) - hédénbergite ($\text{CaFeSi}_2\text{O}_6$) - jadéite ($\text{NaAlSi}_2\text{O}_6$). Il cristallise dans le système monoclinique et son groupe d'espace est $P2/n$. Les données existantes sur la déformation naturelle des clinopyroxènes qui seront détaillées dans la partie suivante proviennent de l'étude des omphacites dans les éclogites.

L'ensemble des travaux des vingt cinq dernières années a permis d'étudier les fabriques des omphacites déformées naturellement et présentes à l'intérieur des éclogites et ce pour des éclogites d'origines diverses (Alpes, Norvège, Espagne, Mali et Chine) et donc formées à des conditions de pression (1 à 4 GPa) et de température (500 à 900°C) différentes dans le faciès éclogitique.

Les résultats des études montrent que le grenat présent en forte proportion dans ces roches (de 20 à 60 %) se comporte comme un corps rigide et que la déformation est accommodée par l'autre minéral majoritaire qui est l'omphacite. Cette déformation qui a lieu pendant le métamorphisme éclogitique haute pression haute température est caractérisée par la formation d'une fabrique dans les clinopyroxènes. La fabrique que l'on retrouve majoritairement dans les omphacites et les augites correspond à une fabrique (010) qui correspond à une concentration des pôles (010) perpendiculairement à la foliation et une forte concentration des axes [001] parallèlement à la linéation (Van Roermund et Boland, 1981; Van Roermund, 1983; Buatier et al., 1991; Skrotzki, 1994; Godard et Van Roermund, 1995; Bascou et al, 2001; Brenker et al, 2002). Les observations au Microscope Optique (MO) et en Microscopie Electronique en Transmission (MET) dans ces études ont permis de montrer que le principal mécanisme de déformation est le fluage par

dislocations. Il est mis en évidence par la présence de dislocations de vecteurs de Burgers [001] et $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$. Les vecteurs de Burgers $\frac{1}{2} \langle 112 \rangle$ ont été régulièrement observés (Van Roermund et Boland, 1981; Van Roermund, 1983; Skrotzki, 1994; Godard et Van Roermund 1995) et sont attribuées à la réaction $[001] + \frac{1}{2} \langle 110 \rangle = \frac{1}{2} \langle 112 \rangle$. Enfin les vecteurs de Burgers [010], [101], [111], $\frac{1}{2}[011]$ et $\frac{1}{2}[101]$ n'ont été que très rarement observés (Philippot et Van Roermund, 1992; Skrotzki, 1994; Müller et al, 2004). Les systèmes de glissement les plus fréquents sont donc $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle \{ \bar{1}10 \}$, [001]{110} et [001](100). Cependant ces systèmes de glissement prépondérants devraient être complétés par [001](010) pour former la famille (010). Or ce système de glissement n'a pas été observé. L'étude de Bascou et al , (2001), a permis de réconcilier les observations de famille et de système de glissement grâce à une étude d'orientations préférentielles des omphacites dans des éclogites d'origine diverses par la technique d'EBSD (Electron BackScatter Diffraction) et à une simulation numérique VPSC (ViscoPlastic Self-Consistent). Les résultats de la simulation permettent de reproduire l'orientation préférentielle de l'omphacite et ce, sans activer le système de glissement [001](010), ce qui confirme que l'orientation préférentielle des omphacites est bien le résultat de l'activation des systèmes de glissement listés précédemment.

L'ensemble des systèmes de glissement observés dans les échantillons naturels de clinopyroxène est résumé dans le tableau I.3 page suivante.

Matériau	Conditions de métamorphisme		Maillage	Vecteurs de Burgers et systèmes de glissement	Références
	Pression	Température			
omphacite	0,8 - 1,5 GPa	550-625 °C	(100)	$[001](100)$ et $[001](110)$ $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle\{1\bar{1}0\}$ $b = \frac{1}{2}\langle 112 \rangle$	Van Roermund et Boland, 1981
omphacite	1,4 GPa	550 °C	(100) et (001)	$[001](100)$ et $[001](110)$ $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle\{1\bar{1}0\}$ $b = \frac{1}{2}\langle 112 \rangle$	Van Roermund, 1983
omphacite	1,4 – 1,6 GPa	550-600 °C	(100)	$\frac{1}{2}\langle 110 \rangle\{1\bar{1}0\}$ $[001](110)$ et $[001](100)$	Buatier et al, 1991
omphacite	1,0 – 1,2 GPa	450-550 °C	(100) et (001)	$[001](110)$, $[001](100)$ $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle\{1\bar{1}0\}$ $\frac{1}{2}[100](010)$	Phillipot et Van Roermund, 1992
augite	NC	~ 650 °C	NC	$[001](100)$ $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle\{110\}$ $[010](100)$, $\frac{1}{2}\langle 112 \rangle\{110\}$, $[100](010)$, $\langle 101 \rangle(010)$ et $\langle 111 \rangle\{110\}$	Skrotzki, 1994
omphacite	> 1,3 GPa	600 – 780 °C	(100)	$\frac{1}{2}\langle 110 \rangle\{1\bar{1}0\}$ $[001](110)$, $[001](100)$ $b = \frac{1}{2}[112]$	Godard et Van Roermund, 1995
omphacite	2,0 – 2,5 GPa	> 750 °C	NC	$b = \frac{1}{2}\langle 110 \rangle$, $[001]$	Brenker et al, 2002
omphacite	1,9 – 2,1 GPa	650-700 °C	NC	$b = \frac{1}{2}\langle 110 \rangle$, $[001]$	
omphacite	1 GPa	500 – 600 °C	NC	$b = [001]$ et dislocation partielle $\frac{1}{2}[011]$ (ou $\frac{1}{2}[101]$) $\frac{1}{2}[011](010)$	Müller et al, 2004

NC : Non Communiqué

Tableau I.3 : Systèmes de glissements et vecteurs de Burgers mis en évidence dans les échantillons naturels d'omphacite et d'augite

II-2-2-2-Dans les polycristaux déformés expérimentalement

De nombreuses études sur la déformation expérimentale de polycristaux de clinopyroxène ont été menées dans les trente dernières années. Cependant, seules quelques une présentent une caractérisation des microstructures responsables de la déformation. Nous avons choisi de ne présenter ici, que les résultats des études accompagnées d'une caractérisation des systèmes de glissement. Les données mécaniques sont rassemblées dans la partie II-2-3 de ce chapitre.

Avé Lallemant, (1978), a étudié la déformation de webstérite (62% clinopyroxène et 38% orthopyroxène) pour des températures de 1000°C à 1200°C, sous une pression de confinement de 1 GPa et pour des vitesses de déformation de 10^{-4} à 10^{-7} s⁻¹. La déformation des échantillons de webstérite effectuée à haute température favorise le glissement selon des plans cristallographiques multiples et la recristallisation dynamique, mais l'observation montre que le maclage dans le plan (100) reste présent localement. La caractérisation des systèmes de glissement a été effectuée de manière indirecte par l'observation des lamelles de déformation en microscopie optique. Les systèmes de glissement identifiés dans cette étude sont [001](100), [110]{ $\bar{1}11$ } et [001](010). Cependant cette méthode de caractérisation des systèmes de glissement peut comporter des erreurs de l'ordre de 20° dans l'identification des plans et des directions de glissement.

Ces observations ont été confirmées en partie par l'étude de Boland et Tullis, (1986), sur des polycristaux de diopside déformés à des températures de 900°C à 1270°C, pour une pression de confinement de 0,3 GPa et une vitesse de déformation de l'ordre de 10^{-5} s⁻¹. Les vecteurs de glissement observés en MET sont $\frac{1}{2}$ [110] et [001] et $\frac{1}{2}$ [112] qui avaient déjà été observé dans des échantillons d'omphacite déformés naturellement par Van Roermund et Boland, (1981).

Une étude plus récente de Zhang et al., (2006), portant sur la déformation d'omphacite dans des gammes de températures comprises entre 1000°C et 1200°C sous des pressions de confinement de 3 GPa et pour des vitesses de déformation allant de 10^{-4} à 10^{-5} s⁻¹ rejoint les conclusions apportées par Boland et Tullis, (1986). Les systèmes de glissement prédominants caractérisés dans cette étude sont $\frac{1}{2}$ <110>{ $\bar{1}10$ }, [001]{110} et [001](100) ce qui concorde parfaitement avec les systèmes mis en évidence dans les omphacites déformées naturellement.

Les systèmes de glissement observés pour des polycristaux de clinopyroxènes déformés expérimentalement sont présentés dans le tableau I.4 page suivante.

Matériau	conditions			Macle	Vecteurs de Burgers et Systèmes de glissement	Technique	Références
	Pression (GPa)	Température (°C)	$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)				
clinoenstatite	0,5	25 - 800	3,3.10 ⁻⁴ à 6,6.10 ⁻⁴	[100](001) [001](100)	[001](100)	MO	Griggs, 1960
roche riche en diopside	0,5	800	5.10 ⁻² et 5.10 ⁻⁵	[100](001) [001](100)	[001](100)	MO	Raleigh et Talbot, 1967
clinopyroxénite	1,6	400	1,1.10 ⁻⁴	$\frac{1}{2}$ [001](100) [100](001)	NC	MET	Kirby et Christie, 1977
webstérite (68% CPX, 32% OPX)	0,5 - 1,5	200 - 1050	10 ⁻³ à 10 ⁻⁶	[001](100) (001) rare	[001](100) $\frac{1}{2}<110>\{\bar{1}\bar{1}0\}$ [001](010)	MO	Avé Lallemant, 1978
clinopyroxénite	0,17 - 1,9	400 - 1100	10 ⁻³ à 10 ⁻⁷	(001) (100)	[001](100)	MO + MET	Kirby et Kronenberg, 1984
clinopyroxénite	0,3	900 - 1271	10 ⁻⁵	NC	[001] $\frac{1}{2}<110>$ $\frac{1}{2}<112>$	MET	Boland et Tullis, 1986
omphacite	3	1300-1500	10 ⁻⁴ -10 ⁻⁵	NC	[001]{110} $\frac{1}{2}<110>\{\bar{1}10\}$ [001](100)	MET	Zhang et al, 2006

MO : Microscopie Optique ; MET : Microscopie Electronique en Transmission ; NC : Non Communiqué

Tableau I.4: Systèmes de glissement et vecteurs de Burgers mis en évidence dans les échantillons polycristallins riches en clinopyroxènes déformés en laboratoire

II-2-2-3-Dans les monocristaux déformés expérimentalement

Contrairement aux études sur polycristaux, celles portant sur la déformation de monocristaux permettent de solliciter préférentiellement un ou plusieurs systèmes de glissement en choisissant l'orientation de l'échantillon monocristallin. La déformation de monocristaux de diopside est relativement peu documentée. Jusque dans les années 90, le seul système de glissement clairement identifié pour des basses températures et/ou des fortes vitesses de déformation, en plus du maclage mécanique, était [001](100) (Kollé et Blacic, 1983). Cependant d'autres systèmes de glissement ont été suggérés notamment par Avé Lallemant, (1978), à partir d'une étude sur des diopsides monocristallins déformés en machine de Griggs sous une pression de confinement de 0,5 à 1,5 GPa. Dans les échantillons orientés de manière à interdire le maclage, pour des températures supérieures à 850°C et une vitesse de déformation de l'ordre de 10^{-3} à 10^{-4} s⁻¹, les clinopyroxènes se déforment par glissements multiples et les systèmes $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$, $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle (001)$, [001](010) et [201](102) ont été identifiés par microscopie optique dans les échantillons déformés (figure I.6).

Le début des années 90, a été marquée par la parution d'une étude complète sur la déformation de monocristaux de diopside à pression ambiante et la caractérisation des microstructures responsables de la déformation plastique (Raterron et Jaoul, 1991; Ingrin et al., 1991; Ingrin et al., 1992; Raterron, 1992; Jaoul et Raterron, 1994; Raterron et al., 1994). Des expériences de déformation en machine de fluage ont été réalisées dans le but d'identifier les systèmes de glissement opérant dans le diopside. Pour cela quatre orientations cristallographiques ont été testées de manière à pouvoir étudier tous les systèmes de glissement activables. Cette étude peut être séparée en deux parties en fonction des gammes de températures dans lesquelles les expériences de déformation ont eu lieu.

Pour des températures comprises entre 800 et 900°C (Ingrin et al., 1992), sous une pression de confinement de 0,75 GPa et pour une vitesse de déformation de $1,5 \cdot 10^{-5}$ s⁻¹, l'observation des microstructures par MET a permis de montrer que le système de glissement [001](100) était le plus facilement activable avec une contrainte critique projetée de 60 MPa. Cette contrainte critique projetée est également appelée CRSS (Critical Resolved Shear Stress). Les systèmes de glissement [100](010) et $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$ sont aussi activées mais nécessitent des contraintes projetées plus importantes de l'ordre de 200 MPa. Le système de glissement [001](010) reste très minoritaire et l'activation de [001]{110} n'apparaît pas, contrairement aux études menées sur les omphacites déformées naturellement (Van Roermund et Boland, 1981; Van Roermund, 1983; Skrotzki, 1994; Godard et Van Roermund 1995).

Pour des températures supérieures à 1000°C, des monocristaux orientés de manière à activer les systèmes $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$ et à empêcher le maclage mécanique ont été déformés avec des vitesses de déformation comprises entre $2 \cdot 10^{-9}$ et $4 \cdot 10^{-4}$ s⁻¹ et à pression ambiante (Raterron et Jaoul, 1991; Raterron et al, 1994). L'étude par MET montre que les systèmes de glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$ sont prédominants par rapport au système [001](100) (figure I.6).

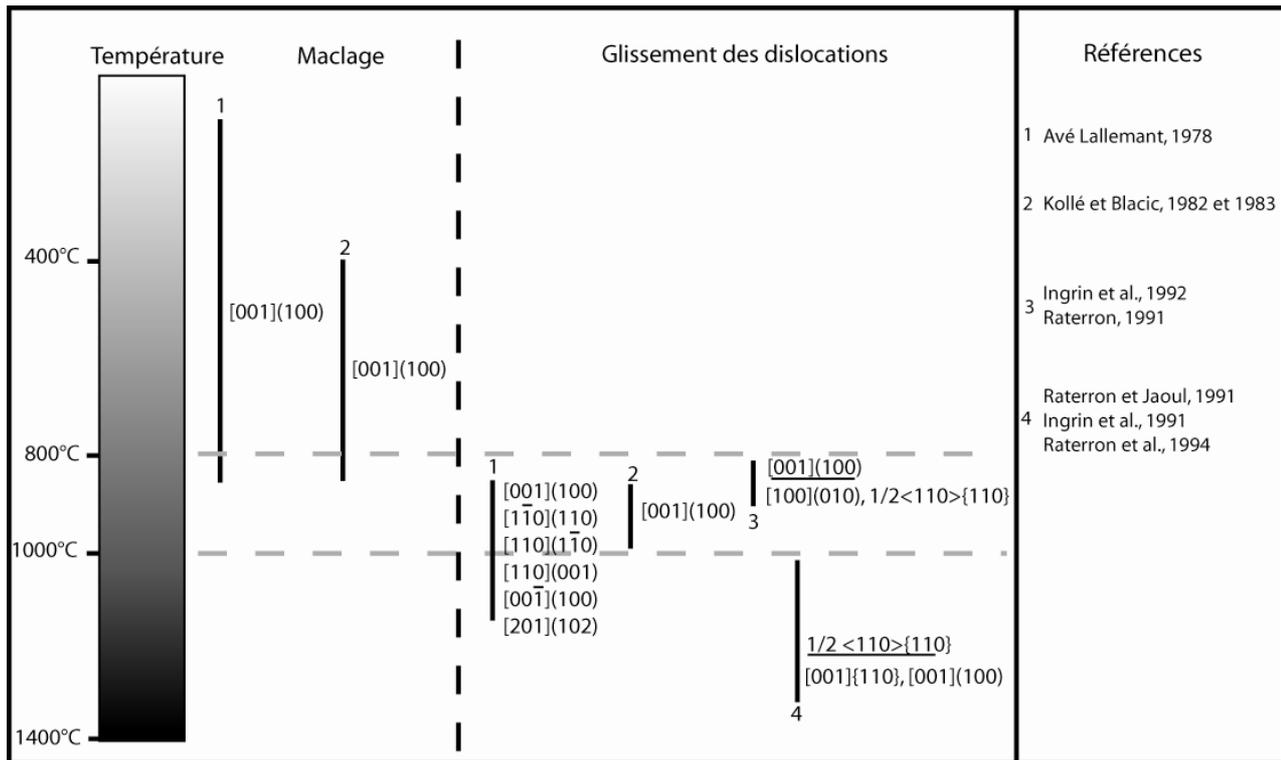


Figure I.6 : Systèmes de glissements identifiés dans les échantillons monocristallins de diopside déformés expérimentalement pour des pressions maximales de 1,5 GPa. Les systèmes de glissement soulignés sont ceux les plus actifs.

Les données mécaniques obtenues dans ces études ont permis de déterminer des lois de comportement pour caractériser l'activité de certains de ces systèmes de glissement. Un phénomène de fusion partielle précoce a également été mis en évidence. Ces deux aspects seront développés dans la suite de ce document.

II-2-3-Données rhéologiques existantes

Parmi les études réalisées sur la déformation des clinopyroxènes et détaillées dans les paragraphes précédents, très peu consistent simultanément en une caractérisation des microstructures et en une détermination des données mécaniques. Cependant, en couplant ces travaux avec ceux portant sur la seule étude des propriétés mécaniques des clinopyroxènes, il est possible d'avoir une vision plus complète de leur rhéologie.

Le tableau I.5 résume les données mécaniques obtenues grâce à des études de déformation expérimentales sur des polycristaux et des monocristaux de diopside.

Matériau	Orientation	Conditions de déformation			$\dot{\epsilon} = A \sigma^n \exp\left(\frac{-E^*}{RT}\right)$			Teneur en eau	Etude des microstructures	Références
		Pression (GPa)	Température (°C)	$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	A (MPa ⁻ⁿ s ⁻¹)	n	E* (kJ/mol)			
webstérite 68% clinopyroxènes 32% orthopyroxènes monocristal de diopside	X	0,5 à 1,5	200 - 1050	10 ⁻³ à 10 ⁻⁶	10 ^{-4,7} 10 ^{9,6} 10 ^{-4,5}	3,3 5,8 4,3	462,6 350,1 284,3	hydraté anhydre hydraté	MO	Avé Lallemand 1978
	maillage									
	maillage									
monocristal de diopside monocristal d'hédenbergite	maillage				10 ^{-6,2 ± 0,2} NC	3,13 NC	491 ± 91 465 ± 379		MET	Kollé et Blacic 1982 et 1983
	maillage glissements multiples	1,0	400 - 1200	10 ⁻⁴ à 10 ⁻⁸	10 ^{-8,3 ± 0,2}	3,6 ± 0,4	526 ± 63	anhydre		
clinopyroxénites à grain fins	X	0,17 à 1,99	< 880 > 900	10 ⁻³ à 10 ⁻⁷	10 ^{-2,60} 10 ⁻⁵	83 ± 16 5,3 ± 1,1	220 ± 40 380 ± 30	anhydre	MET	Kirby et Kronenberg 1984
	X	0,3	900 - 1271	10 ⁻⁵	10 ^{5,17 ± 0,03}	3,3 ± 0,5	490 ± 80	0,5 à 1% H ₂ O	MET	Boland et Tullis 1986
monocristal de diopside	$\sigma // [010]$		1020 - 1130		10 ^{-3,4 ± 1,0}	6,46 ± 0,42	442 ± 29			
		0,0001	1130 - 1320	4,10 ⁻⁷ à 2,10 ⁻⁹	10 ^{-17,2 ± 0,8}	6,01 ± 0,40	48 ± 13	NC	MET	Raterron et Jaoul 1991
			1020 - 1130		10 ^{3,7 ± 1,0}	8,07 ± 0,25	742 ± 31			
	$\sigma // (301)$		1130 - 1320		10 ^{-22,2 ± 1,5}	8,80 ± 0,91	85 ± 29			
monocristal de diopside	$\sigma // [110]$	0,0001	1120 - 1180		NC	NC	~ 60	NC	MET	Raterron et al. 1994
			1180 - 1320	2,10 ⁻⁷ à 9,10 ⁻⁹			~ 892			
	$\sigma // [225]$		1110 - 1190				~ 518			
clinopyroxénites à gros grains	X	0,30 à 0,43	1100 - 1250	10 ⁻³ à 10 ⁻⁷	10 ^{9,8 ± 0,5}	4,7 ± 0,2	760 ± 40	anhydre	NC	Bystricky et Mackwell 2001
diopside polycristallin à gros grains	X	0,0001	1050 - 1213	10 ⁻⁴ à 10 ⁻¹⁰	NC	5,1	719 ± 34	250 à 550 wt ppm H ₂ O	MET	Dimanov et al. 2003
eclogite 50% grenat 40% omphacite 10% quartz	X	2,5 à 3,5	1027 - 1427	5,10 ⁻⁴ à 10 ⁻⁵	10 ^{3,3 ± 1,0}	3,5 ± 0,4	403 ± 30	anhydre	NC	Zhang et Green 2007

NC : Non Communiqué ; X : pas d'orientation pour les polycristaux

Tableau I.5 : Données rhéologiques existantes sur les polycristaux et monocristaux de clinopyroxènes déformés expérimentalement

II-2-3-1-La fusion du diopside

La température de fusion du pôle pur diopside est de 1392°C à 1 atm et augmente avec la pression comme représentée sur la figure I.7. Bien que la fusion incongruente du diopside n'a pas été démontrée pour des températures inférieures à 1350°C, un phénomène de fusion partielle précoce a été mis en évidence par Raterron et Jaoul, (1991) et Ingrin et al., (1991). Cette fusion précoce, dépendante de la pression partielle d'oxygène, apparaît plus de 200°C au dessous du solidus du diopside à 1 atm. Elle apparaît sous la forme de petites gouttelettes dans la matrice du cristal tout d'abord, très riches en silice puis s'équilibrant lentement pour former un liquide silicaté plus complexe. La fusion partielle précoce affectant fortement les propriétés macroscopique du diopside, la déformation du diopside à donc été caractérisée par deux loi rhéologiques à haute température l'une dans le régime sans précipité et l'autre avec précipité.

Bien que la fusion partielle précoce ait été observé pour des pressions de confinement de 300 MPa (Boland et Tullis, 1986) et jusqu'à 1,5 GPa dans des monocristaux pour une température supérieure à 1250°C (Raterron, 1992), les conditions expérimentales de notre étude ne permettent pas l'apparition de fusion partielle précoce. De plus, l'étude microstructurale des échantillons déformés n'a pas révélée la présence de précipités caractéristiques de la fusion partielle précoce.

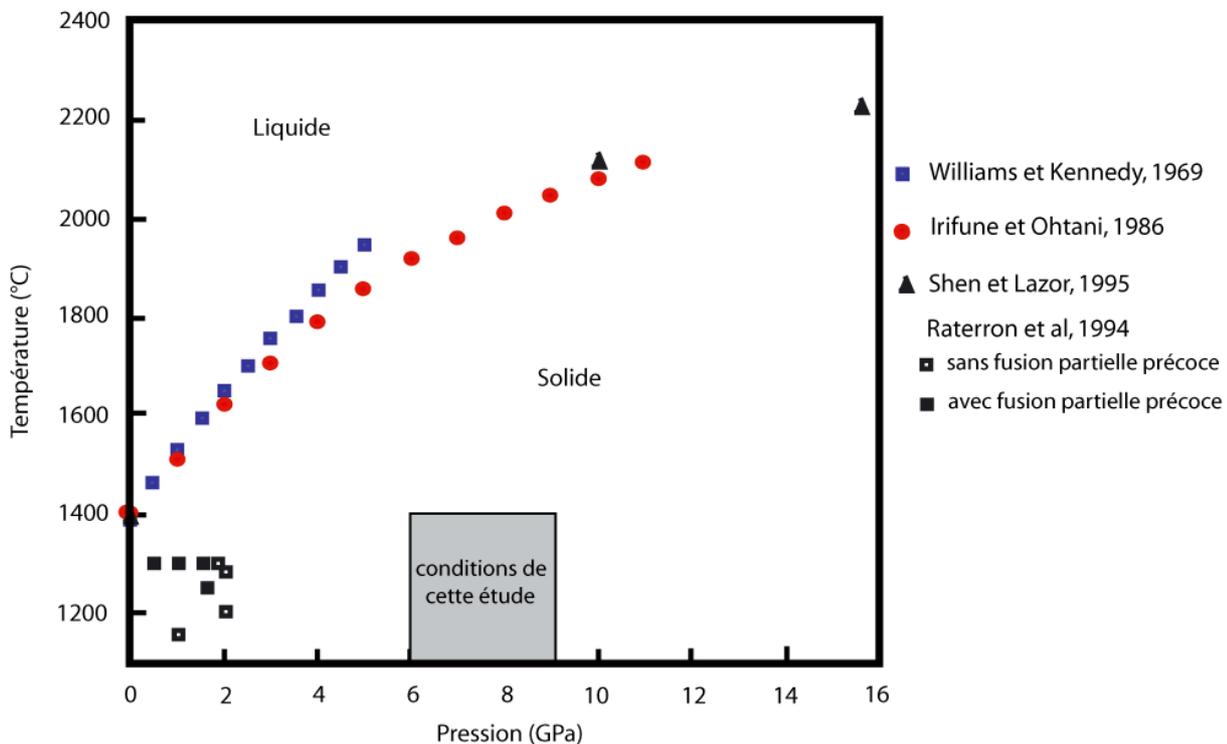


Figure I.7 : Températures de fusion du pôle pur diopside en fonction de la pression obtenues expérimentalement par différents auteurs.

II-2-3-2-L'effet de l'eau sur le comportement mécanique des clinopyroxènes

Les clinopyroxènes sont, parmi les minéraux prépondérants du manteau supérieur, ceux pouvant incorporer la plus grande quantité de groupements OH (Bell et Rossman, 1992). Les études réalisées sur les clinopyroxènes ont permis de mettre en évidence des teneurs en OH de 41200 H/10⁶Si pour les xénoites présents dans les kimberlites (Smyth et al., 1991; Skogby et al., 1990), de 49300 H/10⁶Si dans les clinopyroxènes synthétiques (Skogby, 1994) et de 67600 H/10⁶Si dans les éclogites (Katayama et Nakashima, 2003).

Dans le régime de déformation par glissement des dislocations, un effet de l'eau sur le comportement mécanique des clinopyroxènes a été mis en évidence par Kirby et Kronenberg, (1984). Pour une température de 600°C et une vitesse de déformation de 1,1.10⁻⁵s⁻¹, ils mesurent une diminution de la contrainte différentielle de 25% entre un échantillon anhydre et un échantillon hydraté. Cet effet a été observé comme étant légèrement plus élevé, c'est-à-dire correspondant à une chute de la contrainte de l'ordre de 40 % pour une température de 1200°C et une vitesse de déformation de l'ordre de 10⁻⁵s⁻¹ (Boland et Tullis, 1986). Dans cette étude, l'effet de l'adoucissement par l'eau est la conséquence d'une plus grande mobilité des joints de grains. Dans une étude plus récente réalisée sur des clinopyroxénites en conditions saturées en eau, Chen et al., (2006) ont déterminé que pour une température, une contrainte et une pression données les échantillons saturés se déforment cent fois plus vite que les échantillons anhydres. En comparant les lois rhéologiques déterminées pour les clinopyroxénites et pour les polycristaux d'olivine en conditions anhydres et saturées en eau pour une température de 1200°C et une pression de 300 MPa, Chen et al, (2006) attribuent un effet d'adoucissement par l'eau sur les clinopyroxènes plus important que celui affectant l'olivine.

Chapitre II

Techniques expérimentales

I – appareils de déformation sous pression

Bien qu'aujourd'hui encore les expériences en laboratoire se heurtent à des problèmes non résolus comme la vitesse de déformation, les conditions qui règnent dans les profondeurs de la terre peuvent aujourd'hui être reproduites dans leur ensemble grâce à plusieurs techniques (Cordier et al., 2005; Figure II.1).

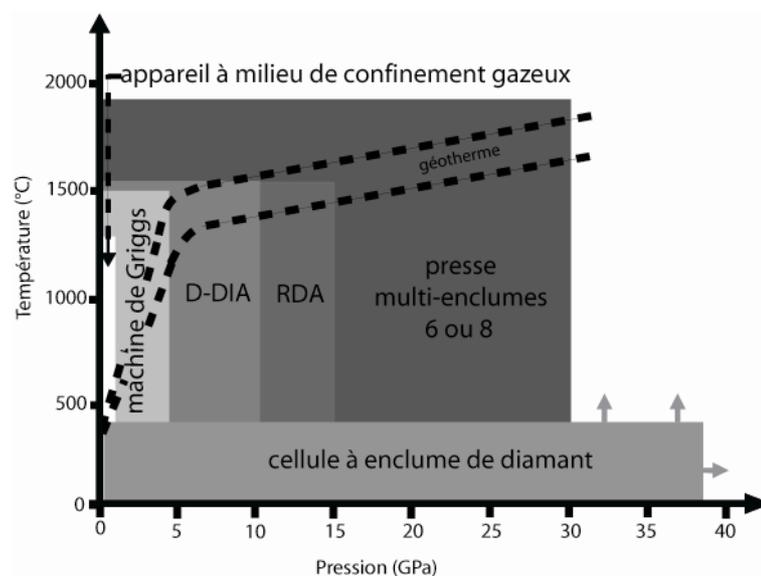


Figure II.1 : Les gammes de pression et de température accessibles par les différents instruments de haute pression, comparées au géotherme terrestre RDA : Rotational Drickamer Apparatus et D-DIA : Deformation-DIA.

Les machines les plus courantes et les plus utilisées pour déformer des roches sous des pressions de confinement inférieures à 5 GPa sont les machines de Griggs et de Paterson. La méthode consiste à appliquer une pression de confinement hydrostatique sur un échantillon. Un piston supplémentaire et indépendant permet d'imposer une contrainte différentielle et donc de déformer plastiquement l'échantillon. Dans ce type de machine, la force appliquée sur les pistons est calculée en fonction du temps et de la déformation totale pendant que la vitesse de déformation est maintenue constante. Ces appareils peuvent être divisés en deux catégories en fonction de leurs milieux de confinement solide (Griggs) ou gazeux (Paterson).

La machine de Griggs (Griggs et al, 1960 et Griggs, 1967) est le résultat de la transformation d'un piston cylindre de haute pression classique auquel un piston supplémentaire a été ajouté. Le milieu transmetteur de pression est un solide de type talc ou pyrophyllite. Dans la version initiale conçue par Griggs, cet appareil permettait de déformer un échantillon de 3 à 6 mm de diamètre à une pression maximale de 1,5 GPa, et une température de l'ordre de 1300°C. Les inconvénients majeurs de ce type d'appareil à milieu de confinement solide sont la pré-déformation de l'échantillon pendant la pressurisation initiale, et la mauvaise précision des mesures de contraintes due à la forte friction qu'exerce le milieu solide sur les

pistons. Cependant des modifications ultérieures ont tout d'abord permis de minimiser les forces de frictions en introduisant NaCl comme milieu transmetteur de pression et d'étendre la gamme de pressions atteignables jusqu'à 3,2 GPa (Green et Borch, 1989). Une nouvelle version de la machine de Griggs a ensuite été développée par Rybacki et al., (1998), permettant de repousser la limite de pression hydrostatique à 3,7 GPa pour une température de l'ordre de 1200°C et des tailles d'échantillons de 6 à 10 mm de longueur pour un diamètre de 3 mm.

La recherche de solutions pour minimiser les inconvénients présents dans les machines de Griggs ont fait apparaître un appareil fonctionnant sur le même principe mais cette fois ci avec un milieu transmetteur de pression gazeux souvent de l'argon, appelé machine de Paterson (Paterson, 1970). Bien que plus limités en pression pour des raisons de sécurité, en effet la pression maximale est de l'ordre de 0,7 GPa ce qui correspond à 20 km de profondeur dans la Terre, l'utilisation de ces appareils permet d'appliquer une pression plus hydrostatique sur l'échantillon, de minimiser les frictions à moins de 1 MPa et donc d'obtenir des données rhéologiques de meilleure qualité. Les échantillons peuvent faire jusqu'à 30 mm de diamètre, la gamme de température s'étend jusqu'à 1300°C et les contraintes sont limitées à 300 MPa.

Les appareils de Griggs et de Paterson permettent aujourd'hui de réaliser des expériences en routine pour des pressions de confinement inférieures à 5 GPa ce qui correspond à des conditions de pression et de température qui s'étendent jusqu'à une centaine de kilomètre de profondeur à l'intérieur de la Terre. Cependant pour accéder expérimentalement à des profondeurs plus importantes et donc à des pressions plus élevées, il est nécessaire d'utiliser d'autres appareils de haute pression.

Bien que les presses multi-enclumes n'aient pas été développées dans le but d'être utilisées comme des machines de déformation sous pression, elles permettent aujourd'hui de réaliser des expériences de déformation pour des pressions allant jusqu'à 26 GPa et des températures jusqu'à 2000°C, ce qui couvre l'ensemble des conditions du manteau terrestre (eg. Green et Borch, 1989; Liebermann et Wang, 1992; Sharp et al., 1994; Weidner, 1998; Cordier et Rubie, 2001; Cordier et al, 2002; Thurel et Cordier, 2003; Thurel et al., 2003; Couvy et al., 2004; Couvy, 2005). Ces presses de type Kawai (Kawai et Endo, 1970) sont constituées de deux niveaux d'enclumes. Le premier niveau correspond à des enclumes fixes qui délimitent une cavité cubique dans lequel est inséré le second niveau d'enclumes constitué de huit cubes tronqués délimitant un volume octaédrique pour l'échantillon. Bien que couvrant de larges gammes de conditions pression – température, ces appareils ne permettent pas un contrôle individuel de la pression et de la contrainte différentielle. Pour des pressions plus faibles allant jusqu'à 15 GPa, il existe des appareils de déformation permettant ce contrôle indépendant de la pression hydrostatique et de la contrainte différentielle induisant la déformation plastique de l'échantillon. Ces appareils sont le Rotationnal Drickamer Apparatus (RDA) et la Deformation-DIA (D-DIA).

Le RDA a été développé par Yamazaki et Karato, (2001), et correspond à la modification d'un appareil de type Drickamer. La pression est appliquée en rapprochant les deux enclumes opposées et la déformation de l'échantillon se fait ensuite en torsion correspondant à un cisaillement simple grâce à la rotation d'un vérin fixé sur l'enclume supérieure. Cet appareil permet d'effectuer des expériences de torsion

impliquant de grandes déformations pour des pressions allant jusqu'à 15 GPa et pour des températures de l'ordre de 1500°C. Ces caractéristiques sont particulièrement intéressantes pour le développement d'orientations cristallographiques préférentielles au sein de l'échantillon pendant la déformation. Cependant, cet appareil comporte quelques inconvénients. Tout d'abord, la contrainte et la déformation varient en fonction de la distance au centre de rotation et par conséquent, les mesures de contrainte et de déformation restent problématiques. De plus, le faible volume de l'échantillon associé à la présence de plusieurs composants à proximité de celui-ci peut rendre le traitement des données de diffraction plus complexe.

Le second appareil permettant le contrôle séparé de la pression hydrostatique et de la contrainte différentielle est une presse multi-enclume équipée d'un module de déformation appelé Deformation – DIA. L'ensemble des expériences constituant cette étude ont été réalisées grâce à cet appareil. Nous décrirons donc dans la partie suivante la "Deformation - DIA" ainsi que les échantillons et la géométrie des assemblages utilisés.

II-La "Deformation-DIA"

II-1-La presse

Des développements récents ont permis d'étendre les gammes de pression accessibles jusqu'à environ 10 GPa et pour des températures de 1500°C avec une nouvelle machine de déformation sous pression appelée : Deformation-DIA (Wang et al., 2003; Figure II.2).

Cette presse multi-enclume est le résultat de modifications effectuées sur une machine à environnement cubique appelé DIA (Osugi et al., 1964). Dans la D-DIA, l'assemblage est mis sous pression quasi-hydrostatique grâce à un vérin hydraulique principal qui permet l'avancée simultanée des six enclumes en carbure de tungstène (WC) et/ou en nitrure de bore cubique (cBN) et/ou en diamants frittés en contact direct avec l'échantillon. Le chauffage de l'échantillon se fait grâce à un courant circulant entre les deux enclumes verticales au travers d'un four en graphite présent dans l'assemblage autour de l'échantillon. Une fois les conditions de pression hydrostatique et de température imposées à l'assemblage, la paire d'enclumes verticales avance indépendamment des autres enclumes grâce à un vérin hydraulique différentiel, ce qui permet d'appliquer une contrainte différentielle. Pendant la progression des enclumes du haut et du bas les quatre enclumes latérales se rétractent simultanément de manière à conserver un volume constant et donc une pression constante. La cellule contenant l'échantillon joue le rôle de milieu transmetteur de pression. Cette technique permet de réaliser des expériences avec des vitesses de déformations relativement faibles de l'ordre de 10^{-6} s^{-1} sur des échantillons de taille millimétrique. La vitesse de déformation ainsi que la contrainte peuvent être mesurées *in situ* par rayonnement synchrotron. Cet aspect sera détaillé dans la suite de ce chapitre.

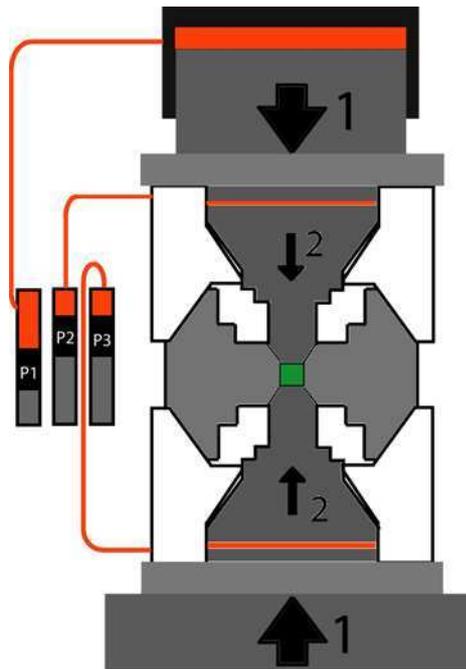


Figure II.2 : Schéma en coupe de la D-DIA : Les flèches 1 représentent le vérin hydraulique principal et les flèches 2 les vérins hydrauliques différentiels. D'après Wang et al, 2003.

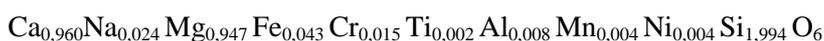
II-2-Les expériences de déformation

II-2-1-Les échantillons

II-2-1-1-La composition

Les échantillons ont été carottés dans des trois monocristaux de diopside naturel de qualité gemme. Les cristaux proviennent de Russie. Ils contiennent peu d'inclusions fluides, réparties de manière non homogène dans les cristaux, ce qui a permis d'effectuer les carottes en minimisant la présence de ces inclusions.

Le premier monocristal utilisé correspond au cristal P62 (Raterron, 1992). Sa composition a été déterminée par microsonde et les analyses rapportées à six oxygènes donnent la formule structurale suivante :



Trois autres monocristaux de diopside en plus du cristal P62 ont été utilisés durant cette étude. Leur composition a été déterminée par microanalyse en MET et les analyses rapportées à six oxygènes correspondent à la formule suivante :



Les échantillons ont été orientés cristallographiquement au MET. Les trois orientations testées durant cette étude sont présentées ci-dessous.

II-2-1-2-Les orientations

Les éprouvettes sont des cylindres de 1,4 mm de diamètre et dont les longueurs sont comprises entre 0,9 mm et 1,8 mm. Les trois orientations testées seront appelées [2], [3] et [4] en référence à l'étude de déformation à basse pression de monocristaux de diopside effectuée par Raterron et Jaoul, (1991); Ingrin et al., (1991); Ingrin et al., (1992); Raterron, (1992); Jaoul et Raterron, (1994); Raterron et al., (1994), et sont représentées sur la figure II.3. Les cylindres orientés et carottés sont ensuite polis sur les faces perpendiculaires au grand axe qui correspond à l'axe de compression.

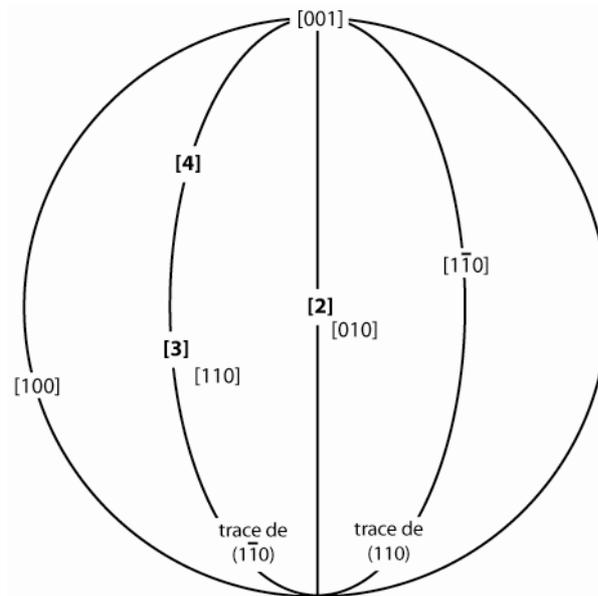


Figure II.3 : Projection stéréographique dans l'hémisphère inférieure représentant les directions de compression pour les orientations déformées durant cette étude.

La première orientation testée, notée [2], correspond à une direction de compression parallèle à la direction [010] du cristal. L'axe de compression est donc perpendiculaire aux directions [100] et [001] du cristal ce qui va avoir pour conséquence l'activation des systèmes $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$ avec des facteurs de Schmid proches du maximum (Tableau II.1 et Figure II.3).

La deuxième orientation notée [3] correspond à une direction de compression proche de [110]. Elle permet l'activation des systèmes de glissement [100](010) et [010](100). Bien que ces deux systèmes soient considérés comme difficilement activables de par leurs grands vecteurs de Burgers, respectivement de 9,75 Å et 8,92 Å, cette orientation permet de leur attribuer des facteurs de Schmid maximums (Tableau II.1 et Figure II.3). Cependant, cette géométrie n'interdit pas l'activation des systèmes de glissement [001](100), [001](010) et [001](110) dont les facteurs de Schmid sont supérieurs ou égaux à 0,13.

La dernière orientation notée [4] a pour but de tester les systèmes de glissements [001](100), [001](010) et [001](110) en appliquant une compression parallèle à [225], c'est à dire à 50° de l'axe [001] du cristal et contenue dans le plan $(\bar{1}\bar{1}0)$. Grâce à cette géométrie, il n'y a pas d'interaction possible entre les dislocations [001] et $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ dans les plans {110} car les systèmes de glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle\{\bar{1}\bar{1}0\}$ ont un facteur de Schmid nul (Tableau II.1 et Figure II.3).

Système de glissement attendu	Facteur de Schmid		
	Orientation [2]	Orientation [3]	Orientation [4]
[001](100)	0	0,14	0,36
[001](010)	0	0,13	0,34
[001](110)	0	0,19	0,49
[001](1 $\bar{1}$ 0)	0	0	0
[110](1 $\bar{1}$ 0)	0,49	0	0
[1 $\bar{1}$ 0](110)	0,49	0,09	0,07
[010](100)	0	0,48	0,30
[100](010)	0	0,5	0,20

Tableau II.1 : Facteurs de Schmid pour les systèmes de glissement activés dans les différentes orientations testées durant cette étude. Le calcul est détaillé en annexe.

II-2-1-3-Le chargement des échantillons

Pour les expériences de déformation sur D-DIA couplée au rayonnement synchrotron, l'assemblage doit comporter d'autres éléments que l'échantillon monocristallin. En effet, la diffraction d'un monocristal en faisceau polychromatique ne permet d'obtenir qu'un cliché de point appelé cliché de Laue. Ce cliché donne des informations sur l'orientation cristallographique du monocristal mais ne permet pas de calculer les contraintes. La mesure de contrainte s'effectue donc sur des polycristaux présents dans l'assemblage au voisinage de l'échantillon. Durant cette étude, les polycristaux utilisés sont de l'olivine de San Carlos, du spinelle et/ou de la forstérite. Pour les études des monocristaux, deux configurations de chargement ont été utilisées (Figure II.4). La première consiste en un monocristal unique de diopside de longueur supérieure à 1,5 mm encadré à ses deux extrémités par des polycristaux permettant de mesurer les contraintes. La seconde configuration correspond au chargement dans la cellule de deux monocristaux de diopside de longueur inférieure à 1,1 mm et d'orientations différentes, séparés l'un de l'autre par un polycristal. Cette méthode permet la comparaison directe des deux orientations cristallographiques sollicitées dans les mêmes conditions au sein d'un même assemblage. Dans les deux géométries, tous les matériaux au sein de l'assemblage sont séparés les uns des autres par des feuilles de rhénium. Celles-ci présentent deux

avantages : premièrement, la forte absorption des rayons-X par le rhénium permet de visualiser les interfaces entre l'échantillon et les autres éléments de la colonne de compression sur les radiographies-X; ensuite ces feuilles métalliques limitent très fortement les échanges chimiques.

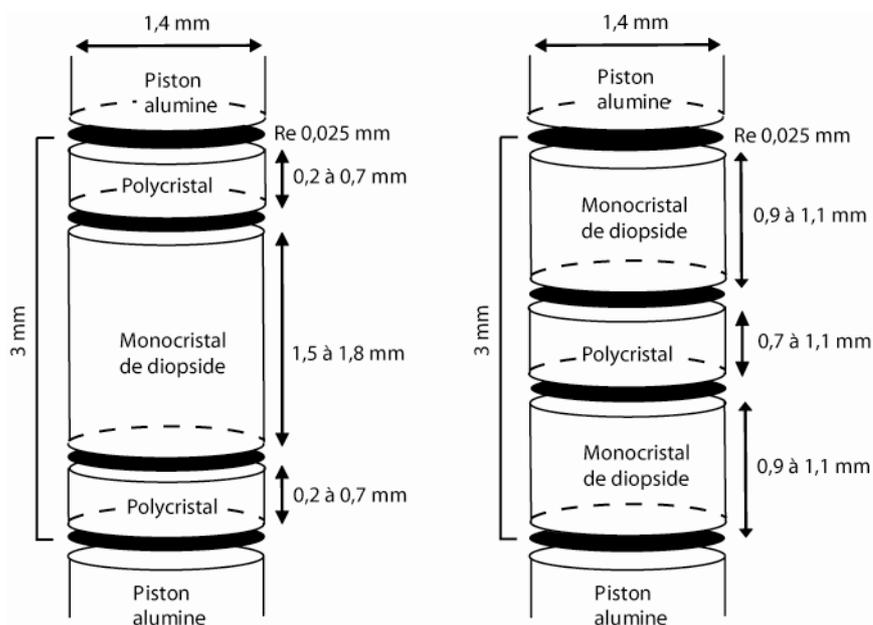


Figure II.4 : Les deux configurations de chargement des échantillons utilisées durant cette étude.

Durant cette étude, deux expériences de déformation sous pression ont par ailleurs été réalisées sur des polycristaux de diopside en conservant la même géométrie de chargement que celle décrite ci-dessus.

Les assemblages utilisés pour l'ensemble des expériences, tant sur monocristaux que sur polycristaux de diopside, sont présentés dans la partie suivante.

II-2-2-Les assemblages

Durant cette étude, la totalité des expériences a été réalisée avec des cubes en bore époxy de $\sim 6,15$ mm de côté percés en leurs centres. Ce trou permet l'insertion des pièces formant l'assemblage cylindrique qui contient l'échantillon (Figure II.5). Cet assemblage représenté figure II.6.a, b et c est composé d'un cylindre en nitrure de bore qui contient l'échantillon. Le volume disponible à l'intérieur de ce cylindre est de 3 mm de hauteur pour 1,4 mm de diamètre. Il reste identique quels que soient les changements effectués sur la géométrie des assemblages durant ce travail. Ce volume disponible de plus de 4 mm^3 pour l'échantillon représente pour des expériences de hautes pressions un volume d'échantillon très important. Le cylindre en nitrure de bore est entouré d'un four en graphite permettant le chauffage de l'échantillon puis d'un cylindre en alumine. Il est encadré à ses extrémités par deux pistons d'alumine poreuse qui permettent d'accommoder la déformation durant la compression à froid et donc de limiter la déformation à froid de l'échantillon. Un anneau de graphite entourant chaque piston d'alumine permet une meilleure conduction du courant des enclumes verticales vers le four.

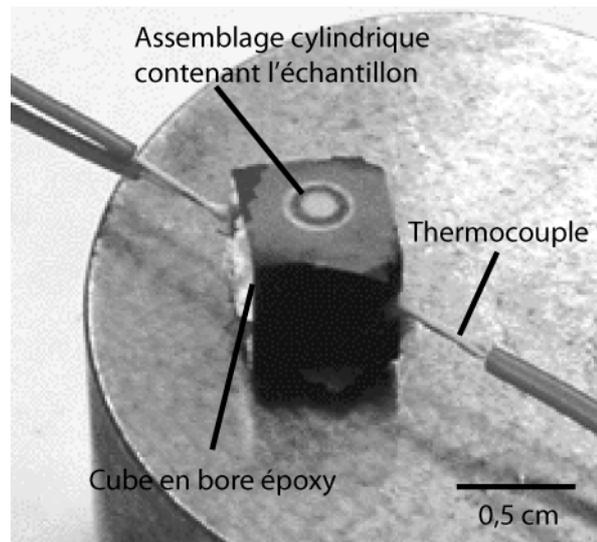


Figure II.5 : Vue d'ensemble de l'assemblage cubique utilisé pour les expériences en D-DIA

Comme précisé au début de ce paragraphe des modifications ont été effectuées sur l'assemblage au cours de ce travail (Figure II.6) dans le but de minimiser les forces de frottements au sein de l'assemblage et notamment entre les pistons d'alumine poreuse et l'anneau en alumine placé autour de ces pistons (Figure II.6.a). Pour ce faire l'anneau d'alumine a été supprimé. Il a été remplacé par du nitrure de bore soit sous la forme d'un anneau (Figure II.6.c) soit en allongeant le cylindre central en nitrure de bore contenant l'échantillon (Figure II.6.b).

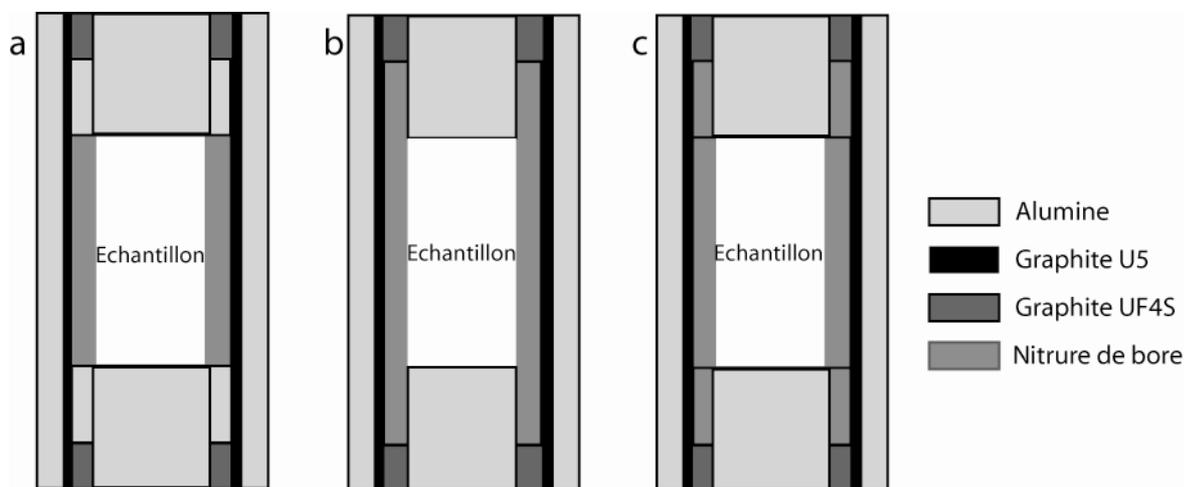


Figure II.6 : Vue en coupe de la cellule cubique utilisée pour les expériences en D-DIA.

Le chauffage se fait par l'intermédiaire d'un four cylindrique en graphite qui entoure l'ensemble des pièces constitué de l'échantillon et des pistons. Le courant de chauffage est transmis par les enclumes verticales en WC. La température est mesurée grâce à deux thermocouples latéraux (W3% Re-W25% Re) insérés dans des trous percés sur les arêtes du cube. Ces trous traversent l'ensemble des pièces ce qui permet de mesurer la température au voisinage direct de l'échantillon.

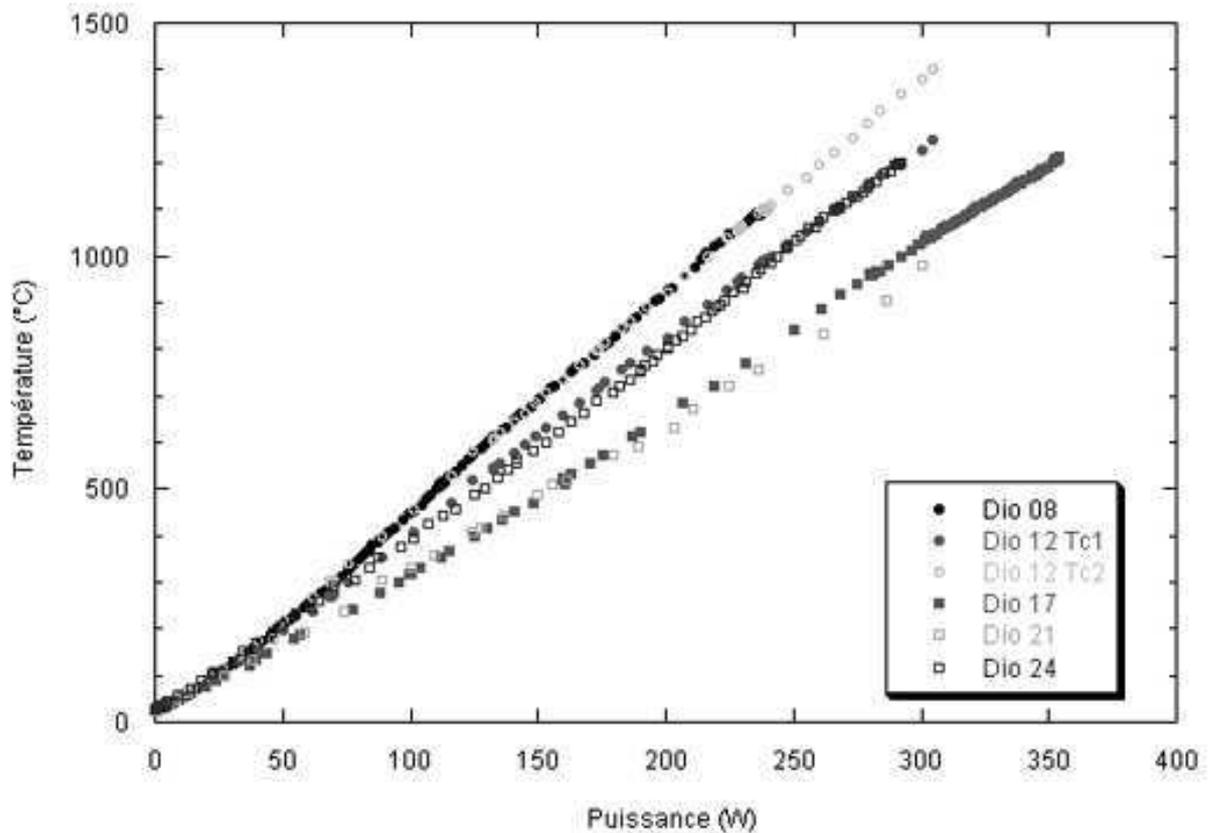


Figure II.7 : Courbes de calibration de la température en fonction de la puissance injectée pour un assemblage cubique de D-DIA. Ce graphe montre plusieurs courbes de calibration correspondant à plusieurs expériences avec des assemblages de géométrie différente dont les noms sont précisés dans la légende.

Au cours des expériences, les thermocouples permettent la mesure de la température pendant le chauffage et occasionnellement pendant le début de la déformation car ils ne résistent pas à la déformation de l'assemblage. Pour la suite de l'expérience, après la défaillance des thermocouples, le contrôle de la température est effectué à partir des courbes puissance-température correspondant au début de l'expérience ou à une expérience précédente réalisée avec une géométrie d'échantillon identique. Certaines de ces courbes de calibration de la température mesurée par les thermocouples en fonction de la puissance électrique injectée sont représentées sur la figure II.7. Elles peuvent être séparées en deux groupes avec comme facteur discriminant, la géométrie des pièces constituant l'assemblage; celles correspondantes aux expériences Dio08 et Dio12 formant le premier groupe et celles appartenant aux expériences Dio17, Dio21 et Dio24 formant le second groupe. Cette différence dans la géométrie de l'assemblage est la cause de la dispersion que l'on peut observer entre les courbes correspondant aux deux groupes. Les variations de calibration puissance – température observées entre les courbes au sein d'un même groupe, c'est-à-dire pour un assemblage identique, sont la conséquence de la performance des fours et des variations de position des thermocouples dans les trous percés sur les arrêtes du cube. De plus, durant l'expérience, la déformation de l'assemblage engendre une diminution de l'efficacité du four ce qui va entraîner la baisse de la température

pour une puissance injectée constante et ce quelle que soit la géométrie de l'assemblage utilisé. Cette dérive n'est pas visible sur les courbes de calibration car la défaillance des thermocouples se produit, quasiment dans tous les cas, au tout début de la déformation. Pour compenser cette dérive qui n'est pas quantifiable dans nos expériences, nous avons choisi de maintenir la puissance injectée constante à la valeur correspondante à la température souhaitée sur la courbe de calibration de l'expérience. Le choix de l'incertitude sur la température est détaillé dans la partie I-1-1-3 du Chapitre III de ce document.

II-2-3-Le déroulement des expériences

Les expériences de déformation se décomposent en différentes étapes (Figure II.8). Une fois la cellule cubique chargée dans la presse, la montée en pression se fait à température ambiante en quatre ou cinq heures. Durant cette compression à froid, le bore époxy constituant le cube ainsi que les pistons d'alumine poreuse situés de part et d'autre de l'échantillon accommodent la déformation et jouent le rôle de milieu transmetteur de pression.

Une fois la pression hydrostatique imposée à l'échantillon, la température est augmentée à la vitesse de $\sim 50^{\circ}\text{C} / \text{min}$. La température est ensuite maintenue à $\sim 1100^{\circ}\text{C}$ pendant 30 à 60 minutes de manière à relaxer les contraintes dans l'échantillon et à effacer la microstructure créée pendant la compression à froid.

L'étape suivante consiste à déformer l'échantillon à vitesse de déformation constante. Pour cela, le flux d'huile injectée dans les vérins différentiels est maintenue constant ce qui permet de faire avancer les enclumes verticales à vitesse constante. La pression hydrostatique ne varie pas pendant la déformation plastique de l'échantillon car les quatre enclumes latérales se rétractent pendant l'avancée des enclumes verticales. Le contrôle du recul des enclumes latérales est alors assuré en maintenant constante la pression d'huile du piston principal.

Quand le taux de déformation escompté est atteint, les vérins différentiels sont arrêtés et l'alimentation du four est coupée ce qui engendre un refroidissement très rapide de l'échantillon, qui passe de plus de 1000°C à moins de 50°C en 2 ou 3 secondes.

La pression dans les vérins hydrauliques principaux et différentiels est ensuite diminuée en deux ou trois heures, pour préserver les enclumes du relâchement des contraintes et pour ne pas introduire une microstructure correspondant à une éventuelle déformation de l'échantillon à température ambiante pendant la décompression.

Quand la pression est revenue à l'ambiante, la presse est ouverte ce qui permet de récupérer l'échantillon. La figure II.9 montre un échantillon en coupe après déformation sous une pression de 7 GPa et 1400°C et 1200°C . Le monocristal de diopside qui se trouve au centre de l'assemblage a subi dans cette expérience une déformation totale de 27 %.

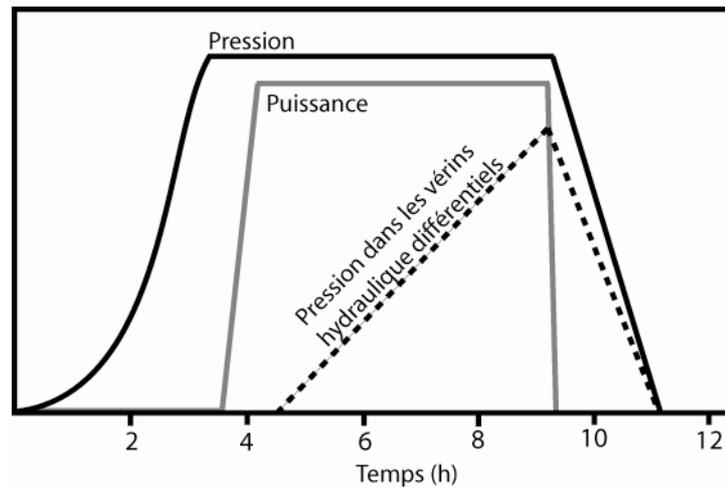


Figure II.8 : Les différentes étapes d'une expérience de déformation sous-pression en D-DIA.

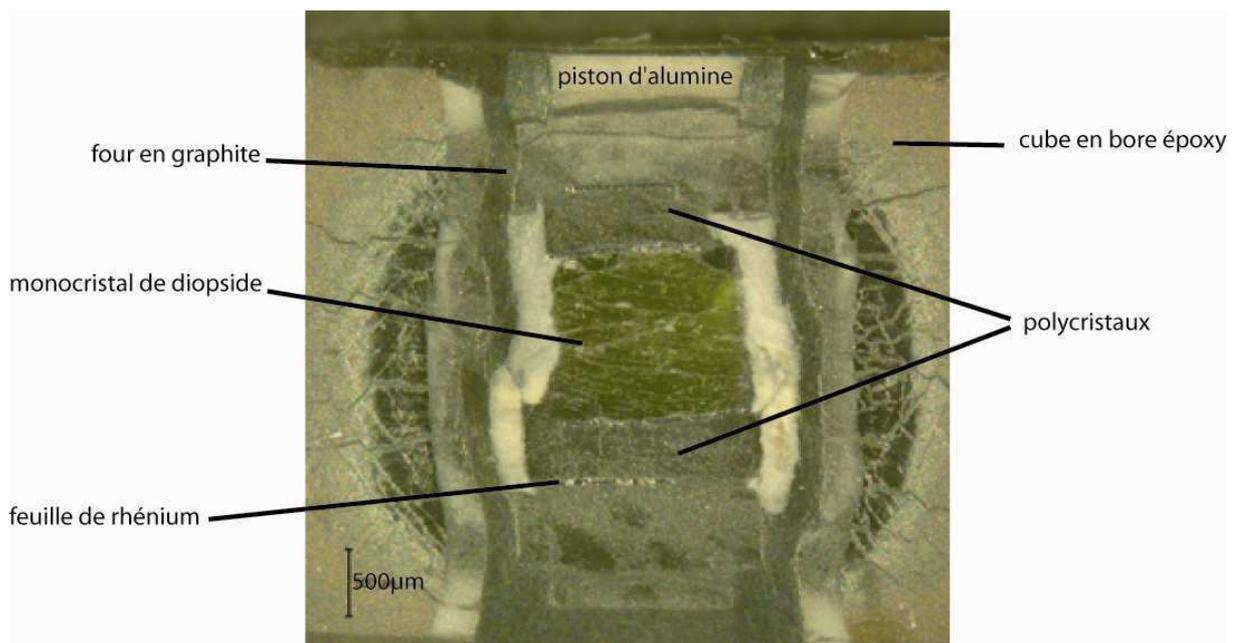


Figure II.9 : Coupe d'un assemblage de D-DIA correspondant à l'expérience Dio12, après déformation de 26% à 8 GPa et à deux températures de 1400°C et 1200°C.

III – Mesures *in situ* de la contrainte et de la déformation

Un des grand progrès dans le domaine de la déformation en presse gros volume sous haute pression est de pouvoir accéder aujourd’hui à des mesures de contrainte et de déformation *in situ* grâce au couplage de la presse avec un rayonnement synchrotron (e.g. Weidner et al., 1998; Durham et al., 2002; Chen et al., 2004; Li et al., 2004; Weidner et Li, 2006). La géométrie de la D-DIA permet d’effectuer ce type de mesures *in situ*. La déformation de l’échantillon peut être mesurée à partir des images de radiographie-X et les contraintes sont obtenues grâce à de nombreuses mesures de distance inter-réticulaires effectuées sur des plans cristallographiques dans plusieurs directions par rapport à la direction de la contrainte principale. Ces expériences nécessitent de pouvoir coupler une presse gros volume équipée d’un module de déformation (D-DIA) avec une source de rayons-X extrêmement intense. Un tel couplage n’est disponible aujourd’hui qu’à Argone (Advanced Photon Source, APS, Chicago, USA) et à la National Synchrotron Light Source (Brookhaven National Laboratory, BNL, New-York, USA). Durant cette étude, l’ensemble des expériences de déformation avec la D-DIA ont été réalisées sur la ligne X17B2 à la NSLS (Brookhaven National Laboratory, New-York). Dans la suite de ce chapitre nous détaillerons le dispositif existant sur cette ligne de lumière et les méthodes de mesure *in situ* de la contrainte et de la déformation que nous avons utilisées.

III-1-Caractéristiques techniques

La géométrie simple de la D-DIA permet de faire passer un faisceau de rayons-X jusqu’au milieu cubique qui contient l’échantillon (Figure II.10).

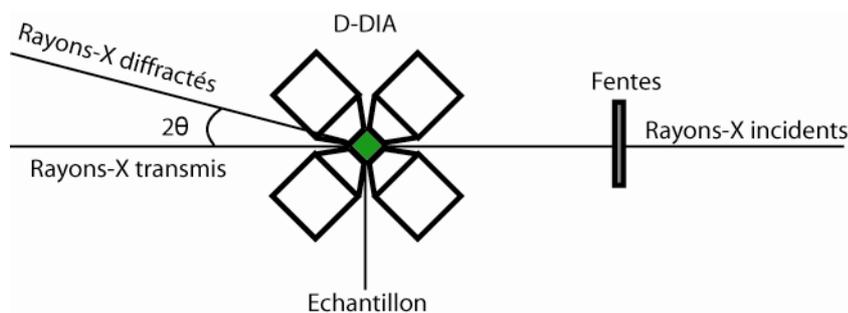


Figure II.10 : Vue de dessus du milieu cubique contenant l’échantillon et trajet des rayons-X.

Les expériences *in situ* sont réalisées à l’aide d’un faisceau blanc de rayons-X de haute énergie (20 – 130 keV). Des fentes en amont de la presse permettent de définir la taille du faisceau de rayons-X incident qui vient échantillonner le matériau polycristallin. Celles-ci sont actionnées à l’aide de moteurs, ce qui permet de changer leurs positions et la taille du faisceau en fonction du type de mesure à effectuer sur l’échantillon. En effet pour acquérir une image de l’échantillon la taille du faisceau est de l’ordre de 2×2 mm alors que pour la diffraction, le rapprochement des fentes permet de définir un faisceau de $100 \mu\text{m}^2$. Pour

collecter le maximum de faisceaux de rayons-X diffractés, les deux enclumes arrière par rapport à l'arrivée du faisceau sont constituées de nitrure de bore cubique qui absorbe très peu les rayons-X.

Les spectres de diffraction sont obtenus grâce à un collimateur conique à dispersion d'énergie derrière lequel se situent quatre détecteurs en dispersion d'énergie (Energy Dispersive Spectrometer, EDS) qui sont représentés schématiquement sur la figure II.11. Le faisceau de rayons-X incident, de longueur d'onde λ variable dans le cas de faisceau blanc, éclaire le matériau. Les familles de plan inter-réticulaire (hkl) en condition de Bragg, c'est à dire formant un angle $\theta = \sim 3,2^\circ$, vont diffracter ce faisceau incident. Les rayons-X diffractés sont collectés par quatre détecteurs perpendiculaires (Figure II.12) :

- Les rayons-X diffractés par les familles de plans cristallographiques quasi-horizontaux sont collectés par deux détecteurs dits "verticaux".
- Les rayons-X diffractés par les familles de plans cristallographiques quasi-verticaux sont collectés par deux détecteurs dits "horizontaux".
- Les images de l'échantillon en radiographie-X sont obtenues grâce à une caméra CCD qui enregistre l'image de l'échantillon en lumière visible à partir d'un écran fluorescent (cristal de YAG, Yttrium Aluminium Garnet).

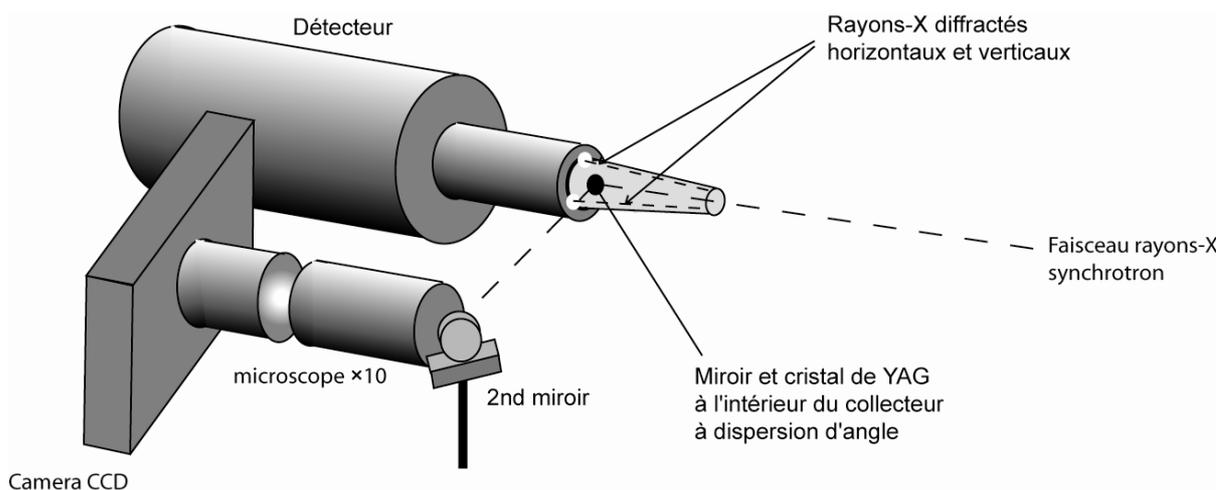


Figure II.11 : Systèmes de détection de diffraction de rayons-X et d'imagerie sur la ligne X17B2 (NSLS, NY). D'après Chen et al., 2004.

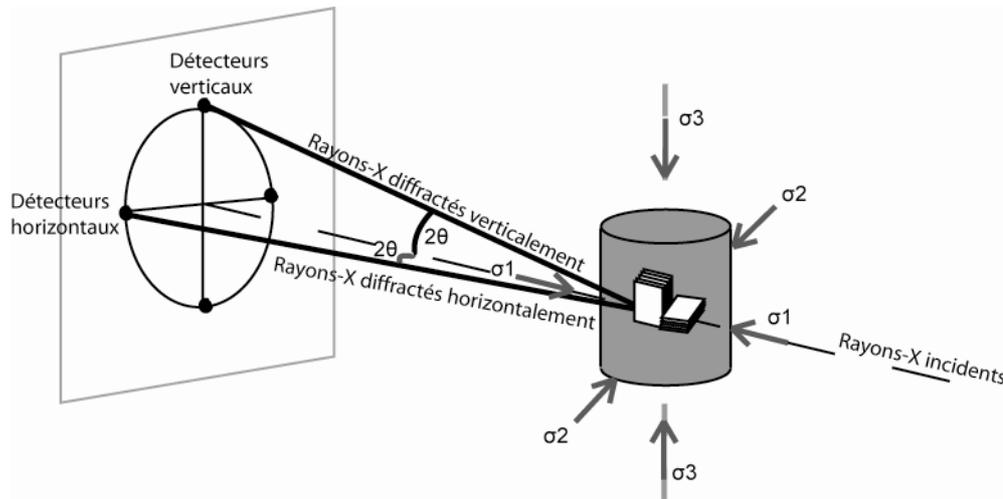


Figure II.12 : Champ de contrainte et géométrie de la diffraction des rayons-X dans la D-DIA. D'après Chen et al., 2004.

III-2-Mesure de la déformation

La mesure *in situ* de la déformation et le calcul de la vitesse de déformation sont possibles grâce à l'insertion de feuilles de rhénium de part et d'autre de l'échantillon. Ces feuilles de rhénium de 25 μm d'épaisseur absorbent très fortement les rayons-X ce qui permet de les voir apparaître en noir sur les radiographies de l'échantillon (Figure II.13). Grâce à ce fort contraste, la variation de longueur de l'échantillon peut être déterminée avec une précision de 4 à 12 microns, tout au long de l'expérience de déformation. De ce fait, la vitesse de déformation est calculée avec une précision de l'ordre de 10^{-6} s^{-1} .

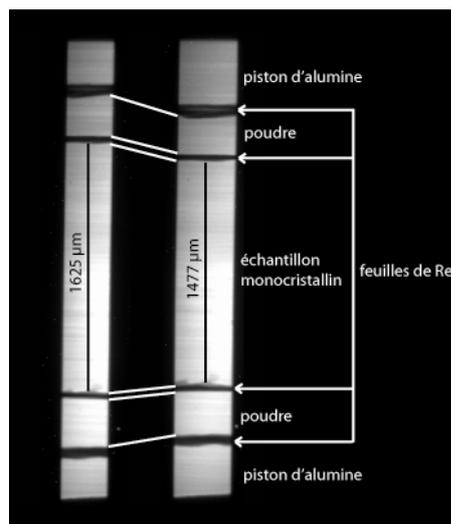


Figure II.13 : Radiographies-X d'un échantillon (DIO19) montrant le raccourcissement durant la déformation. Les feuilles de rhénium servent de marqueurs de déformation.

III-3-Mesure de la contrainte

III-3-1-Principe de la mesure de contrainte

La mise sous contrainte de l'échantillon, pendant les expériences de déformation, induit une variation des distances inter-réticulaire d_{hkl} des plans cristallographiques du matériau. Sur les spectres en dispersion d'énergie, les variations de distances inter-réticulaires se traduisent par un décalage du centre des pics de diffraction.

Le champ de contrainte dans la D-DIA est modélisé de la manière suivante: σ_3 est parallèle à l'axe de compression vertical, et σ_1 et σ_2 sont contenus dans le plan horizontal perpendiculaire à l'axe de compression. De plus, la géométrie cylindrique des échantillons suggère un champ de contrainte à symétrie axiale pour lequel σ_1 et σ_2 sont égaux.

L'analyse des déformations de réseaux mesurées sous des pressions non-hydrostatiques est détaillée ci-dessous. L'état de contrainte au centre d'un échantillon en compression triaxiale peut être décomposé de la manière suivante :

$$\sigma_{ij} = \begin{vmatrix} \sigma_1 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_2 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_3 \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} \sigma_p & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_p & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_p \end{vmatrix} + \begin{vmatrix} -t/3 & 0 & 0 \\ 0 & -t/3 & 0 \\ 0 & 0 & 2t/3 \end{vmatrix}$$

où σ_p est la pression hydrostatique (ou contrainte moyenne normale) avec $\sigma_p = 1/3(\sigma_1 + 2\sigma_3)$ et t la contrainte différentielle avec $t = (\sigma_3 - \sigma_1)$.

Si l'on considère les distances interreticulaires $d_m(hkl)$, la déformation produite par la composante déviatorique de la contrainte est :

$$\varepsilon(hkl) = \frac{d_m(hkl) - d_p(hkl)}{d_p(hkl)} \quad (2)$$

où $d_p(hkl)$ est la distance entre les plans sous pression hydrostatique σ_p . Une équation décrivant la déformation des réseaux sous pression non hydrostatique a été proposée par Singh et al (1998):

$$d_m(hkl) = d_p(hkl) [1 + (1 - 3 \cos^2 \psi) Q(hkl)] \quad (3)$$

où ψ est l'angle entre la direction principale de la contrainte σ_3 et le plan diffractant et $Q(hkl)$ est égal à :

$$Q(hkl) = (t/3)(2 * G(hkl))^{-1} \quad (4)$$

$G(hkl)$ est une fonction des constantes élastiques du matériau considéré. A partir des équations (2), (3) et (4) on obtient t égal à :

$$t = 2 * G(hkl) * \frac{d_v(hkl) - d_H(hkl)}{d_p(hkl)} \quad (5)$$

où $d_v(hkl)$ et $d_H(hkl)$ sont les distances inter-réticulaires mesurées sur les spectres de diffraction-X collectés respectivement sur les détecteurs verticaux et horizontaux. La mesure de $d_v(hkl)$ et $d_H(hkl)$ permet donc celle de σ_{ij} , connaissant $G(hkl)$.

III-3-2-Calcul de la contrainte

Les expériences de déformation réalisées durant cette étude permettent la mesure *in situ* de la contrainte. Cette mesure est réalisée grâce à la présence de polycristaux de nature différente insérés dans l'assemblage à proximité de l'échantillon monocristallin (Figure II.13). Le faisceau de rayon-X diffracté par les familles de plans inter-réticulaires (hkl) en condition de Bragg est collecté par quatre détecteurs perpendiculaires deux en positions verticale et deux en position horizontale (Figure II.12) sous la forme de spectres d'intensité en fonction de l'énergie représentés sur la figure II.14.

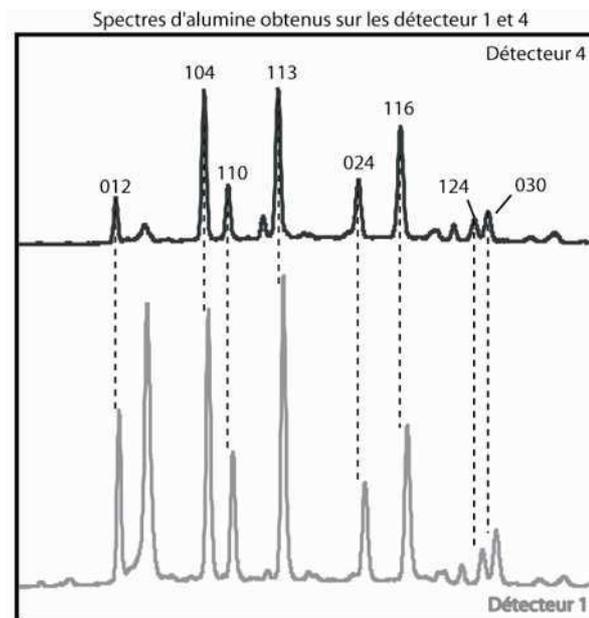


Figure II.14 : Spectres de diffraction du piston d'alumine du bas collectés sur les détecteurs un en gris et quatre en noir. Ces spectres correspondent à l'expérience Dio19 à une température de 1100°C et une pression d'environ 7 GPa après 21% de déformation totale du monocristal de diopside.

Ces spectres sont ensuite traités avec un logiciel de traitement, Plot85, ce qui permet de déterminer les distances inter-réticulaires pour chaque plan cristallographique. Ces distances inter-réticulaires moyennées par couples de détecteurs horizontaux et verticaux permettent de retrouver le volume de la maille et de déterminer la pression ainsi que la contrainte à laquelle est soumis chaque plan cristallographique dans ces conditions de déformation. De nombreuses diffractions sont réalisées dans chacun des polycristaux présents dans l'assemblage pour une température et une vitesse de déformation données. Les résultats obtenus après traitement des données de diffraction et représentant la contrainte pour chaque plan cristallographique dans les pistons d'alumine en fonction du temps sont représentés dans la figure II.15.

Les plans cristallographiques d'un matériau n'enregistrant pas la même contrainte en fonction de leurs orientations par rapport à la direction de sollicitation, il est nécessaire de calculer la contrainte pour un grand nombre de plan cristallographique dans un matériau donné pour obtenir une mesure de contrainte la plus représentative possible de la contrainte au sein de l'assemblage. Dans cette étude, les mesures de contraintes différentielles et de pressions ont été réalisées sur des polycristaux d'alumine, et/ou de forstérite et/ou d'olivine de San Carlos et/ou de spinelle. Les plans cristallographiques {104}, {110}, {113}, {024}, {116}, {124} et {030} pour l'alumine, {021}, {101}, {130}, {131} et {112} pour la forstérite, {021}, {111}, {130}, {131}, {112} et {222} pour l'olivine de San Carlos et {220}, {311}, {400}, {511} et {440} pour le spinelle ont été utilisés. Chaque point de mesure de contrainte correspond donc à la moyenne des contraintes différentielles enregistrées par chaque famille de plans cristallographiques diffractant soit sept valeurs pour l'alumine, six pour la forstérite, six pour l'olivine de San Carlos et cinq pour le spinelle.

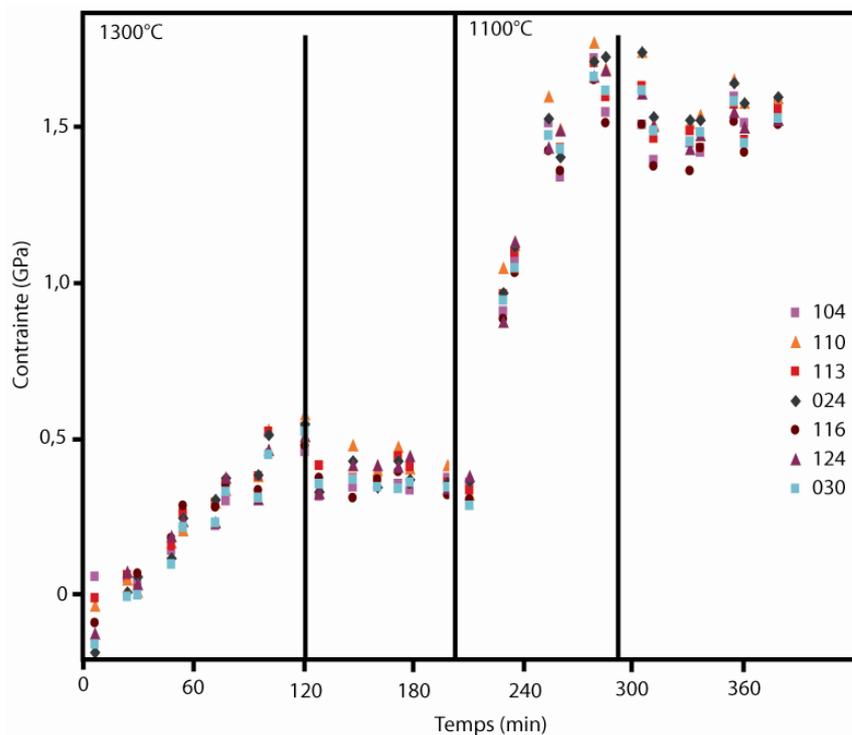


Figure II.15 : Contraintes calculées en fonction du temps dans les pistons d'alumine pour chaque plan cristallographique dans l'expérience Dio19.

IV– Méthodes d'analyse des échantillons après déformation

Des études *post mortem* ont été effectuées sur les échantillons déformés. Ces caractérisations ont eu pour objectif de mieux appréhender les mécanismes de déformations actifs pendant la déformation des échantillons. Parmi les techniques d'analyse utilisées décrites dans la partie suivante, l'analyse EBSD a été réalisée au laboratoire Géosciences à Montpellier.

IV-1-Microscopie Electronique en Transmission (MET)

IV-1-1-Préparation des échantillons

L'interaction électron-matière est très forte. L'épaisseur des échantillons de microscopie en transmission ne doit donc pas excéder quelques centaines de nanomètres de manière à ce que les électrons puissent les traverser. Une tranche de l'échantillon déformé, perpendiculaire à l'axe de compression, est coupée puis collé sur une lame de verre. Cette tranche fine subit alors une abrasion mécanique jusqu'à une épaisseur d'environ 30 micromètres puis un polissage final (surfaçage) est réalisé sur les deux faces dans le but d'obtenir des surfaces sans défaut observable en microscopie optique. Après polissage de l'échantillon fixé sur la lame de verre, une grille de cuivre est collée sur celui-ci qui est séparé de la lame de verre après immersion dans de l'éthanol. L'échantillon fixé sur la grille de cuivre est aminci ioniquement grâce à un faisceau d'argon accéléré sous une tension de 5kV. L'échantillon est abrasé sur ses deux faces avec une inclinaison du faisceau de 15° par rapport à sa surface. Après environ une dizaine d'heures d'amincissement, un trou se forme dans l'échantillon ; les bords de ce trou correspondant à la zone observable au MET.

IV-1-2-Présentation du microscope

Les observations en microscopie électronique en transmission ont été réalisées au centre commun de Microscopie Electronique à Lille sur microscope Philips CM30.

Un Microscope Electronique en Transmission est composé d'un canon à électrons et de plusieurs lentilles magnétiques dont la position est fixe mais dont les distances focales sont variables. Le faisceau d'électron est produit par le canon (une pointe LaB₆ dans le cas du microscope utilisé). La lentille objectif permet d'obtenir une image de l'échantillon qui est agrandie plusieurs fois par les lentilles intermédiaires pour finalement être projetée sur un écran fluorescent.

IV-1-2-1-Les techniques de diffraction électronique

La diffraction en aire sélectionnée (ou SAED : Selected Area Electron Diffraction) est obtenue grâce à un faisceau incident parallèle. L'utilisation d'un diaphragme de sélection d'aire permet de choisir une zone diffractante au niveau de l'échantillon. Une partie du faisceau incident est transmis sans être dévié alors que l'autre partie du faisceau est diffractée par les plans réticulaires (hkl) de distance interréticulaire d_{hkl} en condition de Bragg si l'angle θ_i entre le faisceau incident et la famille de plans (hkl) est égal à l'angle θ_B vérifiant la loi de Bragg :

$$2 \times d_{hkl} \times \sin \theta_B = n \times \lambda \quad (6)$$

où λ est la longueur d'onde associée aux électrons. Cette partie de faisceau diffractée correspond à un faisceau parallèle formant un angle $2\theta_B$ avec le faisceau incident ainsi qu'avec le faisceau transmis. Les rayons transmis, parallèles à l'axe optique, ainsi que les rayons diffractés, convergent et forment des points dans le plan focal image de l'objectif qui constituent le cliché de diffraction de la zone sélectionnée.

La diffraction en aire sélectionnée est utilisée pour orienter les échantillons ainsi que pour contrôler les conditions de diffraction associées à la formation d'images.

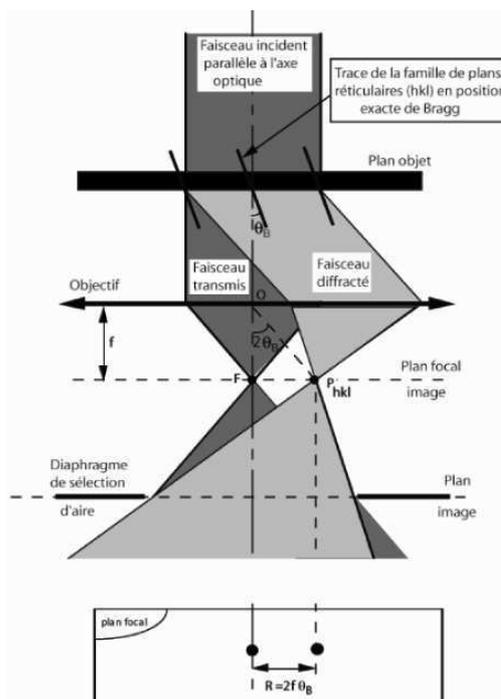


Figure II.16 : Principe d'utilisation du MET (seule la lentille objectif est représentée) en faisceau incident parallèle. La formation du cliché de diffraction et le principe de sélection d'aire sont mis en évidence.

Les clichés de diffraction en aire sélectionnée de cette étude ont été réalisés en mode précession à l'aide du module "Spinning Star" de NANOMEGAS dont est équipé le microscope CM30. Partant d'un cliché en axe de zone, le faisceau incident est basculé et tourne autour de l'axe optique. Le cliché de diffraction est donc obtenu par balayage du réseau réciproque par la sphère d'Ewald (Vincent et Midgley, 1994; Figure II.17).

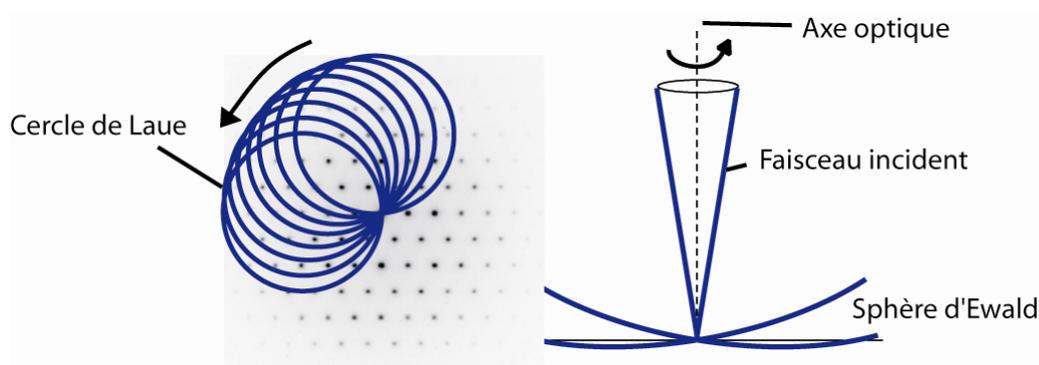


Figure II.17 : Principe de fonctionnement de la précession électronique

Il en résulte un cliché très symétrique et dont les intensités sont très proches des valeurs cinématiques (notamment par suppression de la plupart des chemins de multiples diffraction). La possibilité

d'utiliser les intensités (en plus de la mesure des angles et des d_{hkl}) s'est avérée une aide précieuse dans le dépouillement des clichés de diffraction du diopside monoclinique.

IV-1-2-2-Diffraction en faisceau convergent à grand angle (LACBED)

Le développement récent de microscopes analytiques permettant de réaliser des faisceaux électroniques de très faible taille et de forte convergence a été à l'origine de l'essor de la diffraction électronique en faisceau convergent. Dans cette technique, on utilise un faisceau incident convergent et la zone diffractante est directement déterminée par la taille de ce faisceau. Elle est généralement de l'ordre de 2 à 50 nm. Cette faible taille permet de faire diffracter des petites particules, mais surtout de ne pas avoir de variations importantes d'épaisseur et d'orientation dans la zone diffractante de l'échantillon. Dans cette configuration, le cliché de diffraction observé dans le plan focal image est constitué de disques dont le diamètre est déterminé par l'angle de convergence du faisceau. Les événements de diffraction de Bragg sur des familles de plans hkl donnent lieu à la formation de lignes à l'intérieur des disques (lignes de défaut d'électrons dans le disque transmis et d'excès d'électrons dans les disques diffractés).

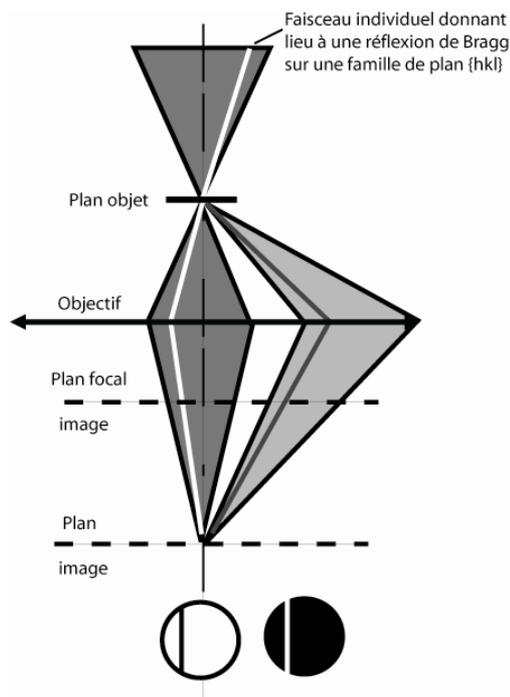


Figure II.18 : Mode d'illumination en faisceau convergent. Le cliché de diffraction est alors constitué de disques. La présence de plans $\{hkl\}$ en orientation de Bragg se traduit alors par la présence de lignes (de défaut et d'excès d'électrons) dans les disques.

L'augmentation de l'angle de convergence (qui permet d'obtenir des disques plus grands et donc d'observer plus de lignes de Bragg) trouve sa limitation lorsque les disques se chevauchent (Kossel). La technique de diffraction en faisceau convergent à grand angle (ou LACBED pour Large Angle Convergent Beam Electron Diffraction en anglais) a été développée par Tanaka, (1980), pour dépasser cette limite. En LACBED, l'échantillon est éloigné de sa position normale dans le plan objet. Il est alors possible d'isoler le

disque transmis (ou un disque diffracté) à l'aide du diaphragme de sélection d'aire. Dans cette technique défocalisée, chaque zone de l'échantillon reçoit un faisceau électronique élémentaire possédant une incidence particulière. Le cliché LACBED (Figure II.20) combine des informations en provenance de l'espace direct et de l'espace réciproque qui en font une technique particulièrement adaptée à l'étude des défauts cristallins comme nous le verrons ci-dessous.

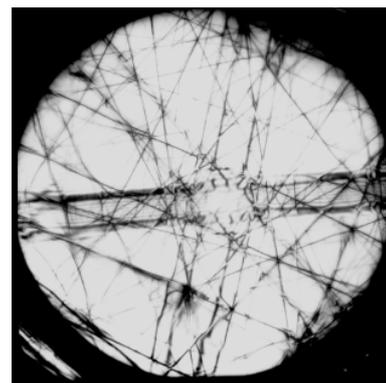
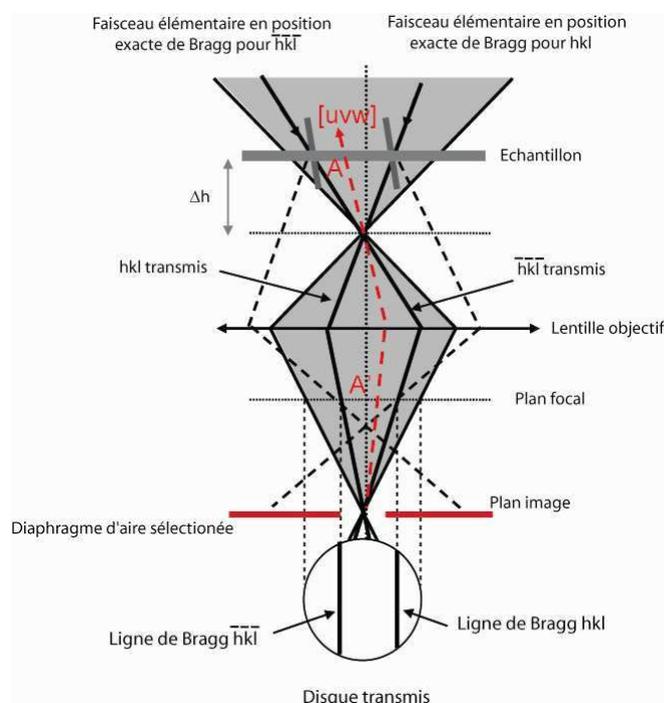


Figure II.19 : Principe de formation d'un cliché LACBED Figure II.20 : Cliché LACBED de l'axe de zone $[2\bar{3}2]$

IV-1-2-3-Le mode image en MET (contraste de diffraction)

La formation d'image est basée sur un contraste de diffraction obtenu en isolant le faisceau transmis ou diffracté à l'aide du diaphragme objectif présent dans le plan focal de la lentille objective. En général, l'échantillon est orienté de manière à ce qu'une seule famille de plans (hkl) soit en conditions de Bragg : c'est le mode dit "deux ondes". Il existe plusieurs modes de formation de l'image suivant la position du diaphragme de contraste :

- Mode champ clair : le diaphragme est placé autour du faisceau transmis. Seuls les rayons transmis contribuent à la formation de l'image. Les zones qui ne diffractent pas apparaissent en clair alors que celles qui diffractent sont plus sombres du fait de la perte d'électron dans le faisceau transmis.
- Mode champ sombre : le diaphragme est centré sur un faisceau diffracté. Seuls les rayons diffractés participent à la formation de l'image. Cette fois les zones qui diffractent apparaissent claires sur fond sombre.

- Mode faisceau faible : Ce mode permet d'affiner la résolution des images en champ sombre. L'échantillon est orienté de manière à ne considérer qu'une seule famille de plans diffractant puis à l'écarté des conditions de Bragg.

Un défaut dans un cristal tel qu'une dislocation crée une distorsion du réseau cristallin d'autant plus marquée que les plans se trouvent à proximité du cœur de la dislocation. Quand les plans se trouvent en conditions exactes de Bragg, l'image de la dislocation est large car le contraste provient d'une zone relativement grande autour du cœur de la dislocation. Si on s'écarte des conditions de Bragg, seuls les plans très distordus proche du cœur de la dislocation vont rester en conditions exactes de Bragg et vont donc donner lieu à un contraste. L'image de la dislocation est donc plus fine.

IV-1-3-La caractérisation des dislocations

Durant cette étude, nous avons caractérisé les vecteurs de Burgers des dislocations présentes dans les échantillons monocristallins de diopside déformés en utilisant trois méthodes : la première consiste à appliquer le critère d'extinction en mode image la deuxième est la diffraction en faisceau convergent à grand angle (LACBED : Large Angle Convergent Beam Electron Diffraction) et la dernière correspond à la méthode des franges d'Ishida. Ces trois méthodes sont expliquées dans la suite de ce paragraphe.

IV-1-3-1-Le critère d'extinction

Le contraste d'une dislocation provient de la distorsion du réseau cristallin qui entraîne localement une variation des conditions de Bragg. Une dislocation est caractérisée par son champ de déplacement \vec{R} qui crée un déphasage α du faisceau diffracté :

$$\alpha = 2\pi \times \vec{g} \cdot \vec{R} \quad (7)$$

avec \vec{g} le vecteur de diffraction.

Pour une dislocation vis, le champ de déplacement est parallèle au vecteur de Burgers \vec{b} . Si $n = \vec{g} \cdot \vec{b} = 0$, la dislocation n'est pas source de contraste elle est donc invisible. Ce critère permet la caractérisation de la dislocation par la détermination de \vec{b} . Pour cela deux conditions d'extinction du contraste indépendantes sont généralement nécessaires.

Dans le cas d'une dislocation coin, le champ de déplacement prend une forme plus complexe car il faut ajouter une composante perpendiculaire au vecteur de Burgers. Les conditions d'extinction sont alors :

$$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0 \text{ et } \vec{g} \cdot (\vec{b} \wedge \vec{u}) = 0$$

avec \vec{u} le vecteur unitaire représentant la direction de la ligne de dislocation.

IV-1-3-2-Caractérisation des dislocations par LACBED

Le LACBED est une technique qui permet d'obtenir des informations sur l'espace direct et sur l'espace réciproque simultanément car la zone illuminée est superposée au cliché de diffraction. Cette méthode permet donc de caractériser les défauts cristallins et notamment les vecteurs de Burgers des dislocations.

Quand une dislocation croise une ligne de Bragg, cette dernière se sépare en un système de franges caractéristique (Figure II.20). Cherns et Preston (1986) ont démontré que le nombre de frange n est directement lié au vecteur de diffraction \vec{g} et au vecteur de Burgers \vec{b} de la dislocation par la relation :

$$\vec{g} \cdot \vec{b} = n \quad (8)$$

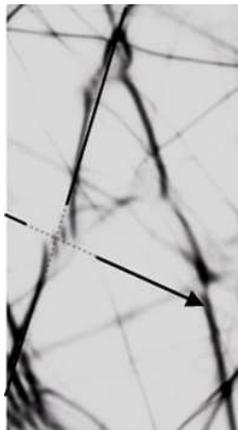


Figure II.21 : Cliché LACBED d'une dislocation coupant une ligne de Bragg de l'échantillon de diopside de l'expérience Dio12. Le vecteur de ligne est ici représenté pour matérialiser la ligne de dislocation.

Sur la figure II.21, la dislocation croise une ligne de Bragg et fait apparaître deux franges et trois interfranges. Le produit est donc : $\vec{g} \cdot \vec{b} = \pm 3$. Les règles de Cherns et Preston permettent également de déterminer le signe du produit $\vec{g} \cdot \vec{b}$ (figure II.22).

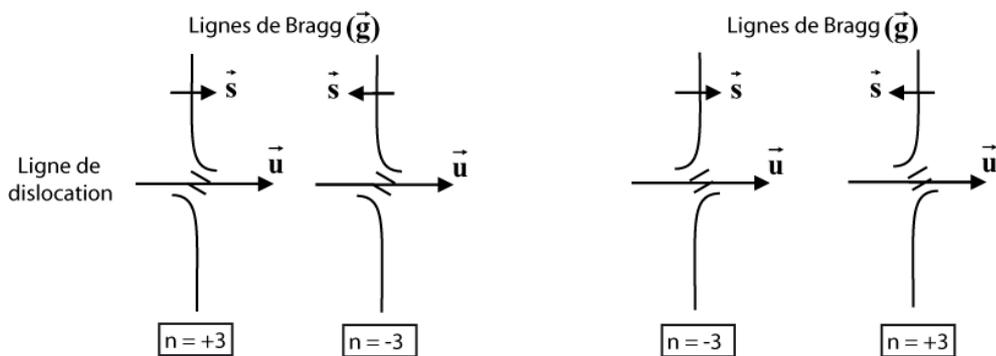


Figure II.22 : Règles de Cherns et Preston permettant de déterminer le signe du produit $\vec{g} \cdot \vec{b}$.

Pour déterminer le vecteur de Burgers d'une dislocation, celle-ci doit être placée sur au moins trois lignes de Bragg indépendantes. De cette manière chaque intersection permettant de déterminer une équation du type $\vec{g}_i \cdot \vec{b} = n_i$, le système d'au moins trois équations permet de déterminer une solution unique correspondant au vecteur de Burgers de la dislocation.

IV-1-3-3-Caractérisation des dislocations par la méthode des franges d'Ishida.

La manière dont le contraste d'une dislocation observée en faisceau faible perturbe les franges d'égale épaisseur permet d'accéder au produit $\vec{g} \cdot \vec{b}$. Cette technique proposée à l'origine pour les rayons-X (Ishida et al. 1976) a été appliquée en 1980 en microscopie électronique en transmission (Ishida et al. 1980) mais n'a donné lieu qu'à très peu d'utilisations en minéralogie (McLaren, 1991; Wiezorek et al., 1997). La méthode d'Ishida a été à nouveau utilisée récemment par N. Miyajima (communication personnelle). Pratiquement, le nombre de franges qui s'arrêtent à l'extrémité d'une dislocation permet de déterminer la valeur absolue du produit $\vec{g} \cdot \vec{b}$ (Figure II.23). Cette technique a été utilisée au cours de cette étude pour discriminer, sur certaines images, les dislocations appartenant à différents systèmes de glissement.

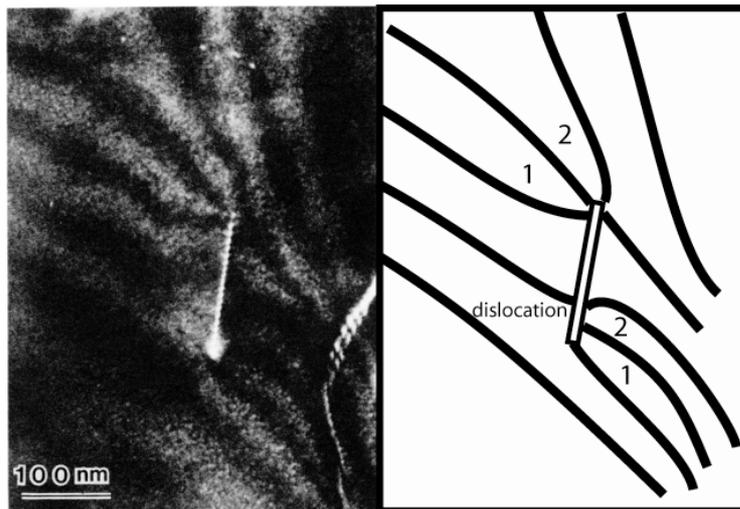


Figure II.23 : Image de MET en champ sombre faisceau faible (Weak Beam Dark Field) et schéma montrant deux franges d'égale épaisseurs s'arrêtant à chaque extrémité d'une dislocation dans l'olivine ce qui permet de déterminer $\vec{g} \cdot \vec{b} = 2$. Sur cette image $g = 062$ donc $b = [001]$. Mc Laren, 1991.

IV-2-EBSD (Electron BackScattering Diffraction)

IV-2-1-Préparation des échantillons

Après avoir récupéré le cylindre constitué du four et de l'anneau d'alumine contenant le monocristal de diopside déformé, celui-ci est enrobé sous vide dans de la résine époxy. Cet enrobage sous vide permet à la résine de remplir les fractures présentes dans l'échantillon et les rend manipulables sans prendre le risque

de les détériorer. Les cylindres sont ensuite coupés dans leur longueur, c'est à dire parallèlement à la direction de sollicitation, de manière à obtenir deux demi-cylindres. L'état de surface étant particulièrement important, les deux demi-cylindres ont été polis à Montpellier puis étudiés grâce à la technique de l'EBS.

IV-2-2-La technique de l'EBS

Les mesures d'orientations cristallographiques préférentielles sur les échantillons de diopside polycristalins déformés ont été réalisées grâce à la technique de l'EBS (Electron BackScattering Diffraction, Dingley, 1984). L'échantillon, massif, est fortement incliné (généralement autour de 70°) par rapport au faisceau incident dans le microscope électronique à balayage. Le faisceau incident focalisé sur un des grains présents en surface donne lieu à une figure de diffraction équivalente aux lignes de Kikuchi obtenues en Microscopie Electronique en Transmission (Figure II.24). Les électrons diffractés sont récoltés sur un écran luminescent placé en face de l'échantillon. L'acquisition des figures de diffraction ainsi que leur indexation est réalisée de façon automatique grâce à un logiciel d'analyse appelé Channel 5 et les figures de pôles sont tracées grâce au logiciel PFch5 en accès libre et développé par D. Mainprice (Laboratoire Géosciences Montpellier).

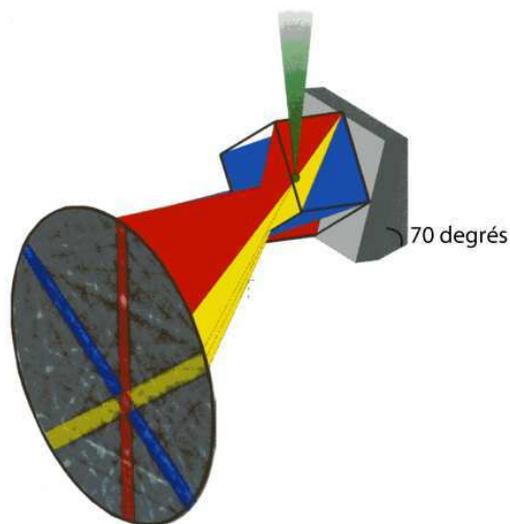


Figure II.24 : Positionnement de l'échantillon et figure de diffraction obtenue par la méthode EBSD

IV-3-Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier - FTIR (Fourier Transform Infra-Red)

IV-3-1-Préparation des échantillons

A partir des demi-cylindres (dont la méthode d'obtention a été décrite dans la partie IV-2-1), une tranche de monocristal peut être coupée perpendiculairement à la direction de compression. C'est cette

tranche qui après polissage des deux faces, est analysée en spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.

IV-3-2-Les mesures de teneur en OH

Les teneurs en groupement hydroxyle (OH⁻) dans les monocristaux de diopside avant et après déformation ont été mesurées à Lille sur un spectromètre PerkinElmer 2000 couplé à un microscope. Chaque spectre correspond à l'accumulation de cent vingt mesures avec un faisceau non polarisé de 100 μ m. Les mesures ont été réalisées sur des échantillons présentant une épaisseur comprise entre 300 et 500 μ m. La concentration en groupe hydroxyle a été déterminée en intégrant les spectres de 3680 cm^{-1} à 3300 cm^{-1} après avoir soustrait la bande liée à la présence de la résine et en utilisant la calibration de Bell et al , 1995.

Chapitre III

Résultats

I – Expériences de déformation sur monocristaux de diopside

La majeure partie de cette étude consiste en la déformation de monocristaux de diopside orientés dans trois directions cristallographiques différentes détaillées dans le paragraphe II-2-1 du Chapitre II. Ces orientations correspondent à celles dans lesquelles ont été déformés les monocristaux de diopside dans les études réalisées à basse pression par Raterron et Jaoul, 1991; Ingrin et al., 1991; Ingrin et al., 1992; Raterron, 1992; Jaoul et Raterron, 1994; Raterron et al., 1994. Ces données de déformation à basse pression ont été le point de départ de cette étude avec pour objectif d'étudier l'effet de pression sur les mécanismes de déformation en comparant directement les résultats de basse et de haute pression.

Les expériences de déformation sous pression effectuées durant ce travail ont été réalisées en D-DIA couplée au rayonnement synchrotron sur la ligne X17B2 du National Synchrotron Light Source (NSLS, BNL, NY, USA). Elles consistent en six campagnes d'expériences entre juin 2006 et mars 2008 représentant au total plus de trois cents soixante heures de temps de faisceau. Les résultats de ces expériences de déformation sous pression sont présentés dans ce chapitre par orientation cristallographique.

I-1 – Déformation de monocristaux de diopside déformés selon l'axe [010] (orientation notée [2]) pour l'activation des systèmes de glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$

I-1-1 – Traitement des données de déformation

L'orientation [2] vise à activer les systèmes de glissements $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$ avec un axe de sollicitation proche de l'axe [010] du cristal. Au cours de cette étude, cinq expériences de déformation ont été réalisées sur des monocristaux de diopside orientés selon [2]. Deux de ces expériences, Dio17 et Dio19, correspondent à une géométrie de chargement avec un monocristal unique alors que pour les trois autres expériences, Dio18, Dio21 et Dio24, deux monocristaux de diopside d'orientations différentes, dont un orienté selon [2], ont été placés dans l'assemblage. Les conditions expérimentales sont décrites dans le tableau III.1.

L'ensemble de ces expériences a été effectué à une pression d'huile, dans le vérin principal, de 50 t, ce qui correspond à ~ 8 GPa, pour des températures comprises entre 1100°C et 1400°C. Les mesures de contraintes *in situ* sont réalisées sur les polycristaux d'olivine de San Carlos et sur les pistons d'alumine.

Résultats

Nom de l'expérience	Chargement	Longueur du monocristal avant déformation (μm)	Déformation totale du monocristal (%)	Pression nominale (GPa)	Température ($^{\circ}\text{C}$)	Marqueur de contrainte
Dio17	monocristal unique	1800	30	8,0	1400 1200	Olivine de San Carlos + pistons d'alumine
Dio18	deux monocristaux	1070	23	8,8	1400 1200	Olivine de San Carlos + pistons d'alumine
Dio19	monocristal unique	1700	32	9,1	1300 1100	Olivine de San Carlos + pistons d'alumine
Dio21	deux monocristaux	1250	30	8,5	1400 1300	Olivine de San Carlos + pistons d'alumine
Dio24	deux monocristaux	1050	19	8,4	1300 1200	Olivine de San Carlos + pistons d'alumine

Tableau III.1 : Conditions expérimentales pour les monocristaux de diopside orientés selon [2].

I-1-1-1 – Mesures de la déformation

La déformation de l'échantillon est mesurée directement sur les radiographies-X de l'échantillon au cours de l'expérience (Figure III.1).

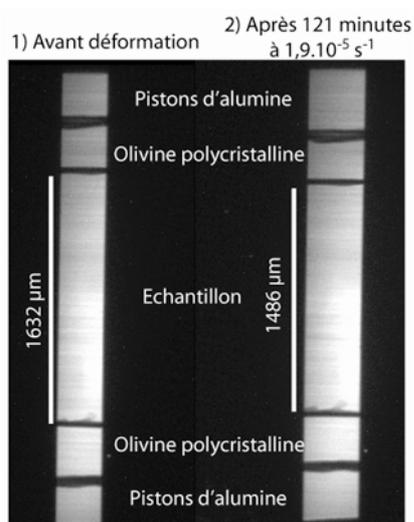


Figure III.1 – Images en radiographies-X de l'échantillon Dio19 à 50 t et 1400°C 1) avant déformation et 2) après déformation.

Les feuilles de rhénium opaques aux rayons-X servent de marqueurs de déformation. La mesure de la longueur de l'échantillon se fait grâce à un logiciel de traitement d'image et correspond sur l'image à un nombre de pixel. Cette méthode induit des incertitudes qui correspondent à des erreurs de 2 à 3 pixels sur la

mesure à chaque extrémité du monocristal. L'amplitude de ces erreurs dépend de la position bien horizontale ou légèrement oblique des feuilles de rhénium et de leur déplacement au cours de la déformation qui va rendre la limite des bords de la feuille métallique plus ou moins nette sur les radiographies. Selon la résolution de l'image, cette erreur de 4 à 6 pixels se traduit par une erreur de 4 à 12 microns sur la mesure totale de la longueur de l'échantillon. Cette incertitude sur la mesure est inférieure à 1,5% de la longueur totale du monocristal. Cette méthode de mesure de la déformation est identique quelle que soit l'orientation des monocristaux déformés, et ne sera donc pas reprécisée dans la présentation des résultats obtenus pour les monocristaux déformés dans les autres orientations cristallographiques. La déformation totale de l'échantillon est calculée à partir de l'équation suivante :

$$\varepsilon (\%) = \ln\left(\frac{L_0}{L}\right) \times 100 \quad (9)$$

avec L_0 : la longueur totale de l'échantillon avant déformation et L : la longueur de l'échantillon à un temps t donné. Une courbe de déformation totale calculée en fonction du temps est représentée sur la figure III.2. Elle correspond à l'expérience Dio19 et est représentative des courbes de déformation en fonction du temps obtenues pour les expériences réalisées sur les monocristaux de diopside orientés selon [2]. L'ensemble des courbes de déformation pour les autres monocristaux sont disponibles en annexe III.

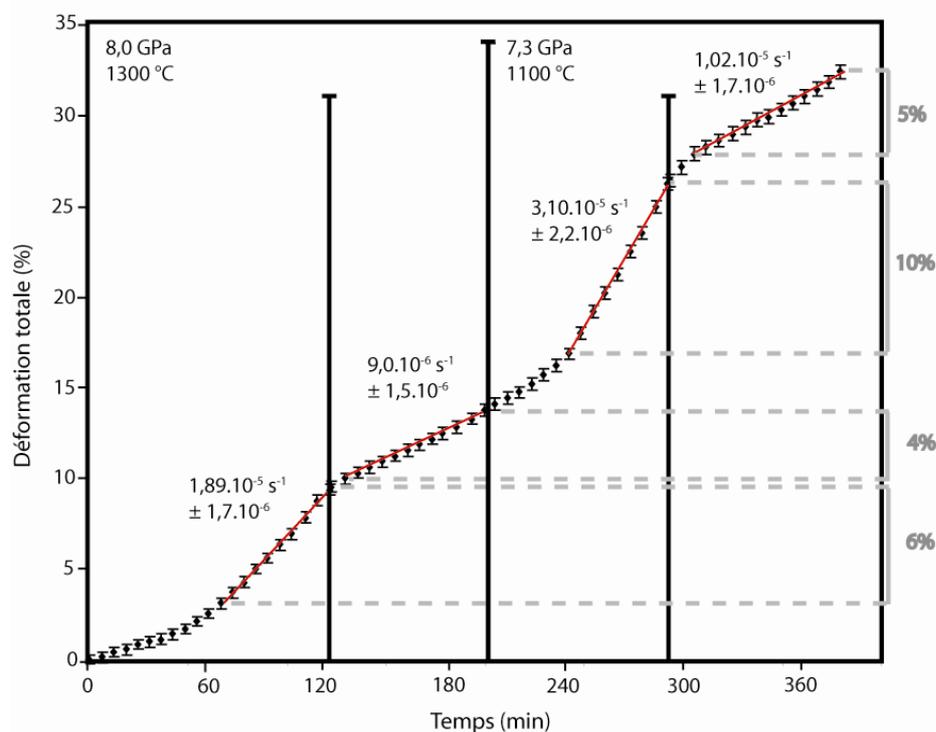


Figure III.2 : Déformation totale du monocristal de diopside Dio19 en fonction du temps. Les valeurs en pourcent sur la droite du graphe correspondent à la déformation effectuée pour chaque vitesse de déformation à partir de l'obtention d'un régime de déformation stationnaire.

Les expériences visent à atteindre un régime stationnaire qui se traduit par une valeur de contrainte constante en fonction du temps et de la déformation. N'ayant pas la possibilité de vérifier la valeur de contrainte au cours de la déformation, les expériences sont réalisées à vitesse de déformation constante. Le traitement ultérieur des données de diffraction permet de déterminer si le régime de déformation est stationnaire. Pour favoriser la déformation en régime stationnaire, nous avons choisi de fixer la valeur minimale du pourcentage de déformation à 3% pour chaque vitesse de déformation constante et ce pour la totalité des expériences réalisées durant cette étude.

Pour les expériences effectuées sur les monocristaux de diopside orientés selon [2], les pourcentages de déformation totale de l'échantillon pour chacune des vitesses de déformation sont rassemblés dans le tableau III.2. Pour un doublet température-pression deux vitesses de déformation distinctes ont été réalisées dans chaque expérience.

Nom de l'expérience	Pression nominale (GPa)	Température (°C)	Vitesse de déformation ($10^{-6} s^{-1}$)	Incertitude sur la vitesse de déformation ($10^{-6} s^{-1}$)	Déformation par vitesse de déformation (%)
Dio17	8,0	1400	15,4	1,5	5,0
			8,7	1,5	3,2
		1200	31,4	1,6	11,8
			11,9	1,6	5,0
Dio18	8,8	1400	14,2	2,2	5,8
			6,1	1,7	3,4
		1200	16,3	2,0	8,2
			7,1	2,1	3,6
Dio19	9,1	1300	18,9	1,7	6,3
			9,0	1,5	3,7
		1100	31,0	2,2	9,3
			10,2	1,7	4,5
Dio21	8,5	1400	21,2	1,5	6,5
			12,5	1,2	5,5
		1300	30,1	1,7	10,2
Dio24	8,4	1300	12,7	1,1	5,6
			7,4	1,0	4,3
		1200	14,0	1,1	6,6

Tableau III.2 : Vitesses de déformation et pourcentages de déformation correspondant des monocristaux déformés dans l'orientation [2].

I-1-1-2 – Calculs des valeurs de contraintes et de pression

Pour l'ensemble des expériences de déformation, la pression ainsi que la contrainte différentielle sont déduites de la variation des distances inter-réticulaires des matériaux présents dans l'assemblage (Singh et al., 1998; Chen et al., 2004, voir partie III-3 du Chapitre II). Pour les expériences réalisées sur les monocristaux de diopside orientés selon [2], les mesures sont effectuées dans les pistons d'alumine du haut et du bas ainsi que dans le(s) polycristal(aux) d'olivine de San Carlos. Ces mesures multiples sur les matériaux encadrant l'échantillon permettent de faire apparaître d'éventuels gradients de pression et/ou de contrainte au sein de l'assemblage. Cet aspect sera discuté en détail dans le Chapitre IV de ce document.

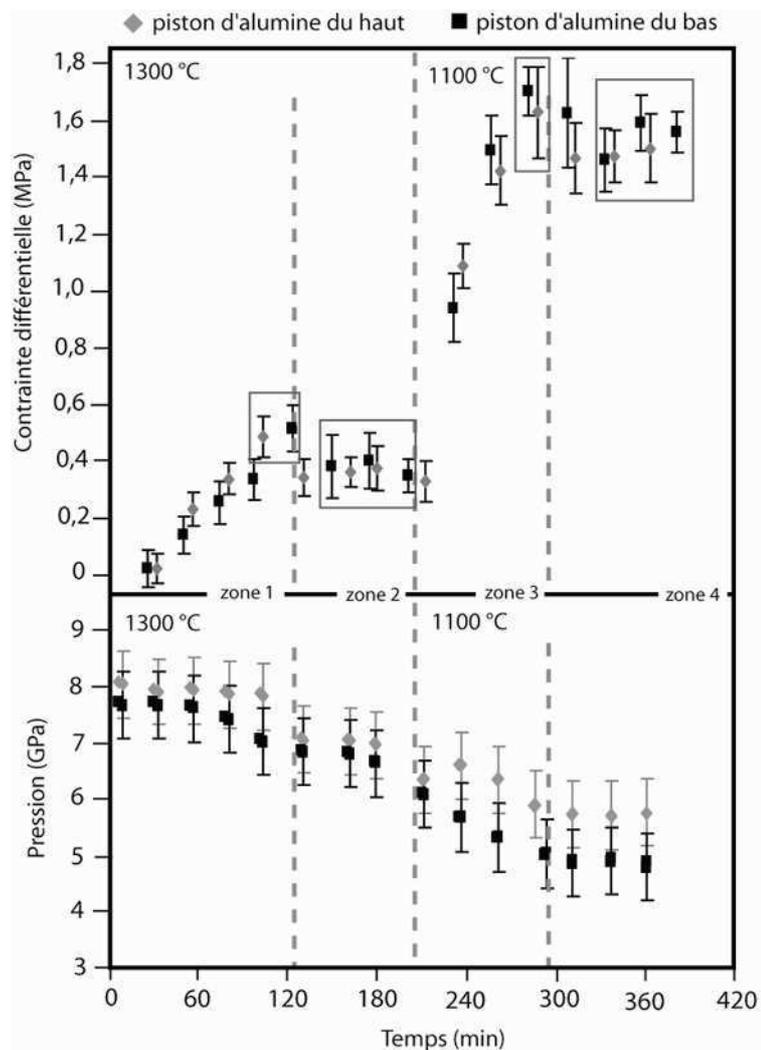


Figure III.3 : Pression et contrainte différentielle calculées à partir des distances inter-réticulaires pour les pistons d'alumine dans l'expérience Dio19. Les carrés noirs sont les valeurs calculées pour le piston d'alumine du bas de l'assemblage et les losanges gris pour celui du haut. Les lignes verticales en pointillés représentent le changement de vitesse d'avancée des vérins différentiels et/ou de température.

Les valeurs de contraintes différentielles et de pressions sont tout d'abord traitées de manière indépendante en fonction du matériau. Sur la figure III.3 sont représentées les valeurs de pression et de contraintes différentielles calculées à partir des distances inter-réticulaires de l'alumine constituant les pistons. Les lignes verticales en pointillés mettent en évidence les changements des vitesses d'injection d'huile dans les vérins différentiels, responsables du changement de vitesse de déformation de l'échantillon.

Chaque point (carrés et losanges), représentant une valeur de contrainte différentielle, correspond à la moyenne des contraintes enregistrées pour chaque famille de plans cristallographiques du matériau correspondant comme détaillé dans la partie III.3.2 du Chapitre II. Pour une température, une pression et une vitesse de déformation constantes, la valeur de la contrainte pour l'alumine est déterminée en calculant la moyenne des valeurs de contraintes différentielles obtenues dans ces conditions pour les pistons du haut et du bas. Les points utilisés pour calculer la valeur de contrainte différentielle moyenne pour l'alumine, entourés de rectangles gris sur la figure III.3, doivent correspondre à une valeur de contrainte constante en fonction du temps. Sur la figure III.3 on remarque une augmentation de contrainte dans la zone 3. C'est la raison pour laquelle toutes les mesures de contraintes différentielles n'ont pas été utilisées pour calculer la valeur moyenne de la contrainte différentielle dans ces conditions de déformation.

La pression moyenne dans l'alumine, à température, vitesse de déformation et contrainte constantes, correspond à la moyenne des valeurs de pressions associées aux valeurs de contraintes utilisées pour le calcul de la contrainte différentielle moyenne. Les incertitudes sur la pression sont la conséquence des incertitudes sur la mesure de la température détaillées dans la partie I-1-1-3 de ce chapitre.

Il est possible de représenter, pour la même expérience de déformation Dio19, les valeurs de pression et de contraintes différentielles calculées à partir des distances inter-réticulaires de l'olivine de San Carlos constituant les polycristaux au voisinage du monocristal de diopside (Figure III.4). Tout comme dans la figure III.3, les points (carrés et losanges) sur la figure III.4, représentent une valeur de contrainte différentielles qui correspond à la moyenne des contraintes enregistrées pour chaque famille de plans cristallographiques. La méthode d'obtention d'une valeur de contrainte différentielle moyenne et de pression moyenne pour l'olivine, à une température et une vitesse de déformation constantes, est identique à celle utilisée pour les pistons d'alumine et décrite dans le paragraphe ci-dessus.

Dans certains cas comme représenté dans la zone 4 de la figure III.4, les valeurs de contraintes enregistrées par les deux polycristaux, dans ce cas d'olivine de San Carlos, sont significativement différentes. Il apparaît ici un gradient de contrainte au sein de l'assemblage. Les valeurs de contraintes différentielles pour le polycristal d'olivine du bas semblent également très différentes de celle calculées à partir des pistons d'alumine, c'est la raison pour laquelle seules les valeurs de contrainte différentielle déterminées pour le polycristal d'olivine du haut ont été utilisées pour le calcul de la contrainte différentielle moyenne dans les conditions expérimentales de la zone 4.

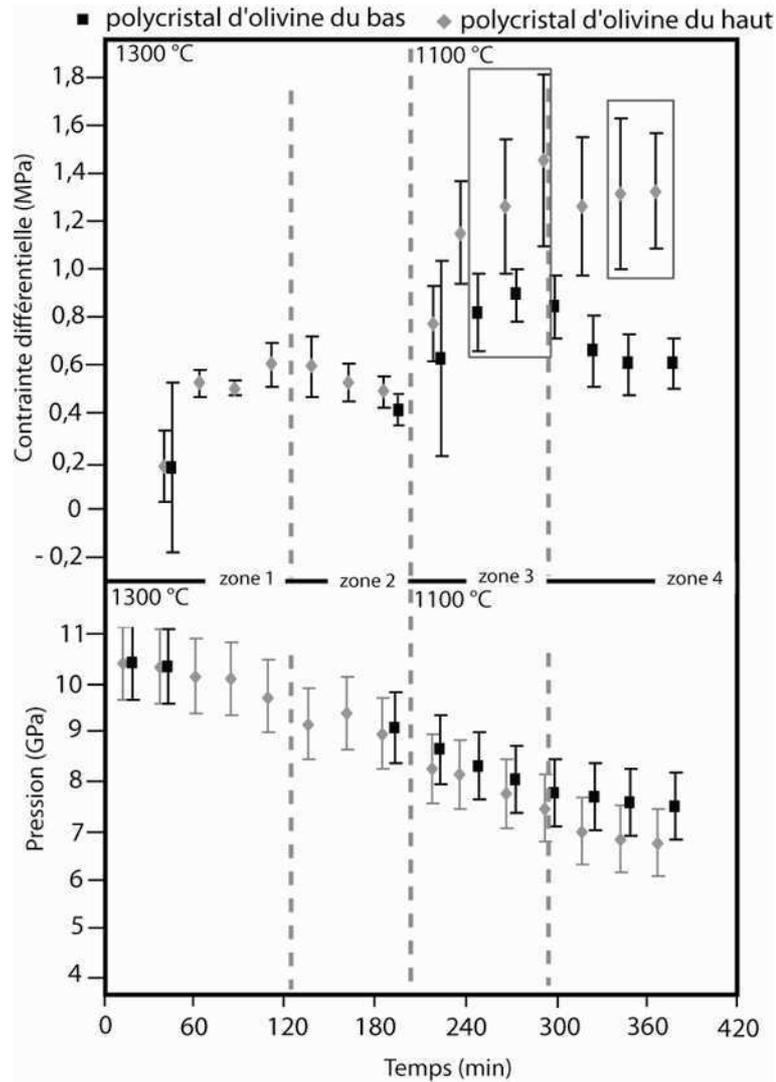


Figure III.4 : Pression et contrainte différentielle calculées à partir des distances inter-réticulaires pour les polycristaux d'olivine de San Carlos dans l'expérience Dio19. Les carrés noirs sont les valeurs calculées pour la poudre d'olivine directement au dessous du monocristal et les losanges gris pour la poudre d'olivine du dessus. Les lignes verticales en pointillés représentent le changement de vitesse d'avancée des vérins différentiels et/ou de température.

Cette étape de traitement permet donc d'associer à un doublet température-vitesse de déformation, une valeur moyenne de contrainte différentielle et la pression moyenne correspondante pour chacun des matériaux présents dans l'assemblage, alumine et olivine de San Carlos dans le cas des expériences de déformation sur monocristaux de diopside orientés selon [2]. Une fois ces deux valeurs calculées, une pour les deux pistons d'alumine et une pour les deux polycristaux d'olivine de San Carlos, il est nécessaire d'en déduire une valeur unique de pression et de contrainte représentant les conditions auxquelles sont soumises le monocristal de diopside au centre de l'assemblage. Pour cela, à chacune de ces deux valeurs de contraintes différentielles et leurs incertitudes va correspondre un intervalle de contrainte possible pour ce matériau. Les valeurs pour lesquelles les intervalles de contraintes possibles pour l'olivine et pour l'alumine se recoupent

correspondent aux valeurs de contrainte différentielle finale et caractérisent la contrainte à laquelle est soumis le monocristal. Dans le cas où les gammes de contraintes possibles pour les matériaux présents dans l'assemblage ne se recoupent pas, les deux valeurs sont conservées mais utilisées avec précaution. Ce sont ces valeurs finales de contraintes, correspondant à une pression, une température et une vitesse de déformation constantes, pour l'ensemble des expériences de déformation sur monocristaux de diopside orientés selon [2], qui sont présentées dans le tableau III .3.

Nom de l'expérience	Points expérimentaux	Pression (GPa)	Température (°C)	Vitesse de déformation ($10^{-6} s^{-1}$)	Contrainte (MPa)
Dio17 monocristal unique	17-1	$7,8 \pm 0,4$	1400 ± 100	$15,4 \pm 1,5$	333 ± 74^a
	17-2	$7,6 \pm 0,4$	1400 ± 100	$8,7 \pm 1,5$	290 ± 100^a
	17-3	$6,4 \pm 0,6$	1200 ± 100	$11,9 \pm 1,6$	505 ± 100^a
Dio18 deux monocristaux	18-1	$8,8 \pm 0,1$	1400 ± 100	$14,2 \pm 2,2$	236 ± 100^{ab}
	18-2	$7,9 \pm 0,3$	1400 ± 100	$6,1 \pm 1,7$	210 ± 48^{ab}
	18-3	$7,0 \pm 0,2$	1200 ± 100	$16,3 \pm 2,0$	928 ± 35^{ab}
	18-4	$6,9 \pm 0,1$	1200 ± 100	$7,1 \pm 2,1$	864 ± 52^a
	18-5	$6,4 \pm 0,1$	1200 ± 100	$7,1 \pm 2,1$	499 ± 65^b
Dio19 monocristal unique	19-1	$7,5 \pm 0,6$	1300 ± 100	$18,9 \pm 1,7$	500 ± 80^a
	19-2	$6,9 \pm 0,2$	1300 ± 100	$9,0 \pm 1,5$	373 ± 80^a
	19-3	$7,3 \pm 1,0$	1100 ± 100	$31,0 \pm 2,2$	1660 ± 140^{ab}
	19-4	$6,3 \pm 1,0$	1100 ± 100	$10,2 \pm 1,7$	1606 ± 230^{ab}
Dio21 deux monocristaux	21-1	$8,0 \pm 1,1$	1400 ± 100	$21,2 \pm 1,5$	282 ± 46^{ab}
	21-2	$7,3 \pm 0,8$	1400 ± 100	$12,5 \pm 1,2$	276 ± 75^{ab}
Dio24 deux monocristaux	24-1	$8,0 \pm 0,7$	1300 ± 100	$12,7 \pm 1,1$	354 ± 82^{ab}
	24-2	$8,2 \pm 0,3$	1300 ± 100	$7,4 \pm 1,0$	252 ± 66^{ab}

Tableau III.3 : Données mécaniques pour l'ensemble des expériences effectuées sur monocristaux de diopside orientés selon [2].^a les pistons d'alumine sont les marqueurs de contrainte, ^b les polycristaux d'olivine de San Carlos sont les marqueurs de contrainte.

I-1-1-3 – Incertitudes sur la température

Pour les expériences réalisées durant cette étude, la mesure de la température est réalisée grâce à deux thermocouples latéraux centrés verticalement sur l'échantillon. Ils permettent d'obtenir une mesure de la température pendant le chauffage après la compression à froid et de déterminer une courbe de calibration de la température en fonction de la puissance injectée pour chaque expérience (Chapitre II partie II-2-2). Ces courbes de calibration diffèrent au sein d'une même expérience ou d'une expérience à l'autre pour plusieurs raisons. Tout d'abord, les thermocouples sont placés manuellement dans l'assemblage ce qui induit une distance variable à l'échantillon. Cette légère variation de positionnement d'un thermocouple par rapport au second dans la même expérience induit une différence dans la mesure de température pouvant atteindre 140°C pour une puissance injectée de 300 W comme c'est le cas pour les thermocouples de l'expérience Dio12 représentés sur la figure II.15 du Chapitre II. Cette différence dans la distance des thermocouples à l'échantillon peut induire les mêmes variations de lecture de température d'une expérience à l'autre. Ensuite, la géométrie des assemblages utilisés peut également produire des différences sur les courbes de calibration température-puissance. Durant ce travail, la géométrie des assemblages a été légèrement modifiée à partir des expériences Dio17 et suivantes. Sur la figure II.15 du chapitre II, les trois courbes de calibration obtenues pour Dio17, Dio21 et Dio24 avec l'assemblage modifié se situent en-dessous des courbes de calibration obtenues pour Dio06, Dio12Tc1 et Dio12Tc2. Il n'est pas possible de déterminer une mesure précise de l'effet du changement de géométrie de l'assemblage sur la température car, comme détaillé au début de ce paragraphe, la position des thermocouples doit également être prise en compte.

Pendant la déformation, les thermocouples cassent et ne permettent donc plus d'obtenir une mesure de la température et ce pour la totalité des expériences réalisées durant ce travail. N'ayant pas de mesure de température pendant la déformation il nous est donc impossible d'observer les variations de température en fonction de la puissance injectée c'est à dire en fonction de la déformation de l'assemblage contenant le four. Cet effet a été estimé à partir de mesures obtenues pour des expériences de déformation réalisées avec un cube de 8mm de côté en D-DIA au Bayerisches Geoinstitut (Cordier P., communication personnelle). Pour une déformation totale de 30%, il est nécessaire d'augmenter la puissance injectée de 30W pour maintenir la température constante à 1400°C. Le fait de ne pas compenser la perte de puissance du four pendant les expériences de déformation de cette étude engendre une erreur sur la température pouvant atteindre au maximum 130°C pour une température initiale de 1400°C.

De plus il existe au sein de l'assemblage un gradient de température vertical et horizontal pour lesquels il n'existe aujourd'hui aucune quantification.

L'ensemble des phénomènes détaillés ci-dessus engendre une température réelle au sein de l'assemblage différente de la température attendue. L'impossibilité de mesurer directement cette température nous a conduit à estimer l'incertitude sur nos valeurs de température à $\pm 100^\circ\text{C}$ et ce pour l'ensemble des expériences de déformation réalisées durant cette étude.

I-1-2 – Détermination de la loi rhéologique à haute pression

Une étude détaillée portant sur la déformation de monocristaux de diopside orientés a été réalisée par Raterron et Jaoul, 1991; Ingrin et al., 1991; Ingrin et al., 1992; Raterron, 1992; Jaoul et Raterron, 1994; Raterron et al., 1994. Elle a permis d'établir la loi rhéologique pour des monocristaux de diopside orientés selon [2] à pression ambiante (Raterron et Jaoul, 1991). Dans la suite de ce document, nous présenterons la méthode utilisée pour comparer les données mécaniques obtenues à basse et haute pressions et déterminer une loi rhéologique décrivant les résultats expérimentaux obtenus à haute pression dans l'orientation [2].

I-1-2-1 - Le volume d'activation (V^*)

La loi rhéologique déterminée à pression ambiante, pour des températures comprises entre 1000°C et 1130°C et pour les monocristaux de diopside orientés selon [2] est de la forme d'une loi de puissance et s'exprime de la manière suivante :

$$\dot{\epsilon} = A \sigma^n \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (10)$$

avec $\dot{\epsilon}$: vitesse de déformation en s^{-1} , A : facteur préexponentiel en $MPa^{-n}s^{-1}$, σ : la contrainte différentielle en MPa, n : exposant de contrainte, Q : énergie d'activation en kJ/mol, R : constante des gaz parfaits en kJ/mol.K et T : température en K.

$$\ln A = -7,8 \pm 2,4$$

$$n = 6,5 \pm 0,4$$

$$Q = 4,42.10^5 \pm 2,90.10^4 \quad \text{Raterron et Jaoul, (1991)}$$

A haute pression la loi de puissance doit prendre en compte l'effet de pression et devient :

$$\dot{\epsilon} = A \sigma^n \exp\left(\frac{-Q + PV^*}{RT}\right) \quad (11)$$

avec P : pression en GPa et V^* : volume d'activation en cm^3/mol

Grâce à cette loi rhéologique déterminée à basse pression pour l'orientation [2] il est possible, pour chaque point expérimental obtenu à haute pression et dans des conditions de température et de contrainte données, de recalculer la valeur de la vitesse de déformation à laquelle l'échantillon se serait déformé dans les mêmes conditions de température et de contrainte que le point expérimental.

Sur les figures III.5.a, b et c est représenté le logarithme de la vitesse de déformation en fonction de P/RT. Chaque point expérimental correspond à une valeur de pression, de température, de contrainte et de vitesse de déformation. L'ensemble des seize points expérimentaux déterminés pour les monocristaux de diopside déformés dans l'orientation [2] et leurs incertitudes sont représentés sur la figure III.5-a. Les vitesses de déformation calculées à pression ambiante grâce à la loi rhéologique de basse pression et ce pour la même valeur de contrainte et de température que le point expérimental correspondant sont représentées sur

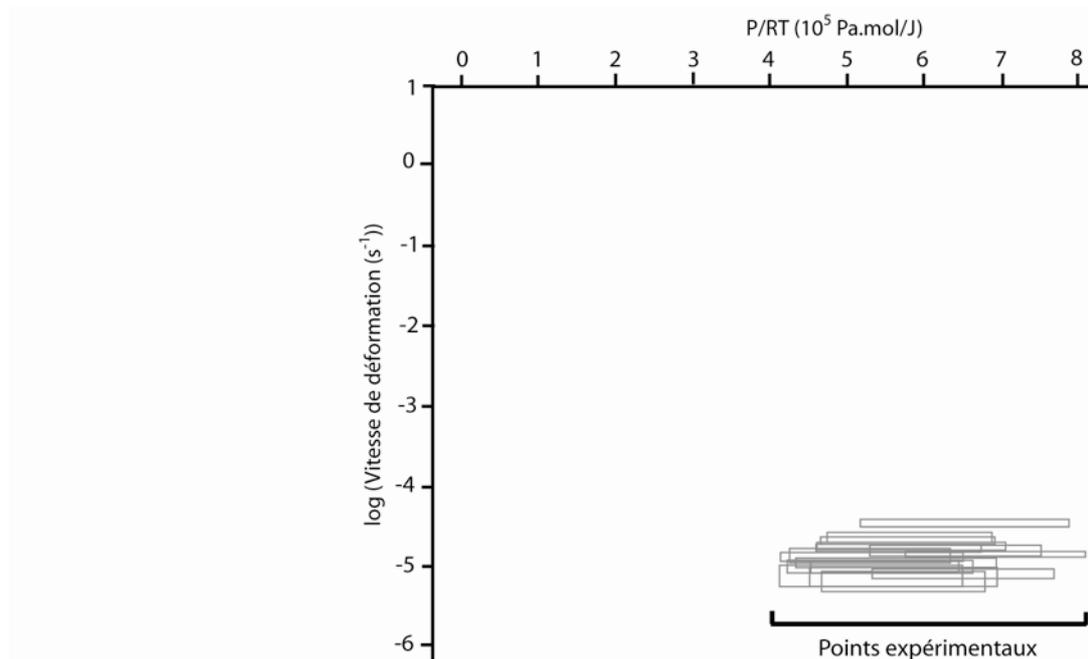
la figure III.5-b. Ce calcul est réalisé à partir des valeurs moyennes des paramètres déterminés dans les expériences de basse pression soit : $\ln(A) = -7,8$, $n = 6,5$ et $Q = 4,42 \cdot 10^5$ kJ/mol.

A chaque point expérimental à haute pression correspondent deux points recalculés à basse pression ; le premier représentant la valeur de contrainte minimale obtenue pour le point expérimental et le second la valeur de contrainte maximale. L'écart entre ces deux points calculés à basse pression correspond donc à l'effet de l'incertitude sur la contrainte déterminée à haute pression sur la vitesse de déformation recalculée à basse pression. Chaque point expérimental à haute pression est ensuite relié à chacun de ses points recalculés à basse pression (figure III.5-c). La pente de ces droites décrit l'effet de pression représenté dans la loi rhéologique par le volume d'activation V^* . Les seize points expérimentaux donnent lieu à trente deux valeurs pour le volume d'activation. La valeur du volume d'activation et son incertitude sont déterminés à partir d'une moyenne pondérée en utilisant l'équation suivante :

$$V^* = \frac{\sum_i \omega_i \times V_i^*}{\sum_i \omega_i} \quad (12)$$

avec $V_i^* = (V_{i_{\max}}^* + V_{i_{\min}}^*) / 2$, $\omega_i = 1 / (\delta V_i^*)^2$ avec δV_i^* l'incertitude correspondant à $(V_{i_{\max}}^* - V_{i_{\min}}^*) / 2$.

a



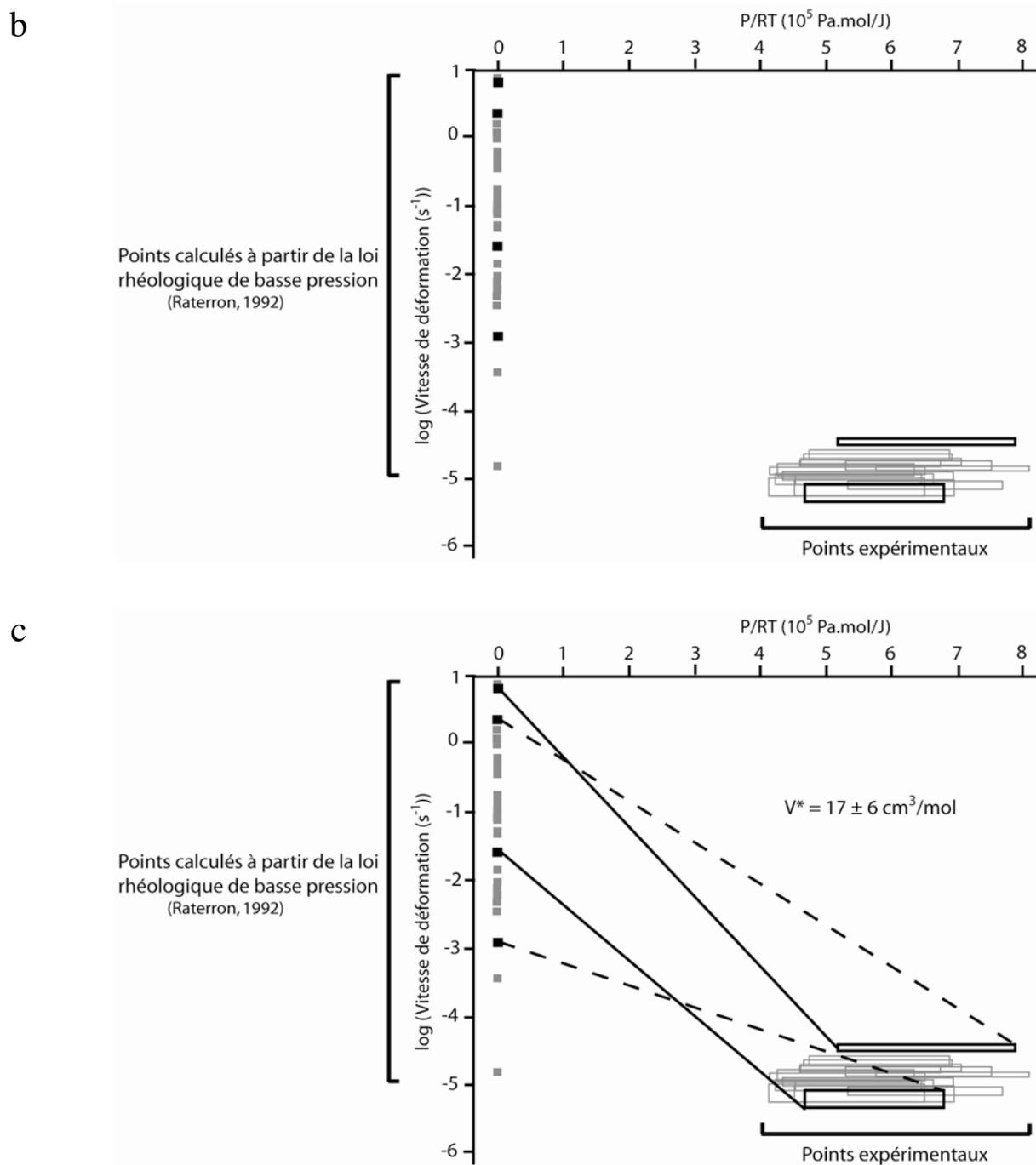


Figure III.5 : Calcul du volume d'activation V^* pour les expériences sur les monocristaux de diopside déformés dans l'orientation [2] avec a) points expérimentaux haute pression, b) points recalculés à partir des données expérimentales à basse pression grâce à la loi rhéologique et c) calcul de l'effet de pression représenté par le volume d'activation dans la loi rhéologique de haute pression.

Pour les monocristaux de diopside déformés dans l'orientation [2], le volume d'activation calculé à partir des données mécaniques obtenues à haute pression est de $17 \pm 6 \text{ cm}^3/\text{mol}$. Cette valeur du volume d'activation a été obtenue à partir des valeurs moyennes des paramètres $\ln(A)$, Q et n de la loi rhéologique déterminée à basse pression. La variation d'un de ces paramètres entraîne une variation de la valeur moyenne

du volume d'activation. Pour les calculs effectués avec les valeurs moyennes du facteur préexponentiel $\ln(A) = -7,8$ et de l'exposant de contrainte $n = 6,5$ et la valeur maximale de l'énergie d'activation $Q = 4,71.10^5$ kJ/mol, le volume d'activation obtenu est de 13 ± 5 cm³/mol. Pour les valeurs moyennes du terme préexponentiel $\ln(A) = -7,8$ et de l'énergie d'activation $Q = 4,42.10^5$ kJ/mol et la valeur maximale de l'exposant de contrainte $n = 6,9$, le volume d'activation est de 21 ± 7 cm³/mol.

Dans la suite de cette étude, l'ensemble des calculs ont été réalisés en conservant la valeur du volume d'activation de 17 ± 6 cm³/mol, correspondant à celle obtenue pour les valeurs moyennes des paramètres de la loi rhéologique de basse pression.

I-1-2-2 – L'exposant de contrainte n

Pour les données de haute pression il n'a pas été possible de déterminer une valeur pour l'exposant de contrainte dû à l'incertitude trop grande sur la valeur de contrainte calculée et la faible amplitude de variation de ce paramètre. Dans la suite de cette étude nous avons donc choisi d'utiliser la valeur moyenne arrondie $n = 6,5$ déterminée à partir des données rhéologiques à pression ambiante.

I-1-2-3 – L'énergie d'activation Q et le terme préexponentiel $\ln(A)$.

Une fois calculée une valeur de volume d'activation de 17 ± 6 cm³/mol, et en conservant la valeur de l'exposant de contrainte $n = 6,5$ déterminée avec les données expérimentales de basse pression, il est possible de comparer entre elles la totalité des données rhéologiques de haute pression obtenues pour l'orientation [2] en les normalisant à la même valeur de contrainte et de pression. La figure III.6 représente la vitesse de déformation en fonction de $1/RT$ pour l'ensemble des données de haute pression normalisées à une pression de 6 GPa et à une contrainte de 300 MPa. Chaque rectangle plein correspond à un point expérimental normalisé à 300 MPa de contrainte et à 6 GPa de pression hydrostatique et le rectangle associé en trait pointillé représentent son incertitude liée à la contrainte, à la vitesse de déformation et à la température. La droite en trait plein rouge est la régression linéaire de ces points expérimentaux obtenus à haute pression et celles en traits pointillés représente l'effet d'une incertitude de 0,5 GPa sur la valeur de pression hydrostatique déterminée expérimentalement. Enfin, la droite en noir à été déterminée avec les paramètres Q , $\ln(A)$ et n de la loi rhéologique de Raterron, (1992) et la valeur de V^* déterminée dans cette étude.

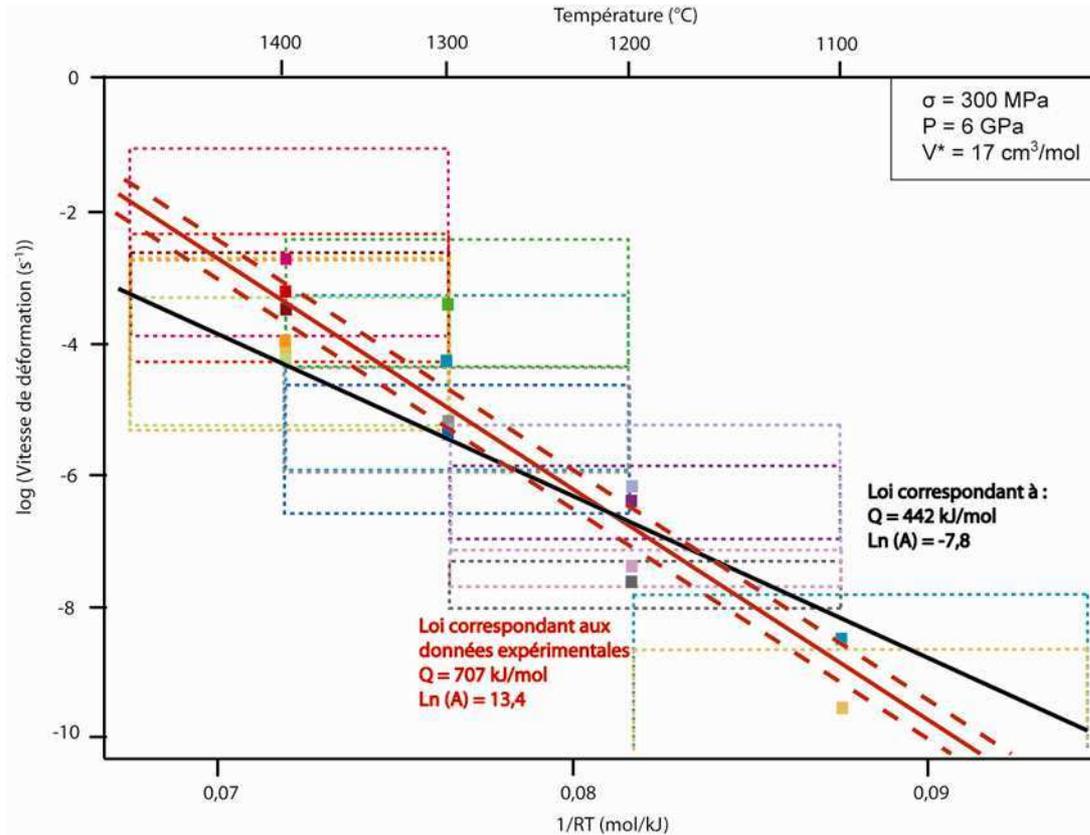


Figure III.6 : Données rhéologiques obtenues à haute pression pour les monocristaux de diopside déformés dans l'orientation [2], normalisées à une pression de 6 GPa avec la valeur moyenne de V^* et une contrainte de 300 MPa. La droite en noir correspond à la loi déterminée à partir des paramètres Q et $\ln(A)$ de basse pression. La droite en rouge en trait plein représente la loi rhéologique déterminée à haute pression et celles en pointillés montrent l'effet d'une incertitude de 0,5 GPa sur la valeur de pression hydrostatique calculée.

Pour définir les valeurs minimum et maximum de l'énergie d'activation correspondant à ces données expérimentales, il est nécessaire de déterminer la pente minimale et maximale de la loi rhéologique de haute pression de manière à ce que ces droites passent toujours par la totalité des points expérimentaux. Sur la figure III.7 sont représentés les points expérimentaux obtenus pour les monocristaux déformés dans l'orientation [2] normalisés à une pression de 6 GPa et une contrainte de 300 MPa avec la valeur moyenne du volume d'activation de $17 \text{ cm}^3/\text{mol}$. Il faut noter que pour cinq points expérimentaux, en traits pointillés sur la figure III.7, les incertitudes minimales ne sont représentées. En effet pour ces données, l'incertitude importante sur le calcul de la pression hydrostatique implique une incertitude sur la vitesse de déformation recalculée à 300 MPa de contrainte plus grande que la valeur de la vitesse de déformation elle-même. Cela a pour conséquence une valeur finale inférieure à zéro, non représentable sur une échelle logarithmique. Ces points expérimentaux ne jouent donc pas le rôle de borne pour déterminer la valeur maximale de l'énergie d'activation. Cet effet, ajouté à l'incertitude sur la température, nous empêche de déterminer la droite représentant la valeur maximale de l'énergie d'activation qui, au vu des données expérimentales

représentées, sera verticale. Le domaine entre la valeur minimale et la valeur moyenne de l'énergie d'activation est représenté en rose sur la figure III.7.

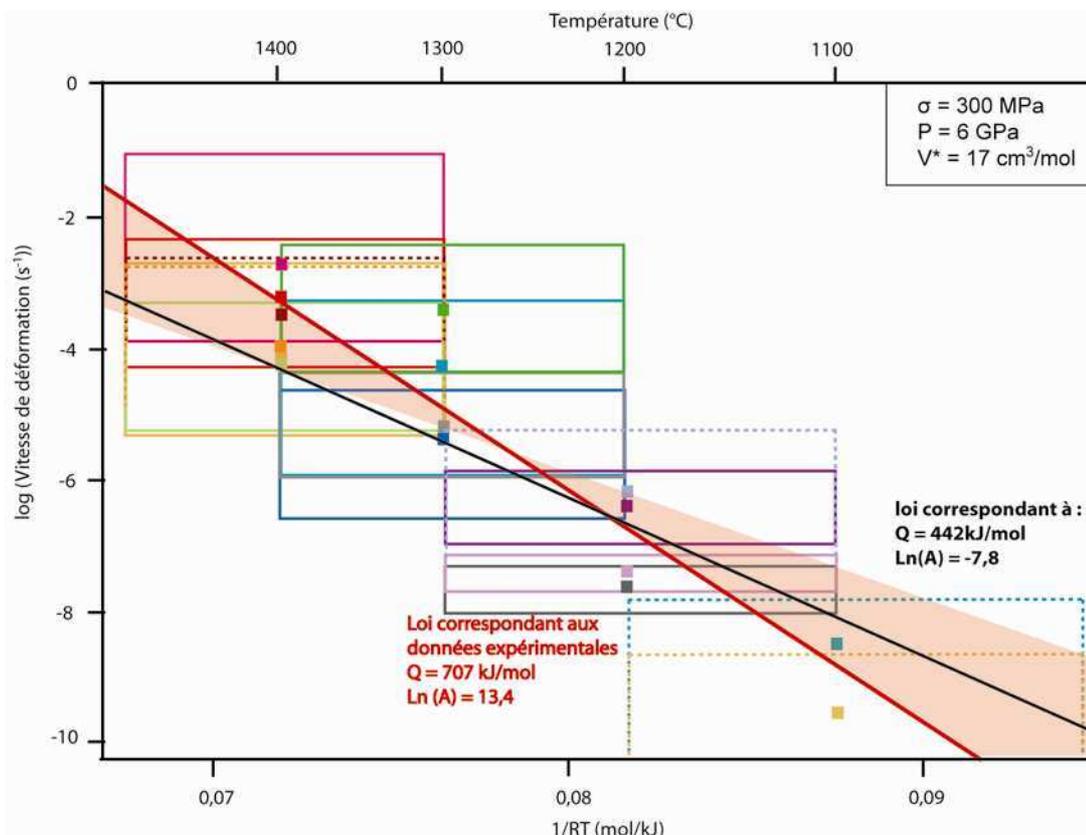


Figure III.7 : Domaines de valeurs possibles de l'énergie d'activation pour les données rhéologiques obtenues à haute pression pour les monocristaux de diopside orientés [2].

I-1-2-4-Variations de Q et Ln(A) en fonction de la valeur du volume d'activation

Jusqu'à présent, les calculs effectués pour déterminer les valeurs des paramètres Q et Ln(A) de la loi rhéologique de haute pression l'ont été en utilisant la valeur moyenne du volume d'activation. Or ce paramètre a été déterminé avec une incertitude de 6 cm³/mol ce qui autorise des valeurs entre 11 et 23 cm³/mol. En utilisant la même méthode que celle décrite dans le paragraphe I-1-2-3 de ce chapitre, c'est à dire en conservant la valeur de l'exposant de contrainte n = 6,5 déterminé grâce aux données de basse pression et en utilisant l'une ou l'autre des valeurs extrêmes du volume d'activation, il est possible de quantifier l'effet de cette incertitude sur les valeurs de Q et Ln(A). Les résultats obtenus en effectuant les calculs de l'énergie d'activation et du terme préexponentiel en utilisant ces valeurs maximale et minimale de V* sont présentées sur les figures III.8 a et b.

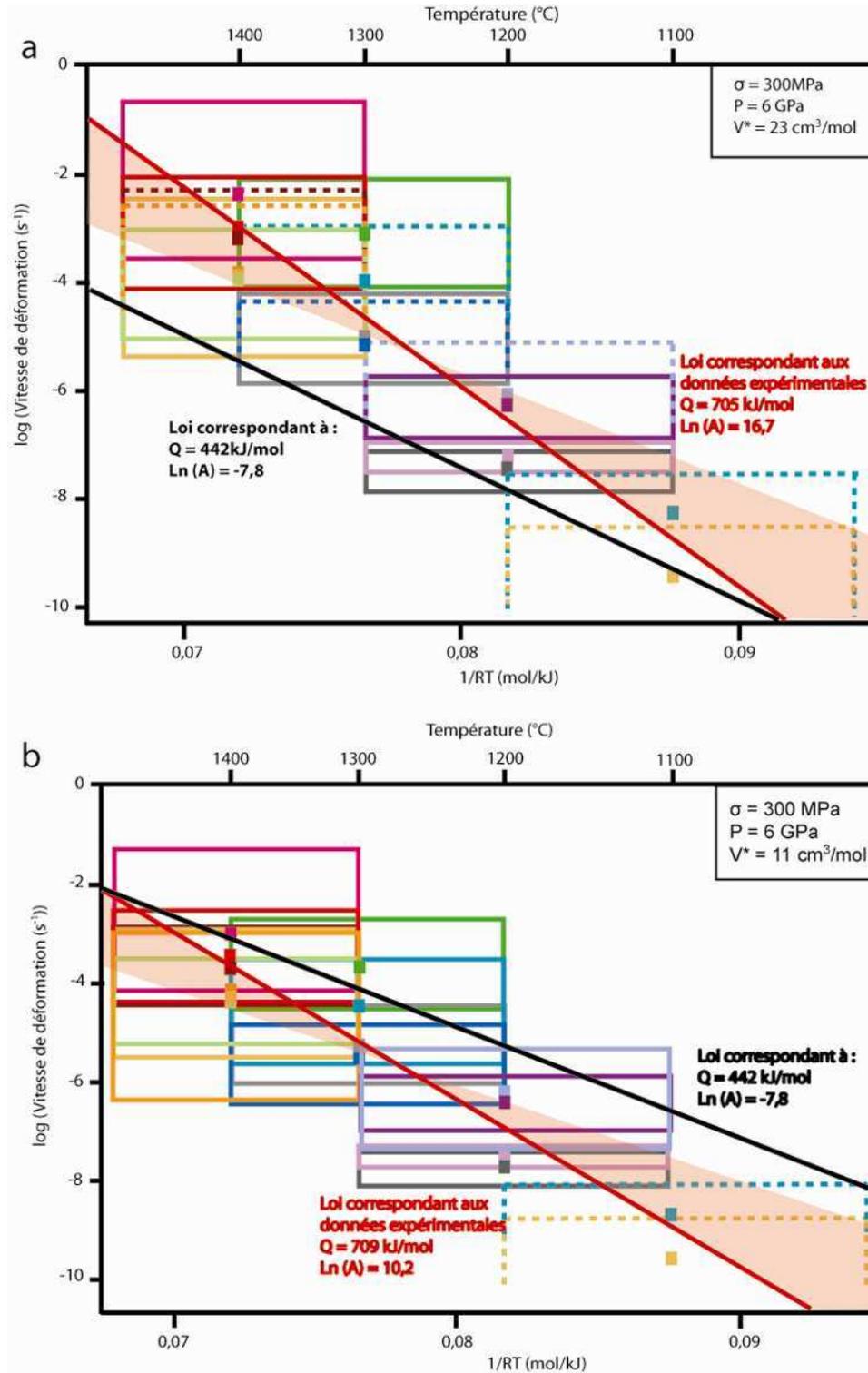


Figure III.8 : Données rhéologiques obtenues à haute pression pour les monocristaux de diopside déformés dans l'orientation [2], normalisées à une contrainte de 300 MPa et à une pression de 6 GPa avec pour a) la valeur maximale de V^* et pour b) la valeur minimale de V^* . La droite en rouge représente la loi rhéologique déterminée à haute pression et les domaines en rouge clair représentent les domaines possibles de l'énergie d'activation pour chacun des cas.

Les figures III.8 a et b représentent la vitesse de déformation en fonction de $1/RT$ pour l'ensemble des données obtenues à haute pression normalisées à une contrainte de 300 MPa et à une pression de 6 GPa en utilisant pour la figure III.8.a la valeur maximale du volume d'activation soit $23 \text{ cm}^3/\text{mol}$ et pour la figure III.8.b la valeur minimale du volume d'activation soit $11 \text{ cm}^3/\text{mol}$. Tout comme sur la figure III.7, les points expérimentaux représentés en traits pointillés, au nombre de sept pour la figure III.8.a et au nombre de deux pour la figure III.8.b, ne possèdent pas d'incertitude minimale dû à la forte incertitude sur le calcul de la pression hydrostatique. Ces points ne jouent pas le rôle de borne pour contraindre la droite représentant la valeur maximale de l'énergie d'activation ce qui rend impossible sa détermination pour les valeurs maximale et minimale du volume d'activation

Les valeurs des paramètres Q et $\ln(A)$ de la loi rhéologique déterminée à haute pression pour les monocristaux de diopside orientés selon [2], calculées avec les l'ensemble des valeurs du volume d'activation, sont résumées dans le tableau III.4.

$V^* = 11 \text{ cm}^3/\text{mol}$			$V^* = 17 \text{ cm}^3/\text{mol}$			$V^* = 23 \text{ cm}^3/\text{mol}$		
Q min	Q moy (kJ/mol)	Q max	Q min	Q moy (kJ/mol)	Q max	Q min	Q moy (kJ/mol)	Q max
354	709	nd	334	707	nd	314	705	nd
Ln(A) min	Ln(A) moy	Ln(A) max	Ln(A) min	Ln(A) moy	Ln(A) max	Ln(A) min	Ln(A) moy	Ln(A) max
-17,7	10,2	nd	-15,7	13,4	nd	-13,9	16,7	nd

Tableau III.4 : Valeurs de l'énergie d'activation Q et du terme préexponentiel $\ln(A)$ calculées avec l'ensemble des valeurs du volume d'activation V^* pour les expériences sur monocristaux de diopside déformés selon l'orientation [2].

Etant donné la faible variation des valeurs moyennes de l'énergie d'activation pour les calculs effectués avec les différentes valeurs de volume d'activation, nous avons choisi de conserver les valeurs moyennes du volume d'activation, de l'énergie d'activation et du terme préexponentiel associées pour définir le comportement mécanique des échantillons de diopside orientés selon [2].

La loi rhéologique de haute pression correspondant à l'activation des systèmes de glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$, qui sera utilisée dans la suite de ce document, est donc :

$$\dot{\epsilon} = 6,6 \cdot 10^5 (\text{MPa}^{-n} \text{s}^{-1}) \sigma^{6,5} \exp\left(\frac{-707 \cdot 10^3 (\text{kJ/mol}) + P \times 17 \cdot 10^{-6} (\text{cm}^3/\text{mol})}{RT}\right) \quad (13)$$

I-2 – Déformation de monocristaux de diopside déformés selon l'axe [225] à 50° de [001] (orientation notée [4]) pour l'activation des systèmes de glissement [001](100), [001](010) et [001](110)

I-2-1 – Données expérimentales

L'orientation [4] permet d'étudier l'activité des systèmes de glissements [001](100), [001](010) et [001](110) en appliquant une contrainte parallèle à [225] soit à 50° de l'axe c du cristal et contenue dans le plan $(\bar{1}\bar{1}0)$. Au cours de ce travail, trois expériences de déformation ont été réalisées sur des monocristaux de diopside dans cette orientation. Deux de ces expériences, Dio11 et Dio12, ne contiennent qu'un seul monocristal alors que pour la troisième, Dio18, deux monocristaux de diopside d'orientation différentes, dont un orienté selon [4], ont été placés dans l'assemblage. Les conditions expérimentales sont décrites dans le tableau III.5.

L'ensemble des expériences dans cette orientation ont été réalisées sous 50t de pression initiale dans le vérin principal et pour des températures comprises entre 1100°C et 1400°C. Les mesures de contraintes *in situ* sont réalisées sur des polycristaux d'olivine de San Carlos et de forstérite et sur les pistons d'alumine.

Nom de l'expérience	Chargement	Longueur du monocristal avant déformation (μm)	Déformation totale du monocristal (%)	Pression nominale (GPa)	Température (°C)	Marqueur de contrainte
Dio11	monocristal unique	1110	21	5,5	1300 1100	Forstérite + pistons d'alumine
Dio12	monocristal unique	1380	26	8,7	1400 1200	Forstérite + pistons d'alumine
Dio18	deux monocristaux	1220	23	8,8	1400 1200	Olivine de San Carlos + pistons d'alumine

Tableau III.5 : Conditions expérimentales pour les monocristaux de diopside orienté selon [4].

Tout comme les expériences réalisées dans les autres orientations, la déformation est mesurée directement sur les radiographies-X de l'échantillon au cours de l'expérience. L'incertitude sur la mesure de la déformation de l'échantillon est comprise entre 4 et 6 pixels sur l'image de radiographie-X, ce qui correspond à 4 à 12 microns sur la longueur totale de l'échantillon. Une explication plus détaillée est donnée dans le paragraphe I-1-1-1 de ce chapitre.

Une courbe de déformation totale d'un monocristal déformé dans l'orientation [4], en fonction du temps est représentée sur la figure III.9. Elle correspond à l'expérience Dio12. L'ensemble des courbes de déformation pour les expériences réalisées dans l'orientation notée [4] sont présentées en annexe III.

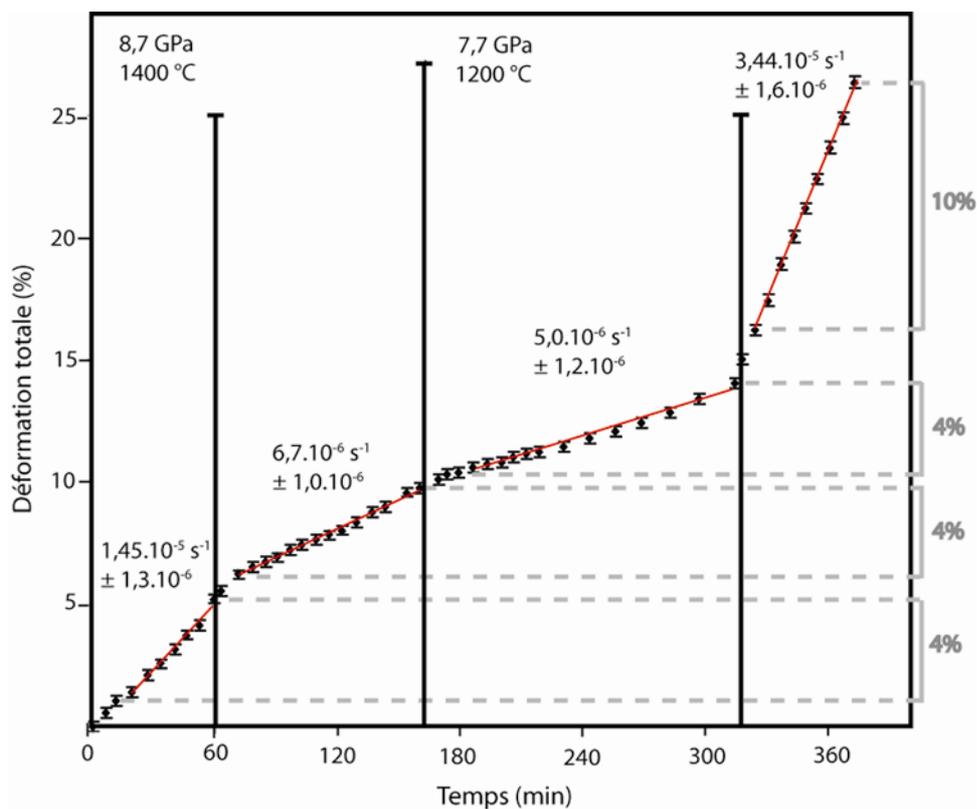


Figure III.9 : Déformation totale du monocristal de diopside Dio12 en fonction du temps. Les valeurs en pourcent sur la droite du graphe correspondent à la déformation effectuée pour chaque vitesse de déformation.

Pour les expériences effectuées sur les monocristaux de diopside orientés selon [4], les pourcentages de déformation totale de l'échantillon pour chacune des vitesses de déformation sont rassemblés dans le Tableau III.6.

Pour les expériences de déformation réalisées sur les monocristaux de diopside orientés selon [4], la contrainte différentielle et la pression sont déduites de la variation des distances inter-réticulaire (voir chapitre II § III-3-2) dans les pistons d'alumine et dans l'olivine de San Carlos ou dans la forstérite. La méthode de détermination des valeurs moyennes de la contrainte différentielle et de la pression est la même que celle utilisée pour les expériences de déformation sur les monocristaux orientés selon [2] et présentée dans la partie I-1-1-2 de ce chapitre.

Nom de l'expérience	Pression nominale (GPa)	Température (°C)	Vitesse de déformation ($10^{-6} s^{-1}$)	Incertitude sur la vitesse de déformation ($10^{-6} s^{-1}$)	Déformation par vitesse de déformation (%)
Dio11	5,5	1300	10,8	2,0	2,6
			7,8	1,3	2,9
		1100	4,6	1,2	2,0
			37,5	2,3	9,0
Dio12	8,7	1400	14,5	1,3	4,2
			6,7	1,0	3,5
		1200	5,0	1,2	3,6
			34,4	1,6	10,1
Dio18	8,8	1400	11,8	1,8	4,9
			5,5	1,4	3,0
		1200	23,7	1,7	7,4
			7,1	2,1	3,0

Tableau III.6 : Vitesses de déformation et pourcentages de déformation correspondant des monocristaux pour les expériences de déformation réalisées dans l'orientation [4].

Contrairement aux expériences réalisées sur les monocristaux dans l'orientation [2], les diffractions n'ont été acquises que sur un piston d'alumine dans les expériences Dio11 et Dio12. Ceci est conséquence du fait que ces expériences sur monocristaux orientés selon [4] ont été effectuées au début de cette étude et les éventuels gradients de contrainte au sein de l'échantillon n'étaient alors pas considérés. En plus d'un polycristal de forstérite au sein de ces assemblages, un second polycristal constitué de pyrope se trouvait près du piston d'alumine du bas. Cependant un manque de données expérimentales pour le calcul des contraintes n'a pas permis d'obtenir de résultats concluants avec ce matériau. Les valeurs de contraintes différentielles et de pression, calculées pour le piston d'alumine du haut et pour le polycristal de forstérite du haut présents dans l'assemblage de l'expérience Dio12, sont présentées dans les figures III.10 et III.11 respectivement.

Chaque losange gris correspond à une valeur de contrainte dans la partie haute des figures III.10 et III.11, associée à une valeur de pression représentée dans la partie basse.

Pour les deux vitesses de déformation réalisées à une température de 1200°C sur la figure III.10, la contrainte dans le piston d'alumine ne s'est pas stabilisée à une valeur constante contrairement à la vitesse de déformation (figure III.9). Il n'est donc pas possible de déterminer une valeur de contrainte moyenne dans ce matériau pour ces conditions expérimentales, contrairement à la poudre de forstérite qui elle enregistre une valeur de contrainte constante. Pour les points expérimentaux obtenus à 1200°C, les valeurs de contrainte dans les monocristaux correspondront à donc à la moyenne des contraintes enregistrées par la forstérite dans ces conditions. Pour de plus amples détails quant à la méthode de calcul des valeurs moyennes des

contraintes différentielles et des pressions pour chaque matériau ainsi que pour l'obtention des valeurs de contrainte et de pression auxquelles sont soumise le monocristal de diopside, se référer à la partie I-1-1-2 de ce chapitre.

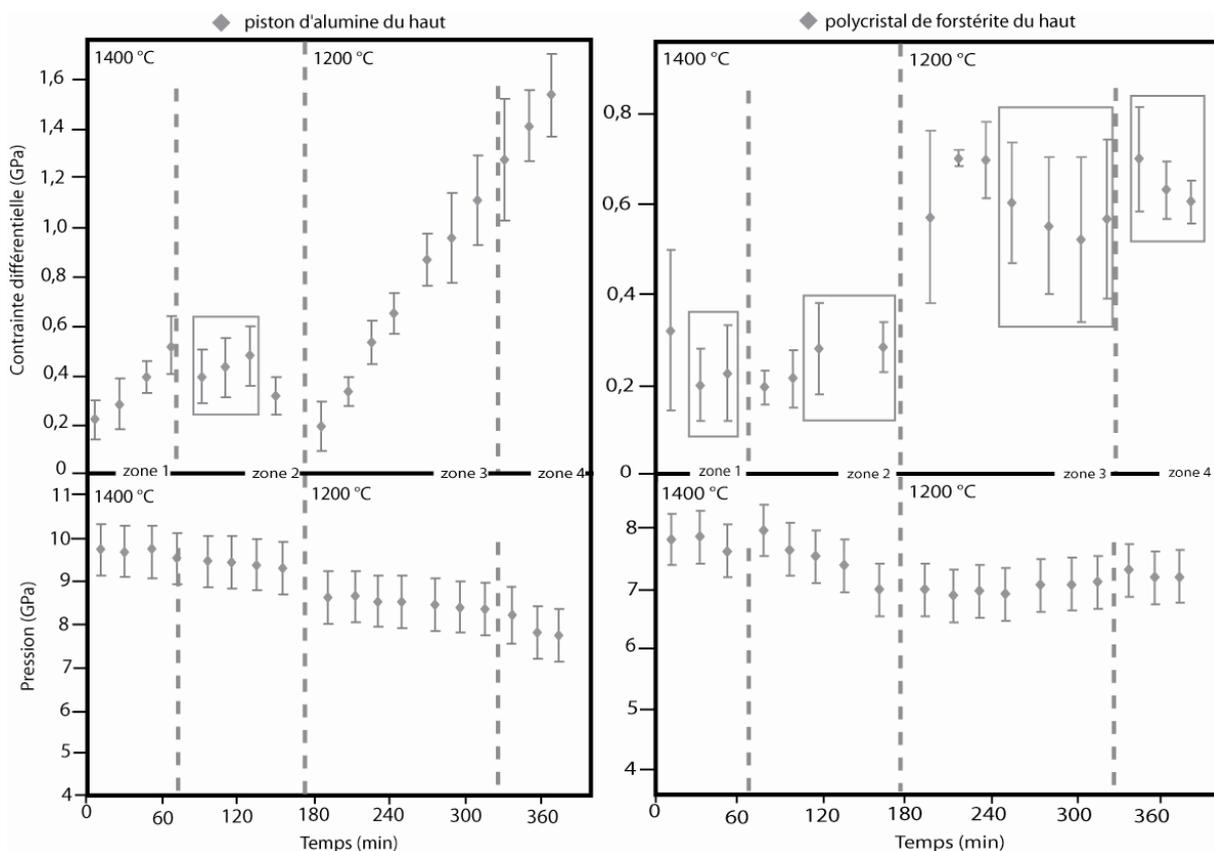


Figure III.10 à gauche : Pression et contrainte différentielle calculées à partir des distances inter-réticulaires pour le piston d'alumine du haut dans l'expérience Dio12.

Figure III.11 à droite : Pression et contrainte différentielle calculées à partir des distances inter-réticulaires pour la poudre de forstérite dans l'expérience Dio12

Les lignes verticales en pointillés représentent le changement de vitesse d'avancée des vérins différentiels et/ou de température.

Les valeurs finales de contraintes pour les monocristaux de diopside orientés selon [4] et correspondant à une pression, une température et une vitesse de déformation données sont rassemblées dans le tableau III.7.

Nom de l'expérience	Points expérimentaux	Pression (GPa)	Température (°C)	Vitesse de déformation (10^{-6} s^{-1})	Contrainte (MPa)
Dio11 monocristal unique	11-1	$5,7 \pm 0,2$	1300 ± 100	$10,8 \pm 2,0$	493 ± 150^b
	11-2	$5,0 \pm 0,2$	1300 ± 100	$7,8 \pm 1,3$	347 ± 160^b
	11-3	$3,8 \pm 1,7$	1100 ± 100	$4,6 \pm 1,2$	943 ± 220^{ab}
	11-4	$4,5 \pm 2,0$	1100 ± 100	$37,5 \pm 2,3$	1010 ± 220^{ab}
Dio12 monocristal unique	12-1	$7,7 \pm 0,2$	1400 ± 100	$14,5 \pm 1,3$	213 ± 180^b
	12-2	$8,5 \pm 0,9$	1400 ± 100	$6,7 \pm 1,0$	349 ± 86^{ab}
	12-3	$7,0 \pm 0,1$	1200 ± 100	$5,0 \pm 1,2$	608 ± 280^b
	12-4	$7,2 \pm 0,1$	1200 ± 100	$34,4 \pm 1,6$	645 ± 170^b
Dio18 deux monocristaux	18-1	$8,8 \pm 0,1$	1400 ± 100	$11,8 \pm 1,8$	236 ± 100^{ac}
	18-2	$7,9 \pm 0,3$	1400 ± 100	$5,5 \pm 1,4$	210 ± 48^{ac}
	18-3	$7,0 \pm 0,2$	1200 ± 100	$23,7 \pm 2,7$	928 ± 35^{ac}
	18-4	$6,9 \pm 0,1$	1200 ± 100	$7,1 \pm 2,1$	864 ± 52^a
	18-5	$6,4 \pm 0,1$	1200 ± 100	$7,1 \pm 2,1$	499 ± 65^c

Tableau III.7 : Données mécaniques pour l'ensemble des expériences effectuées sur monocristaux de diopside orientés [4].^a les pistons d'alumine sont les marqueurs de contrainte, ^b le polycristal de forstérite est le marqueur de contrainte et ^c les polycristaux d'olivine de San Carlos sont les marqueurs de contrainte.

I-2-2 – Comparaison entre orientation [2] et orientation [4]

A pression ambiante et pour des températures inférieures à 1000°C les systèmes de glissement [001](100) et [001](110) correspondant à l'orientation [4] sont prédominants dans la déformation du diopside (Kollé et Blacic, 1982, 1983; Raterron, 1991; Ingrin et al., 1992). Au contraire, pour des températures supérieures à 1000°C, les systèmes $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}10 \}$ activés dans l'orientation [2] prennent le dessus et contrôlent la déformation du diopside (Raterron et Jaoul, 1991; Ingrin et al, 1991; Raterron et al, 1994).

Contrairement à l'orientation [2], il n'existe pas de loi rhéologique déterminée à pression ambiante pour l'orientation [4] pour cause de fusion partielle précoce des échantillons (Chapitre I partie II-2-3-1). Il n'a donc pas été possible de déterminer une loi rhéologique de haute pression pour les monocristaux de

diopside orientés selon [4]. Pour comparer l'activité des systèmes de glissement à haute pression correspondants à ces deux orientations, nous avons donc choisi de déformer simultanément deux monocristaux. La géométrie de l'assemblage utilisé dans la D-DIA nous permet de disposer deux monocristaux de diopside orientés différemment de manière à pouvoir comparer directement les résultats obtenus pour chacune de ces orientations.

L'expérience Dio18, contenant deux monocristaux de diopside, un orienté selon [2], l'autre orienté selon [4] a été réalisée durant cette étude. Les déformations totales en fonction du temps de chacun des deux monocristaux de diopside déformés durant cette expérience sont représentées sur la figure III.12.

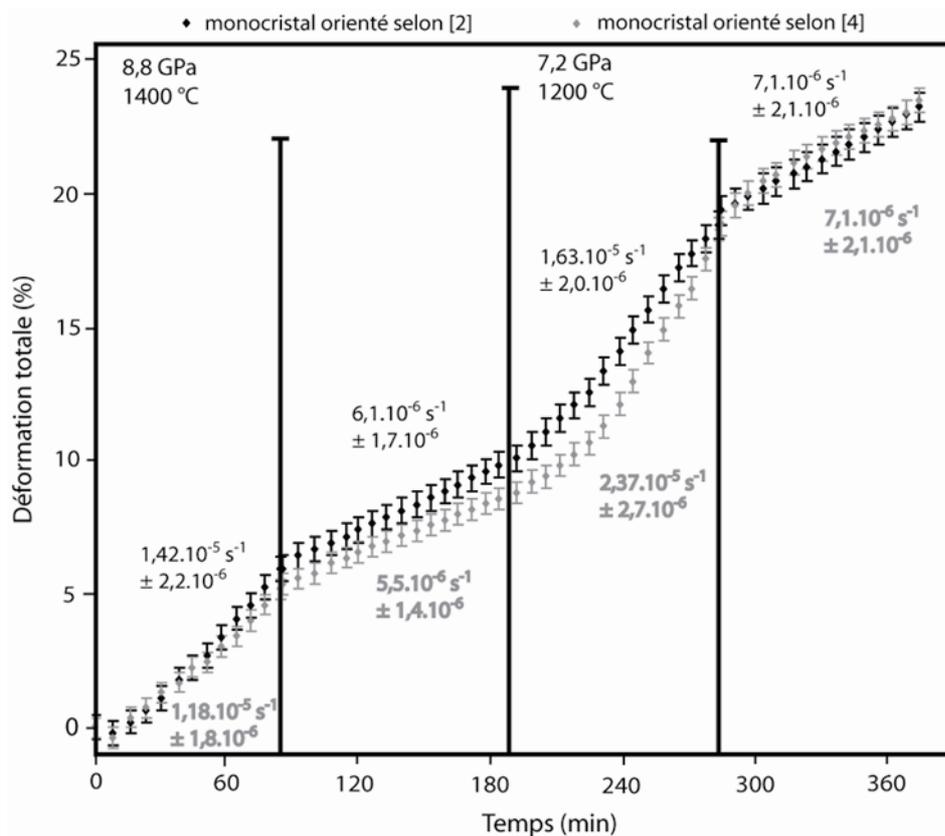


Figure III.12 : Déformations totales des monocristaux de diopside de l'expérience Dio18 en fonction du temps. Les losanges noirs pour le monocristal orientés selon [2] et les losanges gris pour celui orienté selon [4].

Les losanges noirs représentent les valeurs de déformation totale en pourcent du monocristal orienté selon [2] et les losanges gris les valeurs de déformation totale en pourcent du monocristal orienté selon [4]. Les deux monocristaux présents dans le même assemblage sont soumis aux mêmes conditions de pression de température et de contraintes différentielles. Les vitesses de déformation calculées pour chacun des monocristaux sont très voisines et la déformation totale de chacun des monocristaux à la fin de l'expérience sont identiques. Il semblerait que les glissements $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ (orientation [2]) et [001] (orientation [4]) soient les systèmes prédominant dans la déformation du diopside à haute pression et haute température.

I-3 – Déformation de monocristaux de diopside déformés selon l’axe [110] (orientation notée [3]) pour l’activation des systèmes de glissement [100](010) et [010](100)

I-3-1 – Données expérimentales

La dernière orientation des monocristaux testée durant ce travail est l’orientation [3]. Elle permet d’activer les systèmes de glissements [100](010) et [010](100) avec une direction de sollicitation proche de [110]. Au cours de ce travail trois expériences de déformation ont été réalisées selon cette orientation dont une avec une géométrie de monocristal seul, Dio06, et deux correspondant à un chargement de deux monocristaux d’orientations différentes au sein du même assemblage dont un orienté [3], Dio21 et Dio24. Les conditions expérimentales sont détaillées dans le tableau III.8.

Nom de l'expérience	Chargement	Longueur du monocristal avant déformation (µm)	Déformation totale du monocristal (%)	Pression nominale (GPa)	Température (°C)	Marqueur de contrainte
Dio06	monocristal unique	1970	40	9,2	1400 1200	Spinelle + pistons d'alumine
Dio21	monocristaux doubles	1280	4	8,5	1400 1300	Olivine de San Carlos + pistons d'alumine
Dio24	monocristaux doubles	707	8	8,4	1300 1200	Olivine de San Carlos + pistons d'alumine

Tableau III.8 : Conditions pour les monocristaux de diopside orienté selon [3]

Les expériences Dio21 et Dio24, tout comme l’ensemble des autres expériences réalisées durant cette étude ont été réalisées sous une pression de 50 t alors que l’expérience Dio06 à été effectuée sous une pression de 55T. Les mesures de contraintes *in situ* ont été réalisées sur les pistons d’alumine ainsi que sur les polycristaux de spinelle et d’olivine de San Carlos suivant l’expérience.

Comme pour les autres expériences présentées dans ce document, la déformation et les vitesses de déformation ont été calculées à partir des mesures effectuées sur les radiographie-X au cours de l’expérience. Les incertitudes sur les mesures des longueurs totales des monocristaux sont de 4 à 12 microns. Pour des explications plus détaillées se référer au paragraphe I-1-1-1 de ce chapitre.

Une courbe de déformation totale en fonction du temps correspondant à un monocristal de diopside orienté selon [3] dans l’expérience Dio21 est présentée sur la figure III.13. L’ensemble des courbes de déformation pour les expériences réalisées dans l’orientation notée [3] sont présentées en annexe III.

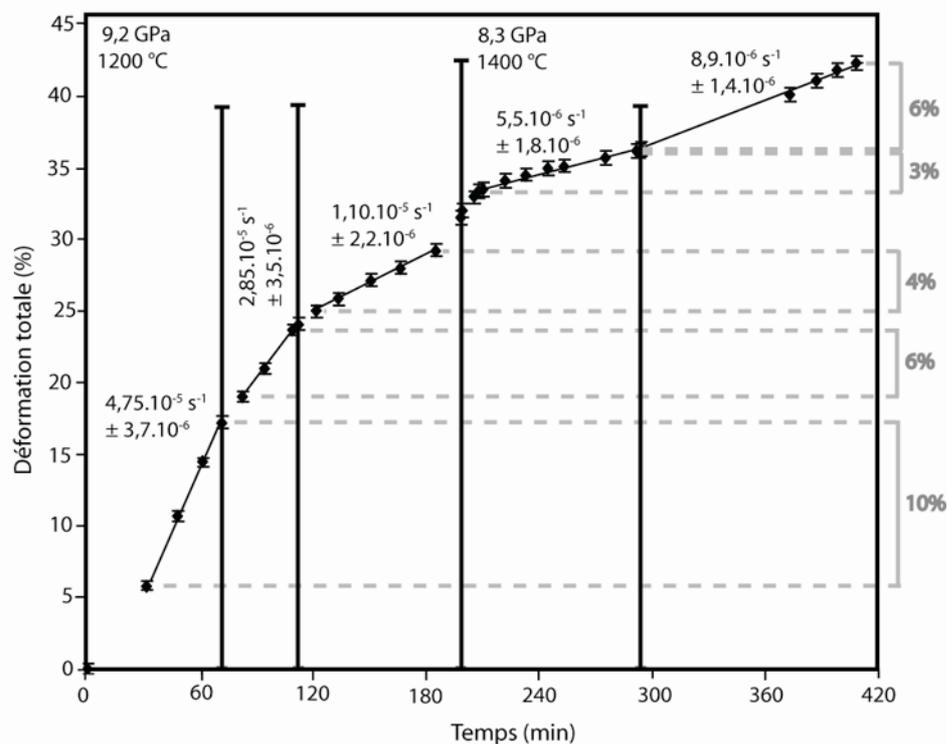


Figure III.13 : Déformation totale du monocristal de diopside Dio06 en fonction du temps. Les valeurs en pourcent sur la droite du graphe correspondent à la déformation réalisée pour chaque vitesse de déformation.

Les pourcentages de déformation réalisés pour chaque vitesse de déformation dans les trois expériences effectuées sur monocristaux orientés [3] sont rassemblés dans le tableau III.9.

Pour deux des trois expériences de déformation réalisées sur les monocristaux de diopside orientés selon [3], les pourcentages de déformation pour chaque vitesse de déformation sont inférieurs à ceux obtenus pour les expériences de déformation dans les autres orientations. En effet, pour les expériences Dio21 et Dio24, le chargement de la cellule correspond à deux monocristaux de diopside, un orienté selon [2] et l'autre orienté selon [3]. Cette géométrie implique de contrôler la déformation pour les deux monocristaux. La déformation totale de l'assemblage étant limitée dans le but de préserver les enclumes, et les deux monocristaux se déformant à des vitesses très différentes, il a donc été nécessaire de limiter la déformation en se fixant sur le monocristal se déformant le plus vite c'est à dire celui orienté selon [2].

Pour les expériences réalisées dans cette orientation, les calculs de la pression et de la contrainte différentielle sont réalisés à partir des distances inter-réculaires dans les matériaux présents dans l'assemblage de la même manière que pour les expériences décrites précédemment. La méthode d'obtention de ces valeurs est identique à celle utilisée pour les expériences réalisées dans les autres orientations et est décrite dans la partie III-3-2 du Chapitre II ainsi que dans la partie I-1-1-2 de ce chapitre.

Nom de l'expérience	Pression nominale (GPa)	Température (°C)	Vitesse de déformation ($10^{-6} s^{-1}$)	Incertitude sur la vitesse de déformation ($10^{-6} s^{-1}$)	Déformation par vitesse de déformation (%)
Dio06	9,2	1200	28,5	3,5	6,4
			11,0	2,2	4,2
		1400	5,5	1,8	2,8
			8,9	1,4	6,0
Dio21	8,5	1400	3,8	1,4	1,2
			1,5	1,0	0,7
		1300	6,0	1,4	1,8
Dio24	8,4	1300	4,4	1,7	1,8
			3,2	1,3	1,9
		1200	6,0	1,6	2,9

Tableau III.9 : Vitesses de déformation et pourcentages de déformation correspondants calculés pour les expériences réalisées sur des monocristaux orientés selon [3].

L'assemblage de l'expérience Dio06 est composé de deux polycristaux de spinelle encadrant l'échantillon. Cependant la faible épaisseur de l'un d'entre eux après la compression à froid n'a pas permis de réaliser des diffraction sur celui-ci. Les valeurs de contraintes différentielles et de pressions calculées sur le piston d'alumine du bas ainsi que sur le polycristal de spinelle situé au-dessous du monocristal dans l'expérience Dio06 sont représentées dans les figures III.14 et III.15 respectivement.

Des valeurs de contraintes moyennes pour le piston d'alumine du bas ont été déterminées pour la zone 2 et 3 correspondant à la deuxième et troisième vitesse de déformation de l'expérience. Cependant il n'a pas été possible d'obtenir des valeurs sûres pour la première vitesse de déformation à 1200°C représentée par la zone 1 ainsi que pour les vitesses de déformation réalisées à 1400°C. En effet, pour la première vitesse de déformation réalisée à une température de 1200°C, la contrainte ne s'est pas stabilisée à une valeur constante ce qui rend impossible l'obtention d'une valeur moyenne de contrainte représentative d'un état stationnaire. Pour les vitesses de déformation réalisées à une température de 1400°C, la rupture probable d'une des enclumes a entraîné une chute de contrainte et de pression visible à un temps correspondant à environs 240 minutes après le début de la déformation sur la figure III.14. Ceci rend les mesures de contraintes et de pression inutilisables pour ces conditions de déformation. Ce phénomène est également observable sur la figure III.15 pour les mesures obtenues sur le polycristal de spinelle.

Les valeurs moyennes de contrainte et de pression calculées pour le polycristal de spinelle correspondent aux mêmes conditions de déformation que celles obtenues pour le piston d'alumine. Pour la première vitesse de déformation à 1200°C correspondant à la zone une, la contrainte enregistrée par le

spinelle n'est pas constante tout comme dans l'alumine et la probable rupture des enclumes pendant la première vitesse de déformation à 1400°C (zone 4) est visible pour les mesures de contraintes mais n'apparaît pas sur la mesure de pression.

Cette expérience nous permet donc d'obtenir deux mesures de contrainte différentielles à une température de 1200°C et ce pour le piston d'alumine et pour le polycristal de spinelle. Les contraintes et les pressions moyennes auxquelles sont soumises le monocristal de diopside pour une température, une vitesse de déformation sont obtenues en moyennant les valeurs obtenues pour chacun des matériaux. La méthode de calcul de ces valeurs est plus amplement détaillée dans la partie I-1-1-2 de ce chapitre.

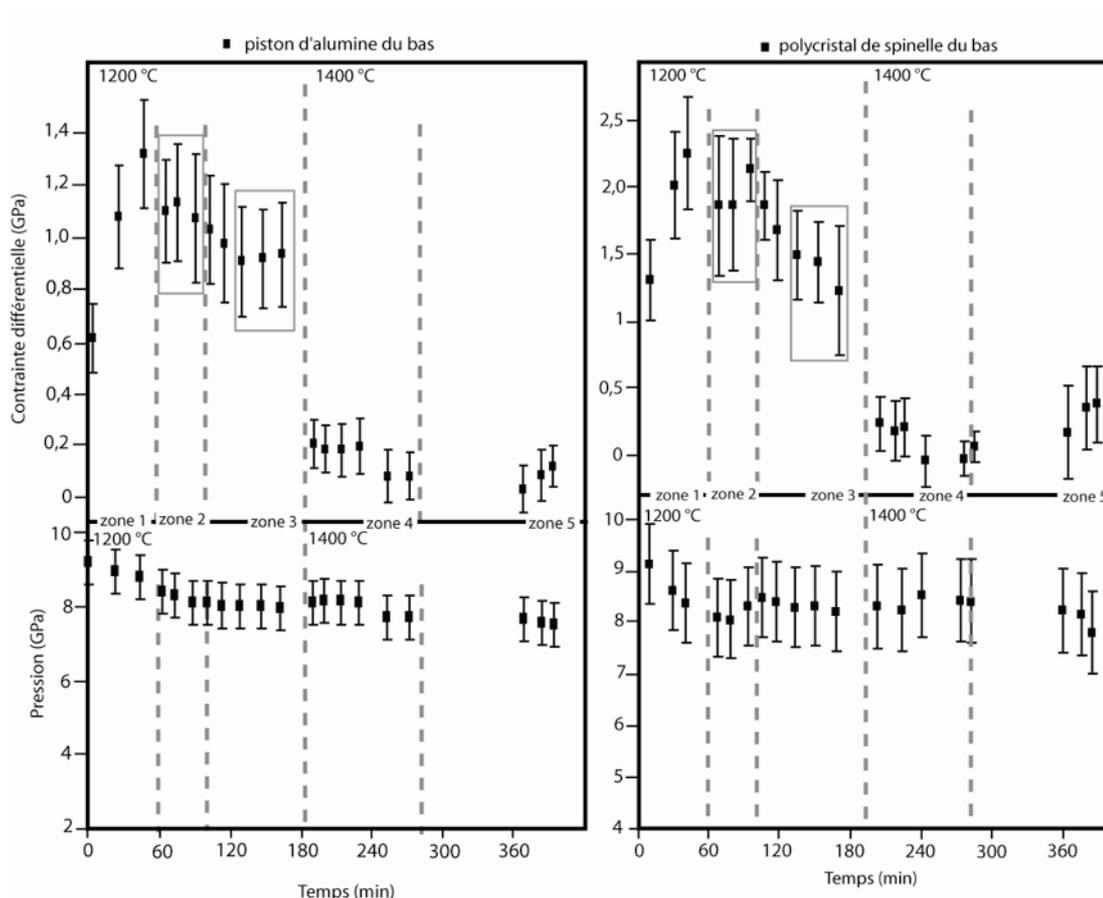


Figure III.14 à gauche : Pression et contrainte différentielle calculées à partir des distances inter-réticulaires pour le piston d'alumine du bas dans l'expérience Dio06.

Figure III.15 à droite : Pression et contrainte différentielle calculées à partir des distances inter-réticulaires pour le polycristal de spinelle situé au-dessous de l'échantillon dans l'expérience Dio06

Les lignes verticales en pointillés représentent le changement de vitesse d'avancée des vérins différentiels et/ou de température.

Ces valeurs moyennes de contraintes et de pression, calculées pour une température et une vitesse de déformation donnée pour chacune expériences réalisées sur les monocristaux orientés selon [3], sont rassemblées dans le tableau III.10.

Nom de l'expérience	Points expérimentaux	Pression (GPa)	Température (°C)	Vitesse de déformation (10^{-6} s^{-1})	Contrainte (MPa)
Dio06 monocristal unique	6-1	$8,3 \pm 0,2$	1200 ± 100	$28,5 \pm 3,5$	1347 ± 200^{ac}
	6-2	$8,1 \pm 0,1$	1200 ± 100	$11,0 \pm 2,2$	975 ± 330^{ac}
Dio21 monocristaux doubles	21-1	$8,0 \pm 1,1$	1400 ± 100	$3,8 \pm 1,4$	282 ± 46^a
	21-2	$7,3 \pm 0,8$	1400 ± 100	$1,5 \pm 1,0$	276 ± 75^b
Dio24 deux monocristaux	24-1	$8,0 \pm 0,7$	1300 ± 100	$4,4 \pm 1,7$	354 ± 82^{ab}
	24-2	$8,2 \pm 0,3$	1300 ± 100	$3,2 \pm 1,3$	252 ± 66^{ab}

Tableau III.10 : Données mécaniques pour l'ensemble des expériences effectuées sur monocristaux de diopside orientés [3].^a les pistons d'alumine sont les marqueurs de contrainte, ^b les polycristal d'olivine de San Carlos sont les marqueurs de contrainte ^c les polycristaux de spinelle sont les marqueurs de contrainte.

I-3-2 – Comparaison entre orientation [2] et orientation [3]

Les systèmes de glissement [100](010) et [010](100) activés dans l'orientation [3], sont considérés comme des systèmes difficilement activables de par leurs grand vecteurs de Burgers respectivement de $9,75\text{\AA}$ et $8,92\text{\AA}$. A pression ambiante, ils correspondent aux systèmes les plus difficilement activables. Cependant tout comme les expériences de déformation réalisées sur les monocristaux orientés [4], la fusion partielle précoce n'a pas permis de déterminer une loi rhéologique pour ces systèmes de glissement à pression ambiante (chapitre I partie II-2-3-1). Sans les paramètres de la loi rhéologique de basse pression, il n'a donc pas été possible de déterminer une loi rhéologique pour l'orientation [3] à haute pression. Pour comparer l'activité des systèmes de glissement activés dans les orientations [2] et [3], deux méthodes ont été utilisé durant ce travail. Elles correspondent aux méthodes mises en œuvre pour comparer les systèmes de glissement activés dans les orientations [2] et [4]. Tout d'abord, des expériences de déformation sur des échantillons contenant deux monocristaux de diopside orientés selon [2] et [3] ont été réalisées. Ces deux monocristaux étant soumis aux mêmes conditions de pression, de température et de contrainte, une comparaison directe des vitesses de déformation de chaque monocristal est donc possible. La seconde méthode utilisée pour comparer les résultats expérimentaux obtenus pour ces deux orientations est de recalculer la vitesse de déformation à laquelle se serait déformée un échantillon orienté selon [2] et ce pour

les conditions de chaque point expérimental déterminés pour les expériences de déformation réalisées sur les monocristaux orientés selon [3]. Ce calcul est réalisé grâce à la loi rhéologique de haute pression déterminée pour les monocristaux de diopside déformés dans l'orientation [2].

Pour comparer directement les vitesses de déformation de chacun des monocristaux de diopside orientés selon [2] et [3], deux expériences de déformation Dio21 et Dio24 ont été réalisées durant cette étude. Les déformations de chaque monocristal en fonction du temps obtenues dans l'expérience Dio21 sont représentées sur la figure III.16. La courbe de déformation correspondant à l'expérience Dio24 est présentée en annexe III.

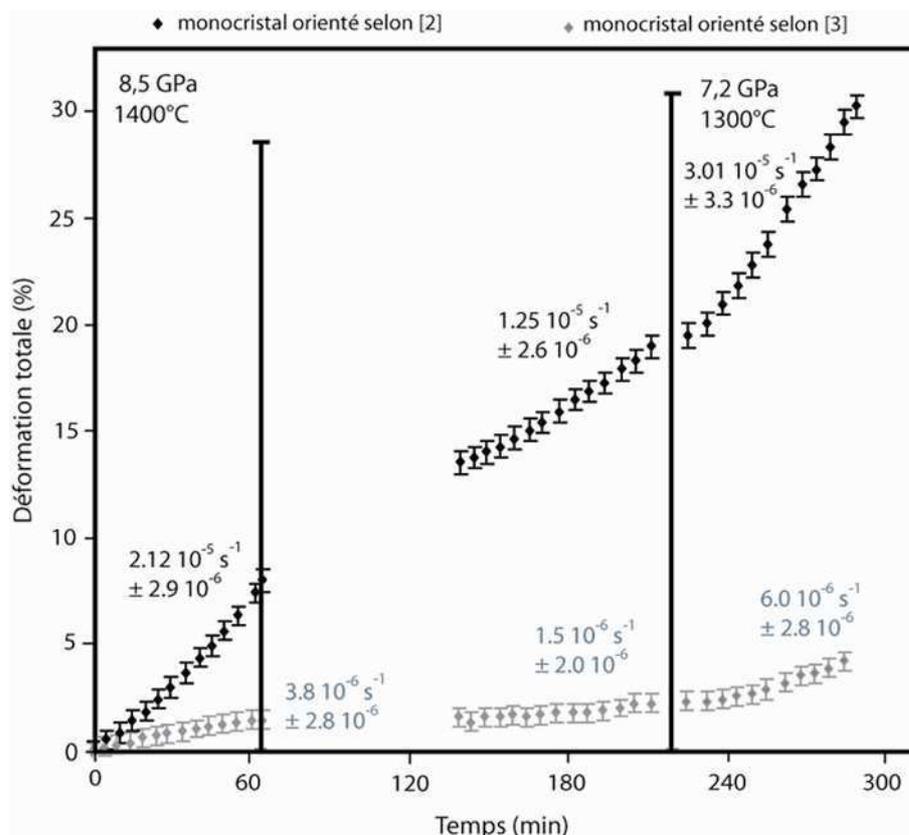


Figure III.16 : Déformations totales des monocristaux de diopside de l'expérience Dio21 en fonction du temps. Les losanges noirs pour le monocristal orientés selon [2] et les losanges gris pour celui orienté selon [3].

Sur la figure III.16, la déformation totale du monocristal orienté selon [2] à la fin de l'expérience est de l'ordre de 30% alors que le monocristal orienté selon [3] ne s'est déformé que d'environ 5%. Cette différence de comportement se traduit par des vitesses de déformation comprises entre 1 et $3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ pour le monocristal orienté selon [2], en losanges noirs, alors que pour le monocristal de diopside orienté selon [3], en losange gris, les vitesses de déformation sont plus faibles d'un ordre de grandeur. Les mesures de déformation obtenues pour la deuxième expérience de déformation, Dio24, réalisée avec deux monocristaux déformés dans les orientations [2] et [3], montre les mêmes différences en ce qui concerne les vitesses de

déformation de chacun des deux monocristaux (Annexe III). Les vitesses de déformation calculées pour le monocristal de diopside orienté selon [3] dans les expériences Dio21 et Dio24 montrent que les systèmes de glissement [100](010) et [010](100) sont plus difficilement activables à haute pression et pour des températures supérieures à 1100°C que les systèmes de glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}10 \}$ (activés dans l'orientation notée [2]).

I-4-Les analyses IRTF

Les teneurs en OH⁻ ont été analysées dans le matériel de départ ainsi que dans les échantillons après déformation. Les valeurs sont rassemblées dans le tableau III.11.

Echantillon	Teneur en OH ⁻ (H/10 ⁶ Si)
Matériel de départ	8960
Dio19 (orientation [2])	1640
Dio11 et Dio18 (orientation [4])	2480
Dio24 (orientation [3])	3950

Tableau III.11 : Teneur en OH⁻ calculées spectroscopie Infra-Rouge dans les échantillons avant et après déformation

Les teneurs en OH⁻ n'ont pas pu être déterminées pour l'ensemble des échantillons pour deux raisons principales. Tout d'abord certains échantillons même de faible épaisseur n'ont pas permis d'obtenir un bon rapport signal sur bruit rendant les spectres difficilement exploitable. Ensuite, les absorptions liées à la présence de résine époxy dans les fractures des échantillons masquent parfois celles liées à la présence de groupements hydroxyle. Les résultats obtenus pour les échantillons avant et après déformation semblent montrer une évolution de la teneur en hydroxyle au cours de la déformation.

II – Etude des microstructures par MET

Suite aux expériences de déformation réalisées sur monocristaux de diopside dans trois orientations différentes, une étude des systèmes de glissements participants à la déformation dans ces trois orientations à été réalisée en Microscopie Electronique en Transmission. Les séances de microscopie ont été réalisées par P. Cordier. J'ai pour ma part traité et analysé les données. Pour cette étude de microstructures, les vecteurs de Burgers des dislocations ont été déterminés par LACBED pour trois échantillons correspondant aux expériences Dio19, Dio12 et Dio24. Ces échantillons représentent les trois orientations testées durant cette étude soit respectivement dans les orientations [2], [4] et [3]. Les microstructures observées au MET pour chaque échantillons sont présentés dans la partie suivante. Au cours de cette étude, les dislocations ont été identifiées à partir des extinctions et en utilisant la méthode des franges d'Ishida en faisceaux faibles.

II-1-Microstructure de l'échantillon Dio19

Cet échantillon à été orienté et carotté selon l'orientation [2] qui permet l'activation des systèmes de glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$ avec un axe de sollicitation proche de l'axe [010] du cristal (§ II-2-1-2 du chapitre II). Ce monocristal à subi 30% de déformation totale sous une pression de 8,5 GPa et deux températures de 1300°C et 1100°C. Avant l'étude des microstructures, l'orientation de l'échantillon à été vérifiée grâce aux clichés de diffraction. La figure III.17 montre les diffractions expérimentales obtenues en MET et les simulations réalisées avec ELECTRON DIFFRACTION qui nous ont permis d'orienter l'échantillon. Le cercle plein représenté sur la figure III.17 correspond à la normale au plan moyen de la lame, proche de la direction de compression. Cette direction de compression se situe à 11° de la direction $[0\bar{1}0]$ et correspond à la direction $[\bar{1}50]$. Les systèmes de glissement mettant en œuvre les dislocations de vecteur de Burgers [001] possèdent donc des facteurs de Schmid non nuls mais néanmoins faibles.

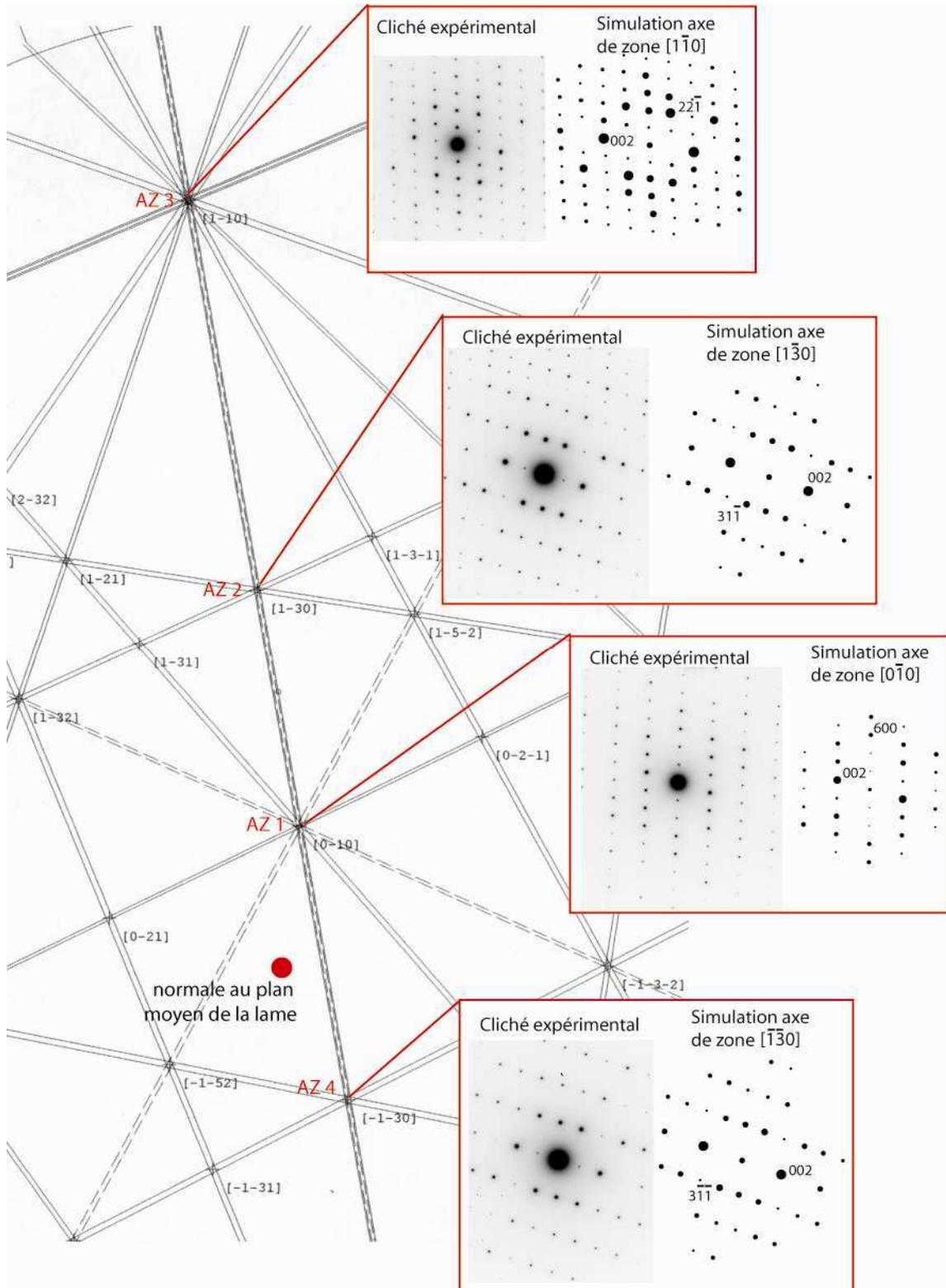
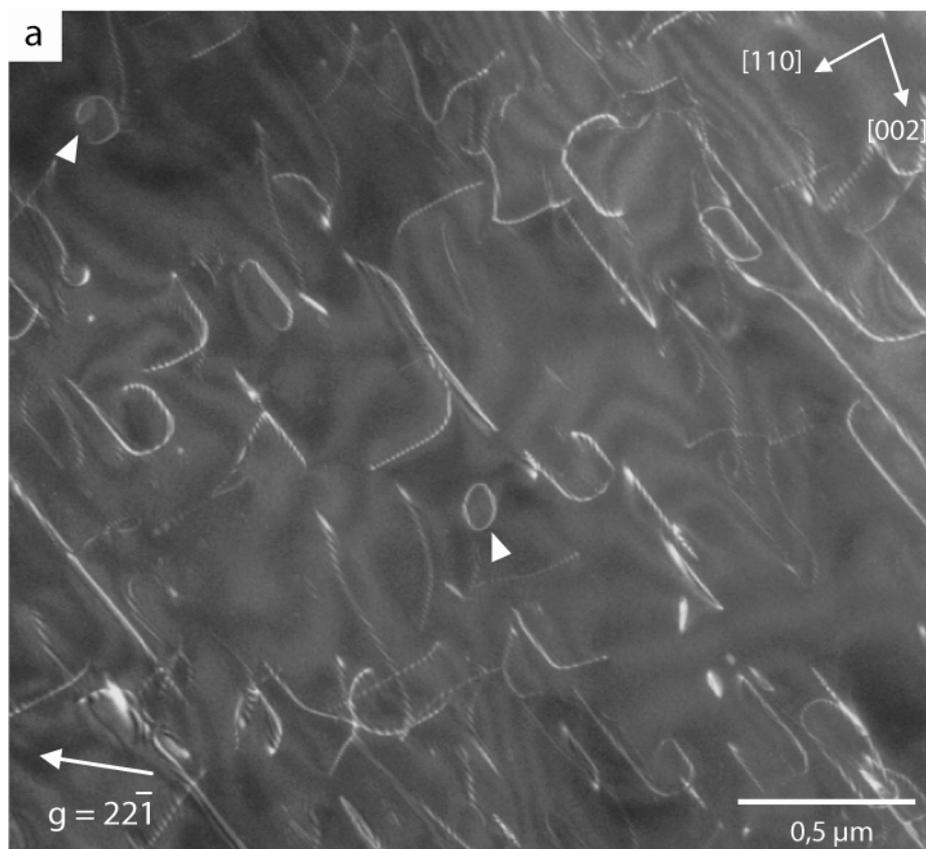


Figure III.17 : Carte des lignes de Kikuchi et localisation des clichés de diffraction expérimentaux obtenus en précession et simulations correspondantes réalisées avec ELECTRON DIFFRACTION pour chacun des axes de zone permettant l'orientation de l'échantillon Dio19. Le cercle plein représenté sur la figure correspond à la normale au plan moyen de la lame c'est-à-dire à la direction de compression.

Les microstructures de l'échantillon ont été étudiées en imagerie. Les dislocations $\frac{1}{2}[110]$ activées dans cette orientation sont mises en contraste avec un vecteur de diffraction $g = [22\bar{1}]$ sur les figures III.18.a, b et c. Sur ces images, des dislocations de vecteur de Burgers $[001]$ sont également susceptibles d'être en contraste. La densité de dislocations dans l'échantillon est de l'ordre de 10^{13} m^{-2} . Les dislocations $\frac{1}{2}[110]$ présentent des orientations préférentielles selon la direction $[001]$ (Figures 18.a et b); il s'agit donc de segments coins. Les segments vis présentent des orientations moins marquées (Figure 18.c). On peut remarquer sur les figures III.18.a, b et c la présence de boucles fermées ou encore ouvertes, signalées par des flèches. Ces boucles ne présentent pas d'alignement avec les segments coins des dislocations $\frac{1}{2}[110]$ qui suggèreraient l'annihilation de dipôles.

Dans le but de déterminer la présence ou non de dislocations $[001]$, l'échantillon à été observé avec un vecteur de diffraction $g = 002$ (Figure III.19). La densité de ces dislocations de vecteur de Burgers $[001]$ est de l'ordre de $5 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$.

L'observation en MET a révélé la présence de sous-joints de grain, certains mal organisés (et donc probablement en formation voir figure III.21.a) ou d'autres déjà bien formés (Figure III.21.b). Elle a également mis évidence la présence de macles qui semblent contenues dans les plans (100) (Figure III.20). Ces microstructures (sous-joints de grains ou macles) restent peu nombreuses au sein de l'échantillon.



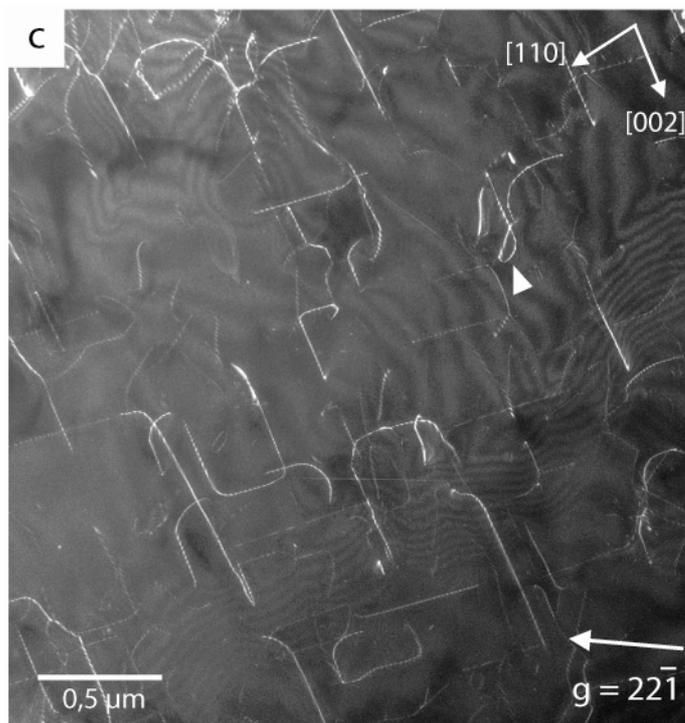
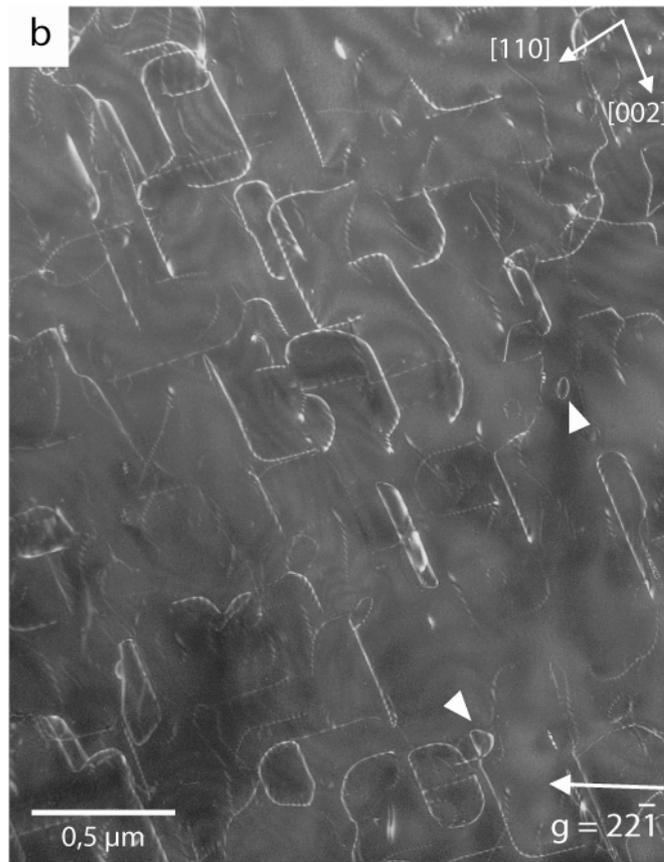


Figure III.18 : Images de MET. Champ sombre faisceau faible (Weak Beam Dark Field) a) et b) et c) : dislocations $\frac{1}{2}[110]$ – $g = 22\bar{1}$

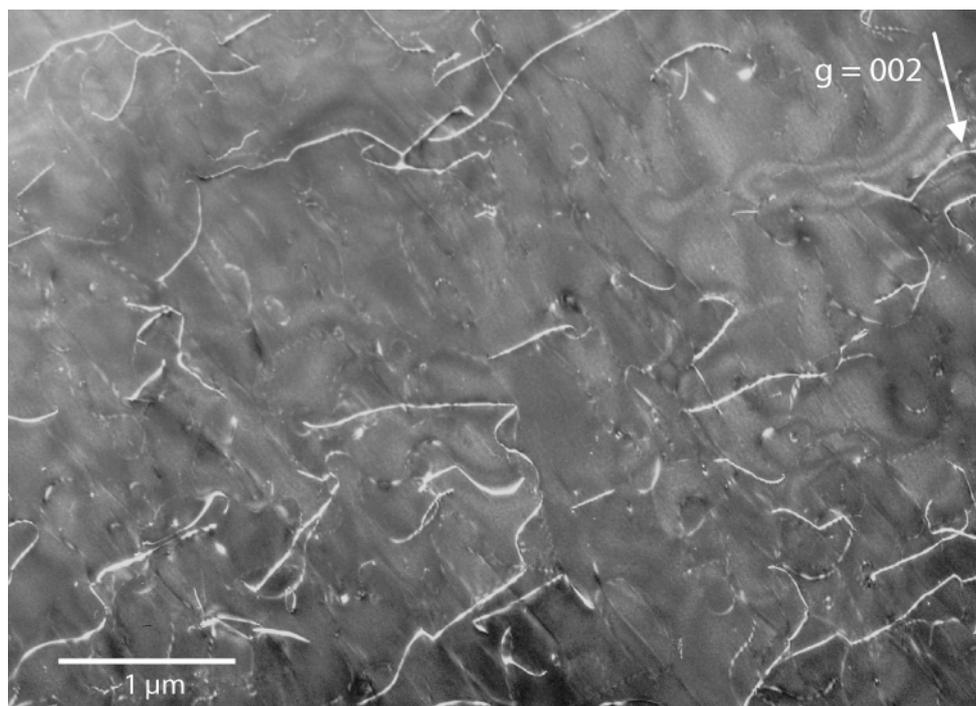


Figure III.19 : Image de MET. Champ sombre faisceau faible (Weak Beam Dark Field) : dislocations [001] – $g = 002$

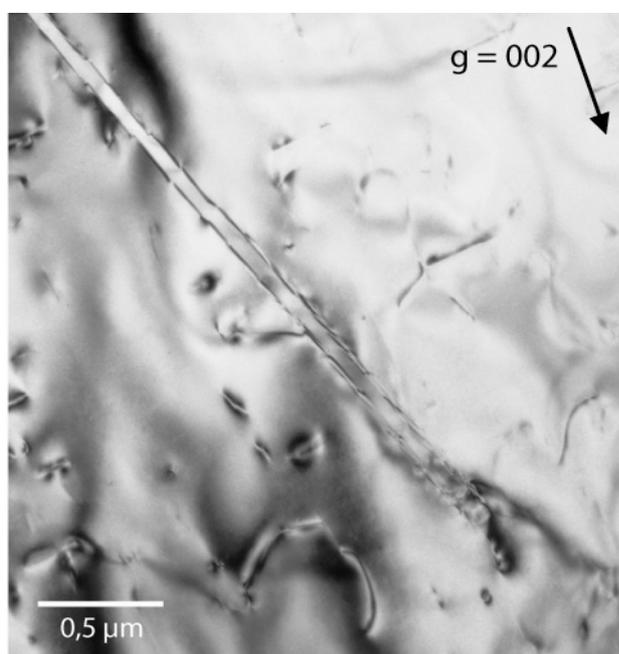


Figure III.20 : Images de MET. Champ clair (Bright Field) : macle dans (100) – $g = 002$

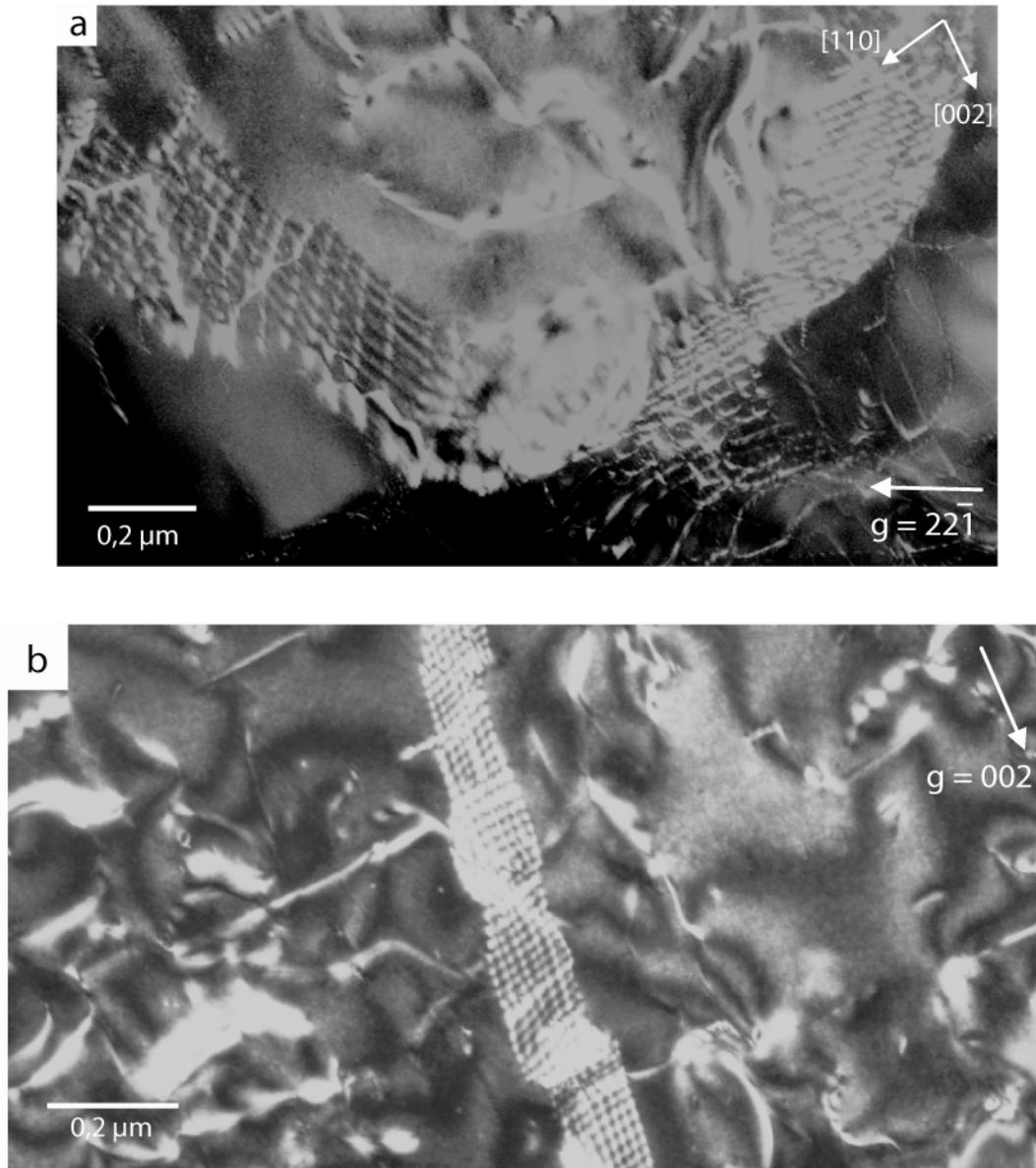


Figure III.21 : Images de MET. Champ sombre faisceau faible (Weak Beam Dark Field) a) : sous - joint de grain en formation – $g = 22\bar{1}$ et b) : sous - joint de grain – $g = 002$.

II-2-Microstructure de l'échantillon Dio12

Cet échantillon a été déformé dans l'orientation [4] de manière à activer les systèmes de glissement [001](100), [001](010) et [001](110). La contrainte est appliquée parallèlement à [225] soit à 50° de l'axe [001] du cristal et contenue dans le plan ($\bar{1}\bar{1}0$) (partie II-2-1-2 du chapitre II). Le monocristal de diopside de cette expérience a subi une déformation totale de 26% à une pression de 8,5 GPa et deux températures de 1400°C et 1200°C. Avant l'étude des microstructures, l'orientation de l'échantillon a été vérifiée grâce au

cliché de diffraction. La figure III.22 montre les diffractions expérimentales obtenues en MET et les simulations réalisées avec ELECTRON DIFFRACTION qui nous ont permis d'orienter l'échantillon. Le cercle plein représenté sur la figure III.22 correspond à la normale au plan moyen de la lame, parallèle à la direction de compression. La normale de notre lame mince est parallèle à $[\bar{1}\bar{1}3]$ se trouve à 6° de la direction $[\bar{2}25]$ attendue.

L'échantillon présente une densité de dislocation d'environ 2.10^{-13}m^{-2} . Les microstructures ont été étudiées en couplant l'observation en image et la caractérisation des vecteurs de Burgers des dislocations en LACBED.

Quatorze dislocations ont été caractérisées dont onze dislocations de vecteur de Burgers $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ et trois dislocations de vecteur de Burgers $[001]$. Les figures III.23 et III.24 illustrent la détermination du vecteur de Burgers $[001]$ et les figures III.25 et III.26 illustrent celle du vecteur de Burgers $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$.

Après la validation de la présence de dislocations $[001]$ en LACBED, nous avons observé plusieurs zones de l'échantillon avec deux vecteurs de diffraction différents. Les dislocations mises en contraste avec $g = \bar{4}02$ et éteintes avec $g = 220$ correspondent aux dislocations $[001]$. Sur la figure III.27.c, correspondant à un vecteur de diffraction $g = \bar{4}02$, les dislocations $[001]$ sont pointées par des triangles pleins. Pour la même zone observée avec un vecteur de diffraction $g = 220$ (Figure III.27.d), ces dislocations $[001]$ ne sont plus en contraste. Nous avons observé des macles dans cette zone d'observation avec un vecteur de diffraction $g = 220$ (Figure III.27.a). La projection stéréographique représentée sur la figure III.27.b (qui correspond à la direction d'observation proche de l'axe de zone $[\bar{1}\bar{1}2]$), suggère que ces macles sont contenues dans (001) . Cette hypothèse de macles dans les plans (001) ainsi que l'observation des dislocations $[001]$ très rectilignes et quasi-verticales sur la figure III.27.c, permet de caractériser les plans $\{110\}$ comme étant les plans de glissement probables des dislocations $[001]$.

Un autre type de macles est présent dans cet échantillon. La figure II.28.a montre des macles observées avec un vecteur de diffraction $g = 22\bar{1}$, proche de l'axe de zone $[0\bar{1}2]$. La projection stéréographique représentée sur la figure III.28.b permet de déterminer le plan de macle (100) .

L'observation en imagerie avec le vecteur de diffraction $g = 22\bar{1}$ nous permet d'utiliser les franges d'égale épaisseur pour déterminer la valeur du produit $g.b$. En effet, la valeur du produit $g.b$ est directement comparable au nombre d'intersection des lignes d'égale épaisseur avec la dislocation (Ishida et al., 1980). Sur la figure III.28.c, correspondant à l'agrandissement de la zone entourée d'un rectangle en pointillés sur la figure III.28.a, les franges d'égale épaisseur nous permettent de déterminer un produit $|g.b|=1$, comme représenté sur le schéma (Figure III.28.d) correspondant à une partie de l'image III.28.c. Avec un vecteur de diffraction $g = 22\bar{1}$, les dislocations pouvant engendrer un produit $|g.b|=1$, correspondent aux dislocations $[001]$. Ces dislocations sont repérées par des triangles pleins sur la figure III.28.c.

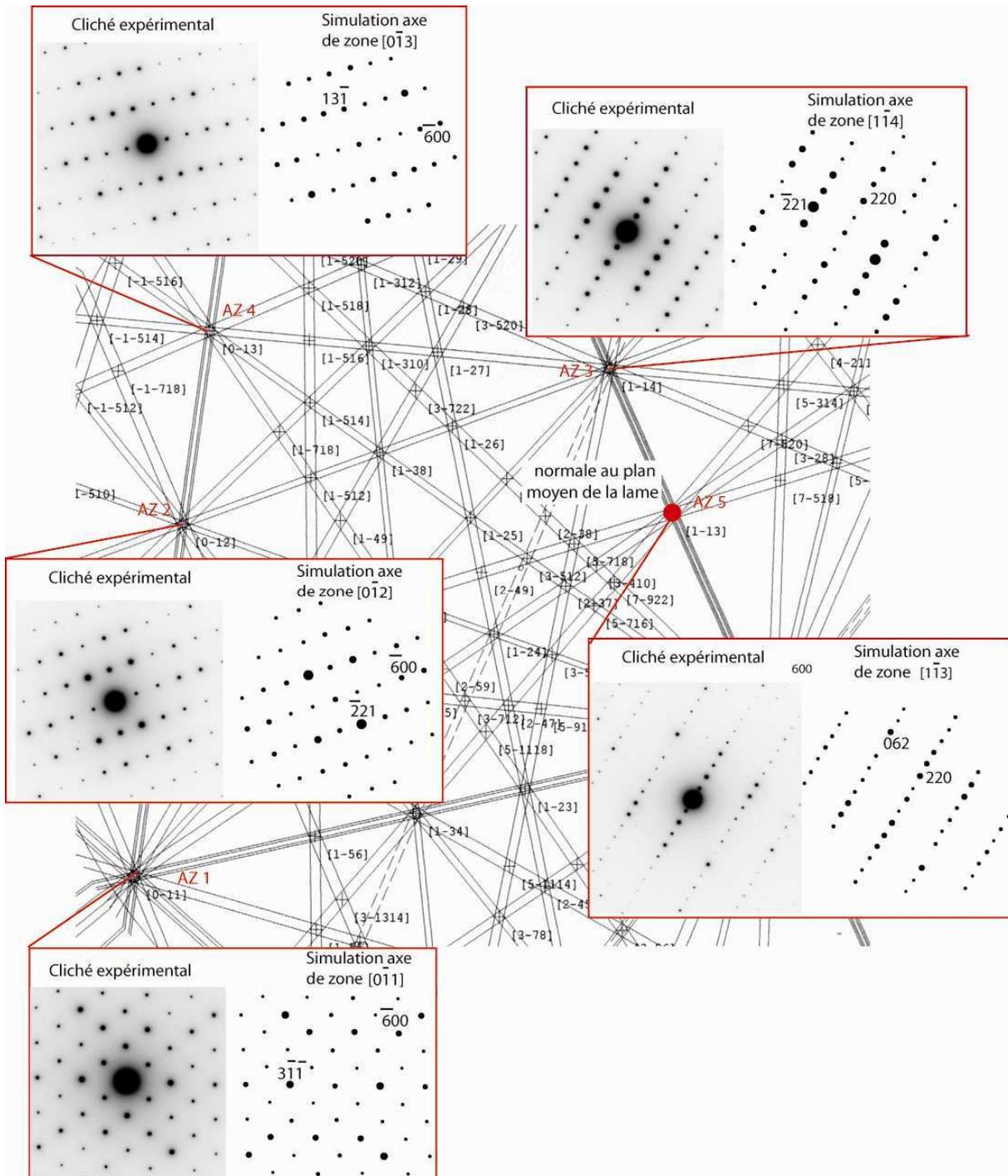


Figure III.22 : Carte des lignes de Kikuchi et localisation des clichés de diffraction expérimentaux obtenus en précession et simulations correspondantes réalisées avec ELECTRON DIFFRACTION pour chacun des axes de zone permettant l'orientation de l'échantillon Dio12. Le cercle plein représenté sur la figure correspond à la normale au plan moyen de la lame c'est-à-dire à la direction de compression.

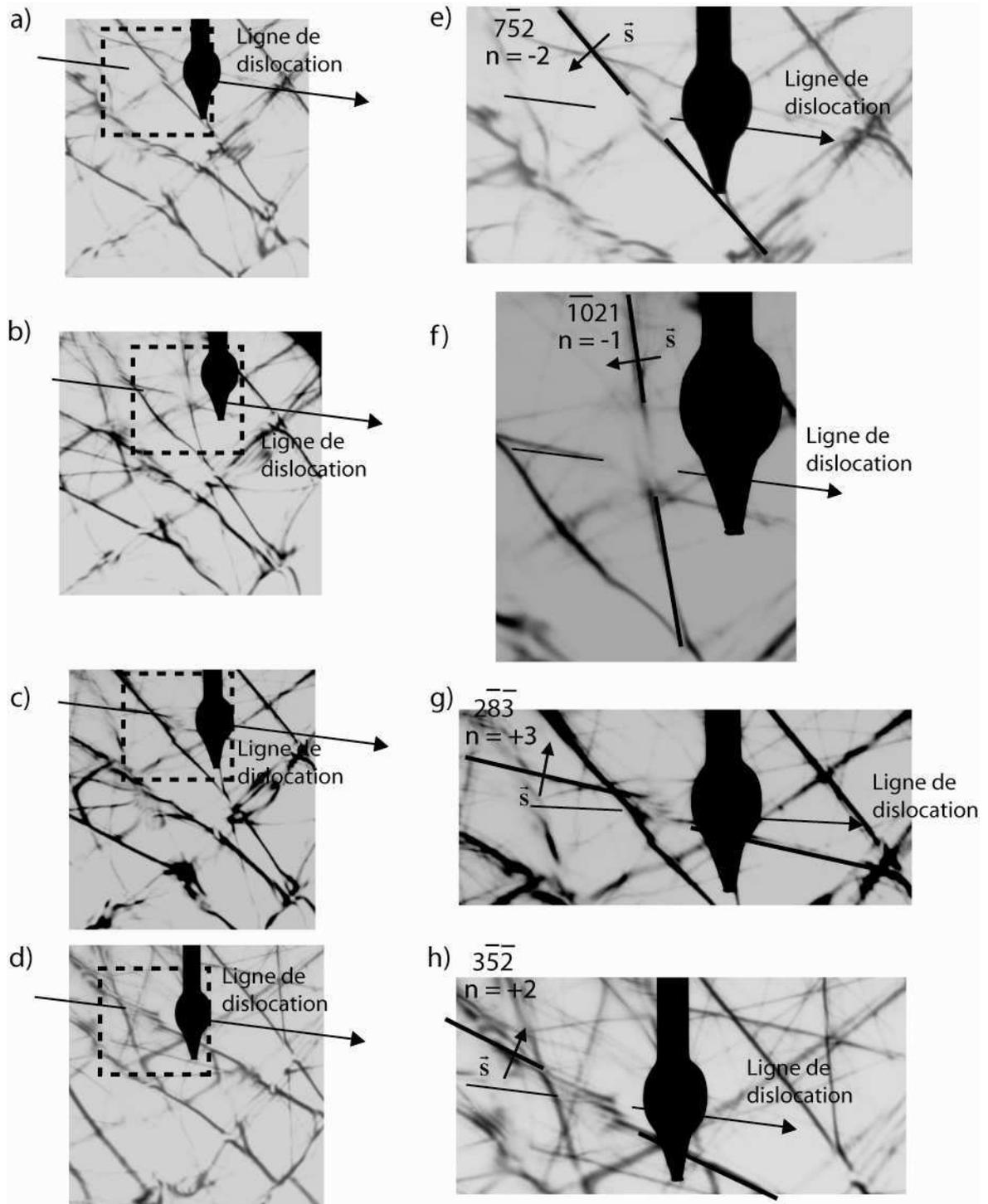


Figure III.23 : Dislocation de vecteur de Burgers $[00\bar{1}]$ déterminé en LACBED dans Dio12. a), b), c) et d) représentent les quatre lignes de Bragg interceptées par la dislocation. e), f), g), et h) sont respectivement les agrandissements des zones encadrées sur les images a), b), c), et d). Les indexations sont réalisées à partir de la simulation présentée sur la figure III.24 et réalisée grâce à ELECTRON DIFFRACTION.

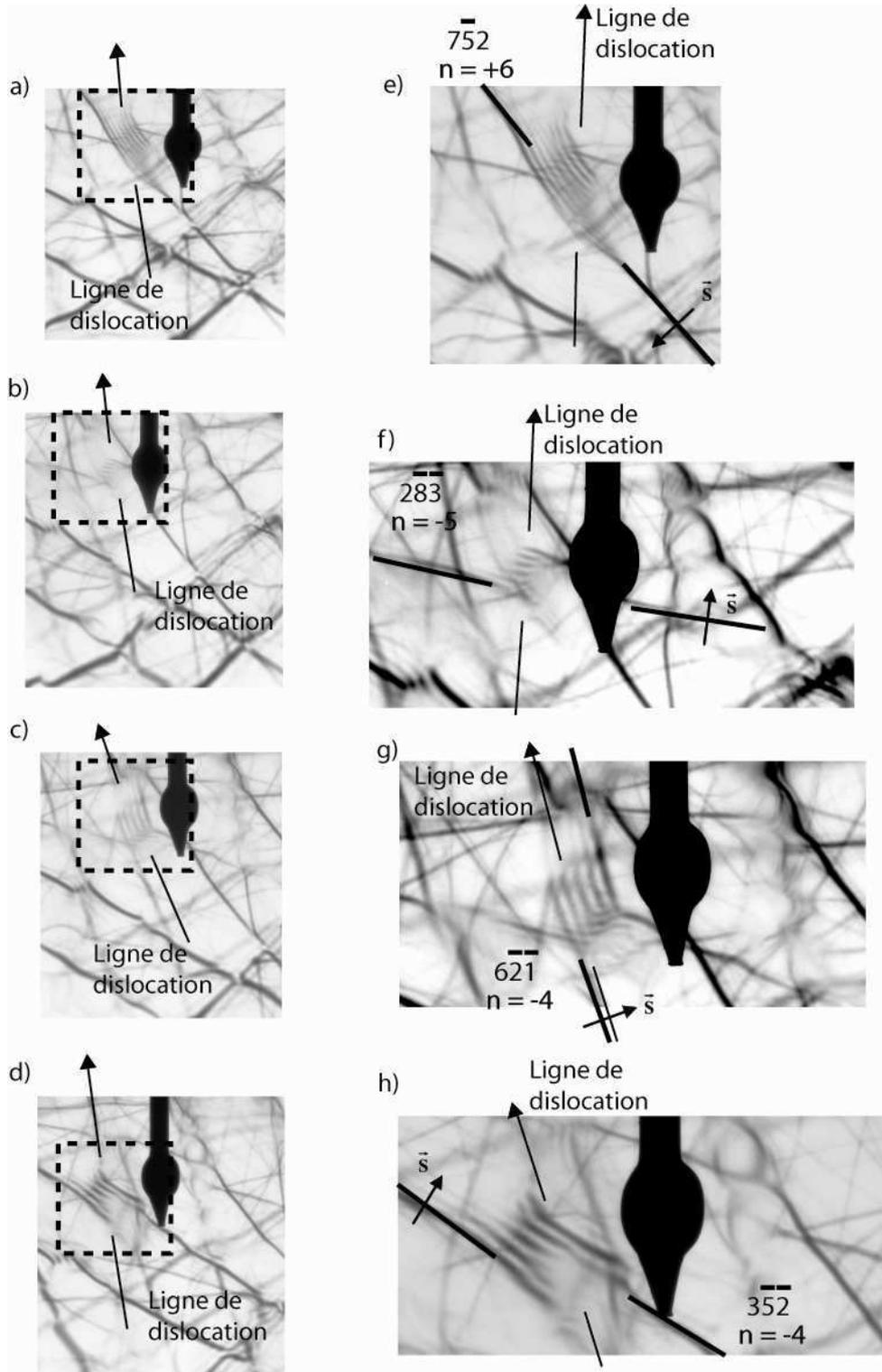


Figure III.25 : Dislocation de vecteur de Burgers $\frac{1}{2}[\bar{1}10]$ déterminé en LACBED dans Dio12. a), b), c) et d) représentent les quatre lignes de Bragg interceptées par la dislocation. e), f), g), et h) sont respectivement les agrandissements des zones encadrées sur les images a), b), c), et d). Les indexations sont réalisées à partir de la simulation présentée sur la figure III.26 et réalisée grâce à ELECTRON DIFFRACTION.

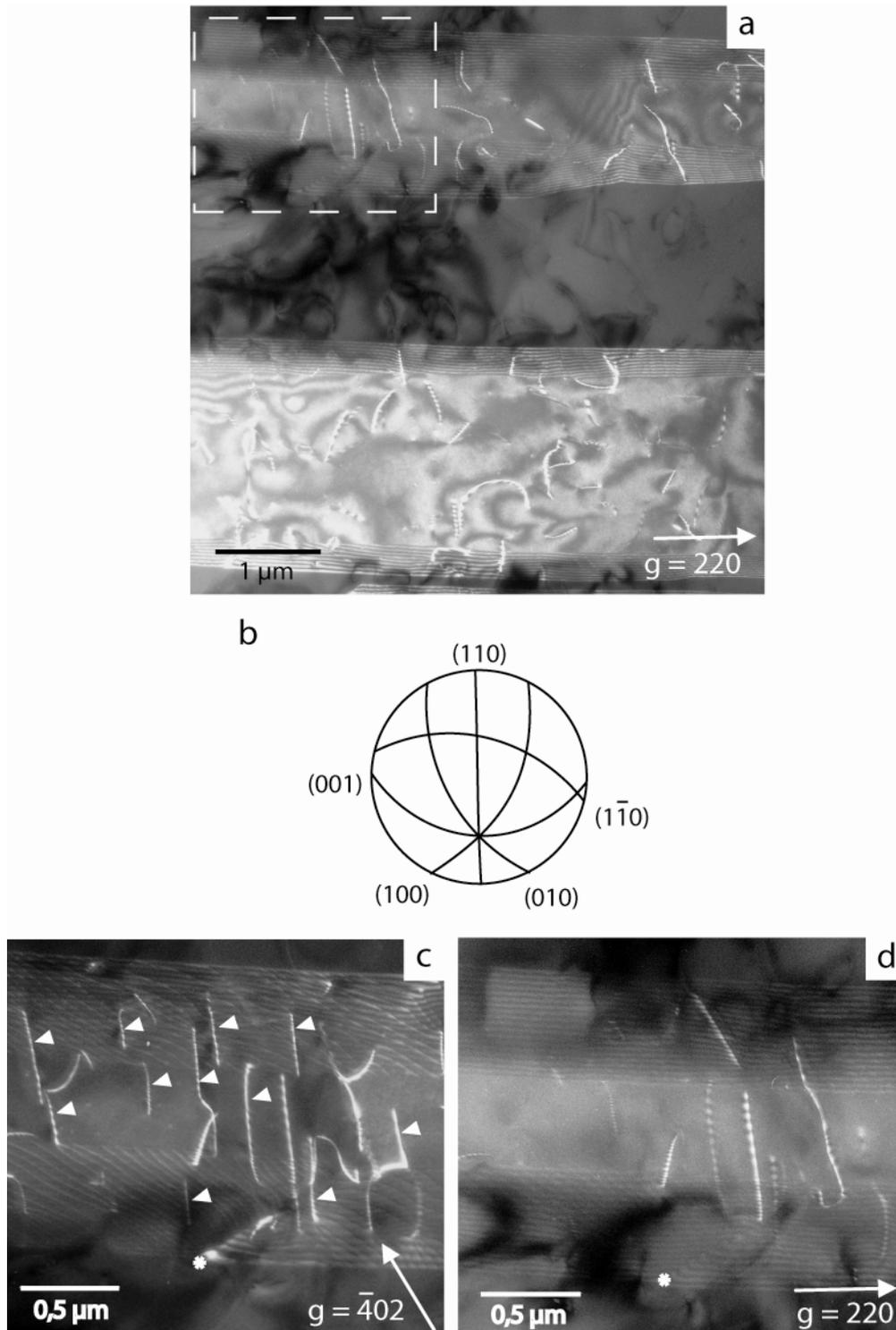


Figure III.27 : Images de MET (Champ sombre faisceau faible) et projection stéréographique. a) paroi de macle dans (001) – $g = 220$, b) projection stéréographique suivant la direction $[\bar{1}\bar{1}2]$ c) et d) images de la zone encadrée en pointillés sur la figure a) avec dislocations [001] (pointées par les triangles pleins) mises en contraste avec $g = \bar{4}02$ et hors contraste avec $g = 220$. Les astérisques sur les deux images c) et d) servent de repère.

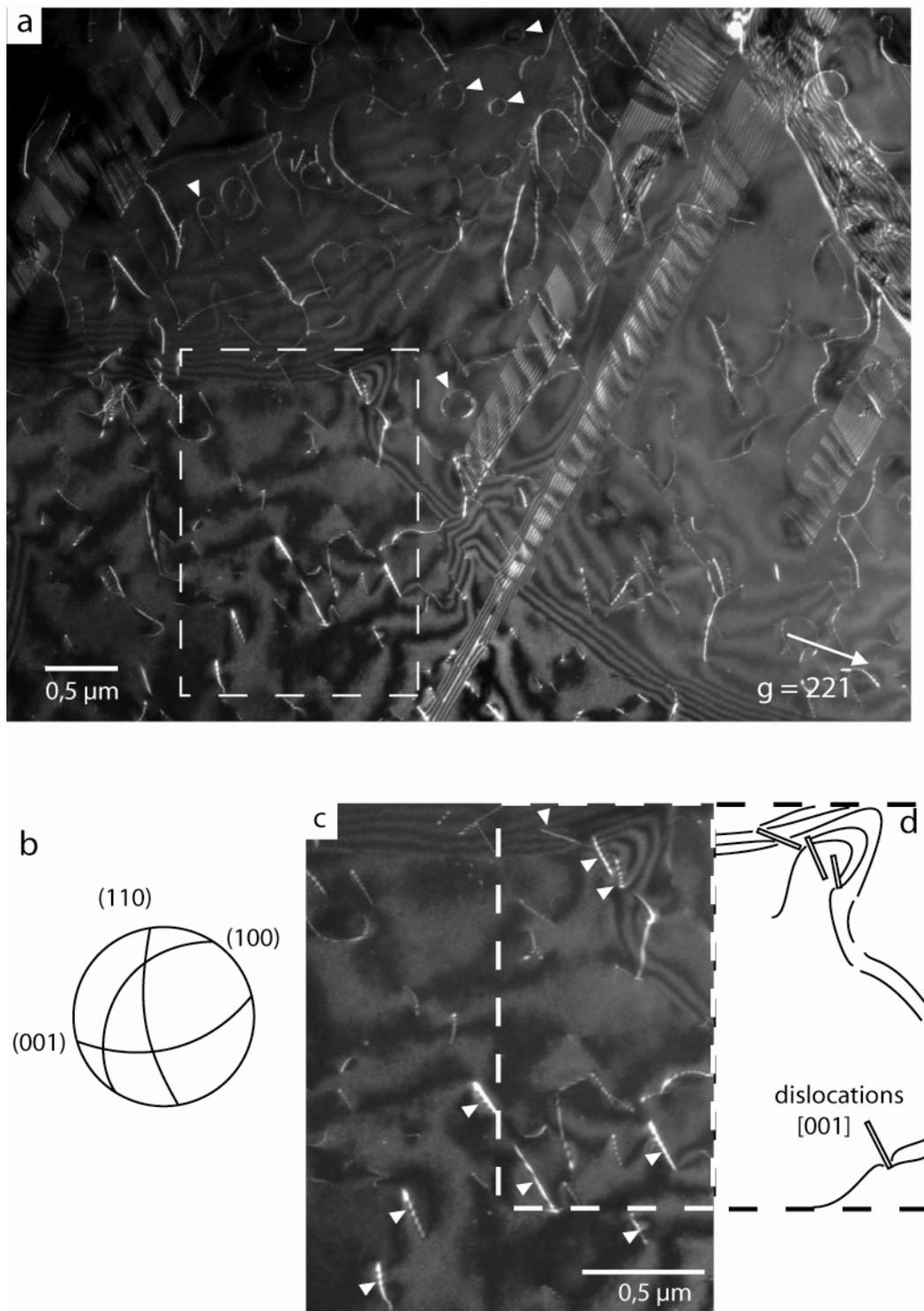


Figure III.28 : Images de MET. Champ sombre faisceau faible (WBDF). a) macles dans (100) – $g = 22\bar{1}$, les triangles pleins pointent les boucles ouvertes et fermées, b) projection stéréographique suivant la direction $[0\bar{1}2]$, c) images de la zone encadrée en pointillés sur la figure a) avec dislocations $[001]$ (pointées par les triangles pleins) et d) schéma des franges d'égal épaisseur de la zone encadrée en pointillés que la figure c) avec détermination du produit $|g.b|=1$.

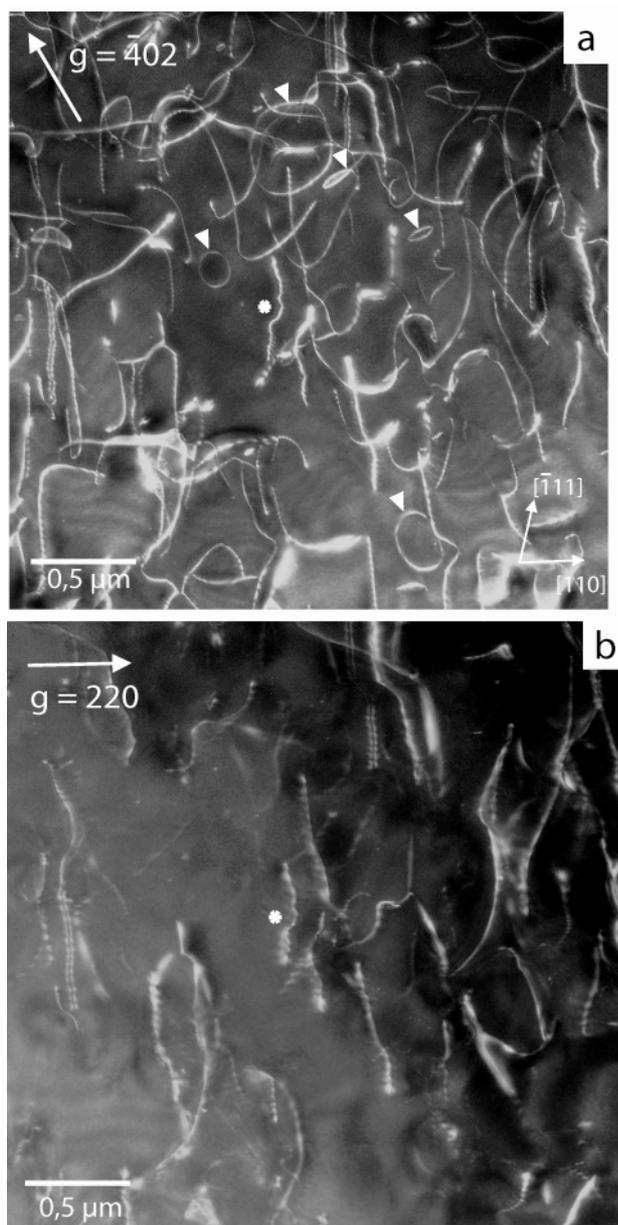


Figure III.29 : Images de MET. Champ sombre faisceau faible (WBDF) a) microstructure de l'échantillon - $g = \bar{4}02$ et b) : dislocations $\frac{1}{2}[110](\bar{1}\bar{1}0) - g = 220$. Les astérisques sur les deux images servent de repère.

L'observation de l'échantillon avec les vecteurs de diffraction $g = \bar{4}02$ et $g = 220$, nous a permis de mettre en évidence la présence de dislocations $\frac{1}{2}[110](\bar{1}\bar{1}0)$ sur la figure III.29.a et b. On peut également remarquer, sur les figures III.28.a et III.29.a, pointées par des triangles pleins, la présence de boucles ouvertes et fermées. Ces boucles sont éteintes sur la figure III.29.b, et semblent donc correspondre aux dislocations $\frac{1}{2}[\bar{1}\bar{1}0](110)$ sur la figure III.29.a., et aux dislocations $\frac{1}{2}[110](\bar{1}\bar{1}0)$ sur la figure III.28.a. On observe sur la figure III.29.b. (qui permet de révéler les dislocations $\frac{1}{2}[110]$), des dislocations dissociées avec une largeur de dissociation apparente de 25 nm.

II-3-Microstructures de l'échantillon Dio24

Cet échantillon a été orienté et carotté de manière à activer principalement les systèmes de glissement [100](010) et [010](100) avec des facteurs de Schmid maximums (voir partie II-2-1-2 du chapitre II) avec un axe de sollicitation parallèle à [110], ce qui correspond à l'orientation notée [3]. Ce monocristal a subi une déformation totale de 8% pour une pression de 8 GPa et deux températures de 1300°C et 1200°C. Préalablement à l'étude des microstructures, l'orientation de l'échantillon a été vérifiée en MET grâce au cliché de diffraction. La figure III.30 représente les clichés de diffraction expérimentaux ainsi que les clichés simulés à l'aide d'ELECTRON DIFFRACTION qui nous ont permis de déterminer la direction perpendiculaire au plan de la lame proche de la direction de compression. Cette direction représentée par le cercle plein sur la figure III.30 correspondant à $[5\bar{7}2]$ se situe à 13° de la direction $[\bar{1}\bar{1}0]$.

L'échantillon présente une densité de dislocation de l'ordre de 10^{13}m^{-2} . Les microstructures ont été étudiées en couplant l'observation en imagerie et la caractérisation des vecteurs de Burgers des dislocations en LACBED.

Dans cet échantillon Dio24, huit dislocations ont été caractérisées, dont cinq ayant un vecteurs de Burgers [100] et trois dislocations du type $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$. Les figures III.31 et III.32 illustrent la détermination du vecteur de Burger [100].

L'observation de l'échantillon avec un vecteur de diffraction $g = 002$ a permis de mettre en évidence la présence de dislocations [001] (Figures III.33). La direction des lignes et l'observation de demi boucles suggèrent que les dislocations de la figure III.33 glissent majoritairement dans les plans {110} et marginalement dans le plan (100) (Figure III.33.e)

Sur la figure III.34.a, est représentée une dislocation interceptant une frange d'égale épaisseur, dans le rectangle en traits pleins blanc, ce qui permet de déterminer la valeur de $|g.b|=1$. Sur cette image le vecteur de diffraction utilisé est $g = 3\bar{1}\bar{1}$, ce qui laisse deux possibilités pour le vecteur de Burgers de cette dislocation qui sont [010] ou [001]. Sur la figure III.34.b réalisée avec un $g = 310$, la dislocation est mise hors contraste et les franges d'égale épaisseur ne sont plus perturbées par la dislocation. Le vecteur de Burgers de cette dislocation est donc [001].

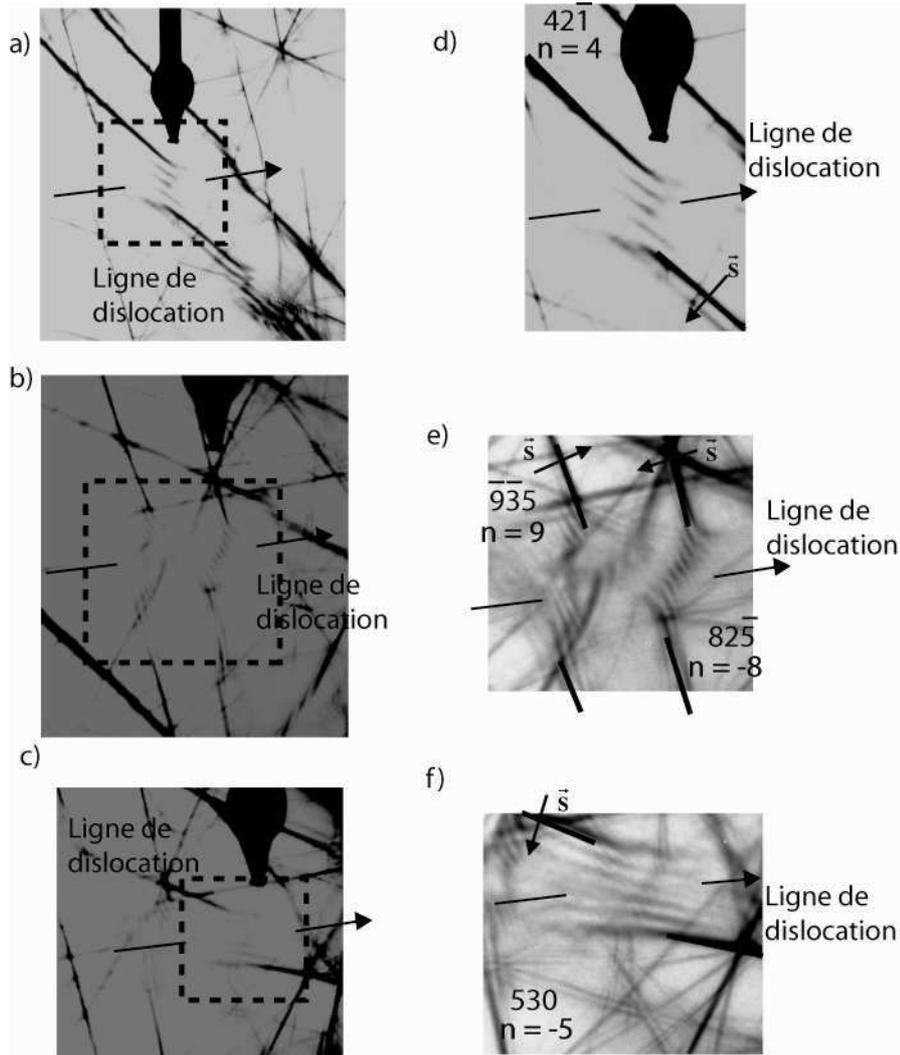
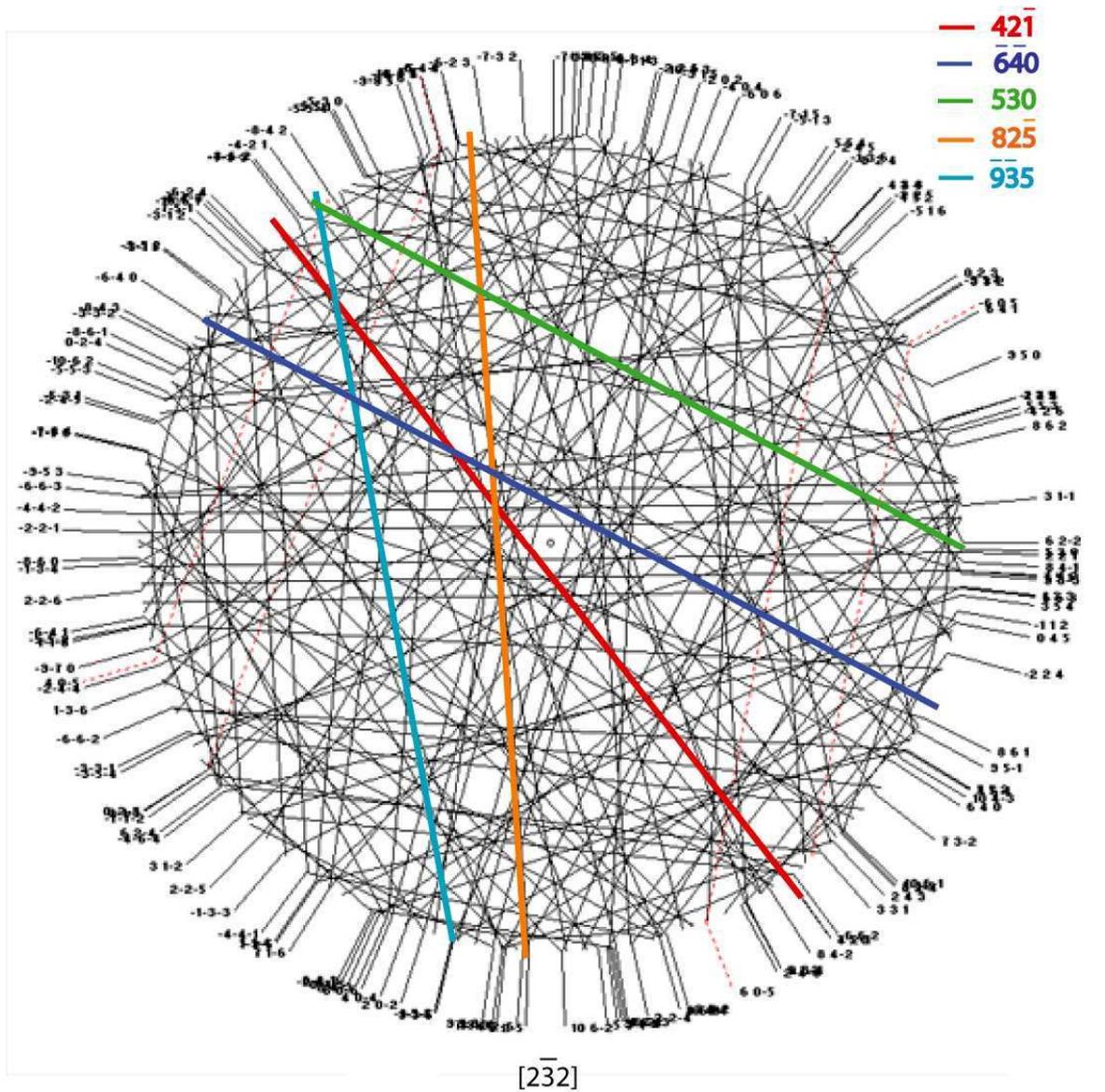


Figure III.31 : Dislocation de vecteur de Burgers $\bar{1}00$ déterminé en LACBED dans Dio24. a), b) et c) représentent les quatre lignes de Bragg interceptées par la dislocation. d), e) et f) sont respectivement les agrandissements des zones encadrées sur les images a), b) et c). Les indexations sont réalisées à partir de la simulation présentée sur la figure III.32 réalisée grâce à ELECTRON DIFFRACTION.



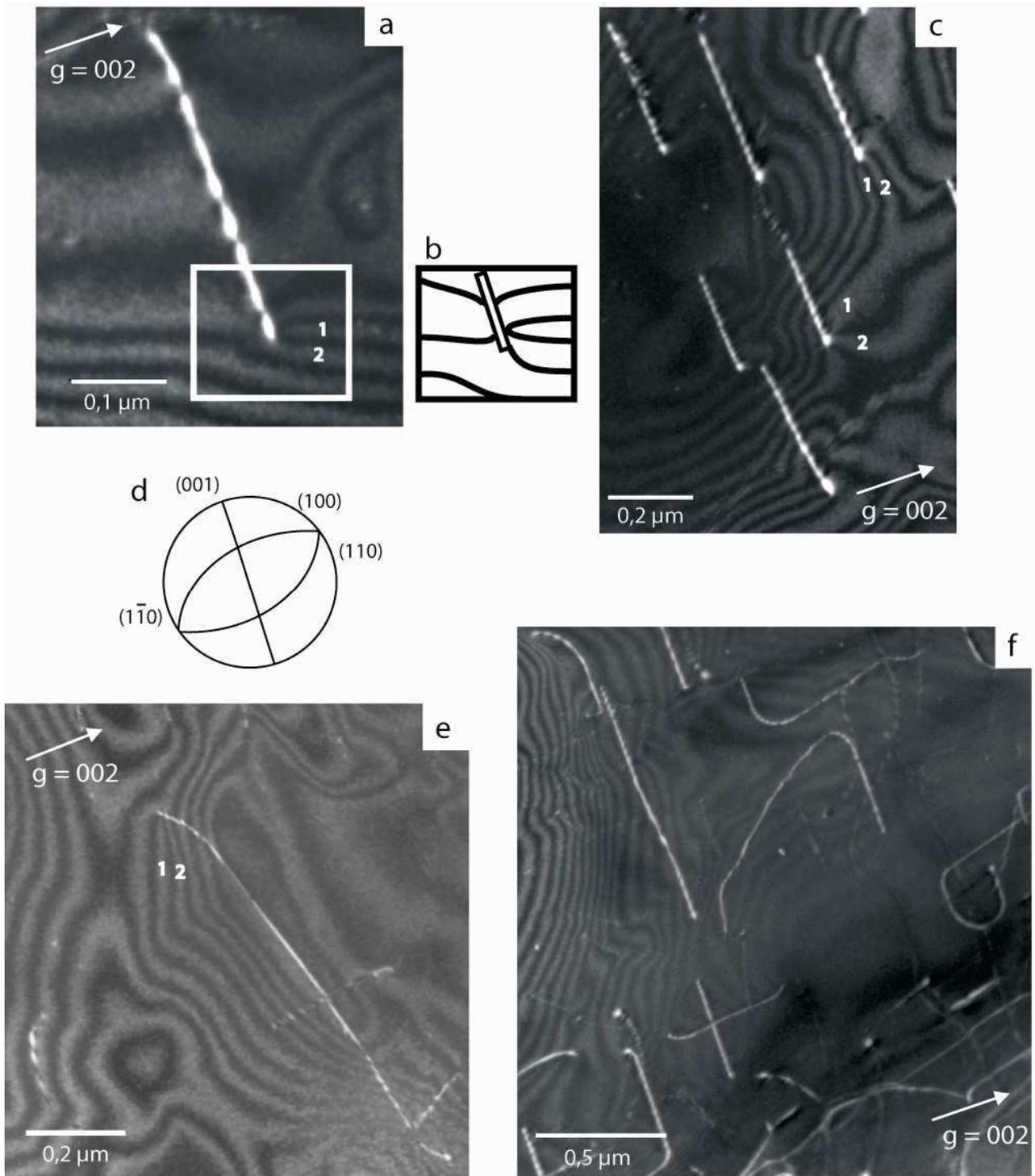


Figure III.33 : Images de MET. Champ sombre faisceaux faibles (WBDF). Dislocations $[001]$ avec $g = 002$
 a) le rectangle met en évidence les lignes d'égal épaisseur avec b) représentation schématique de la zone encadrée sur a); e) et f) dislocations $[001]$ avec $g = 002$ proche de l'axe de zone $[0\bar{1}0]$ et d) projection stéréographique selon la direction $[0\bar{1}0]$. Les numéros sur les figures a), b) et e) comptabilisent le nombre de franges d'égal épaisseur coupées par la dislocation.

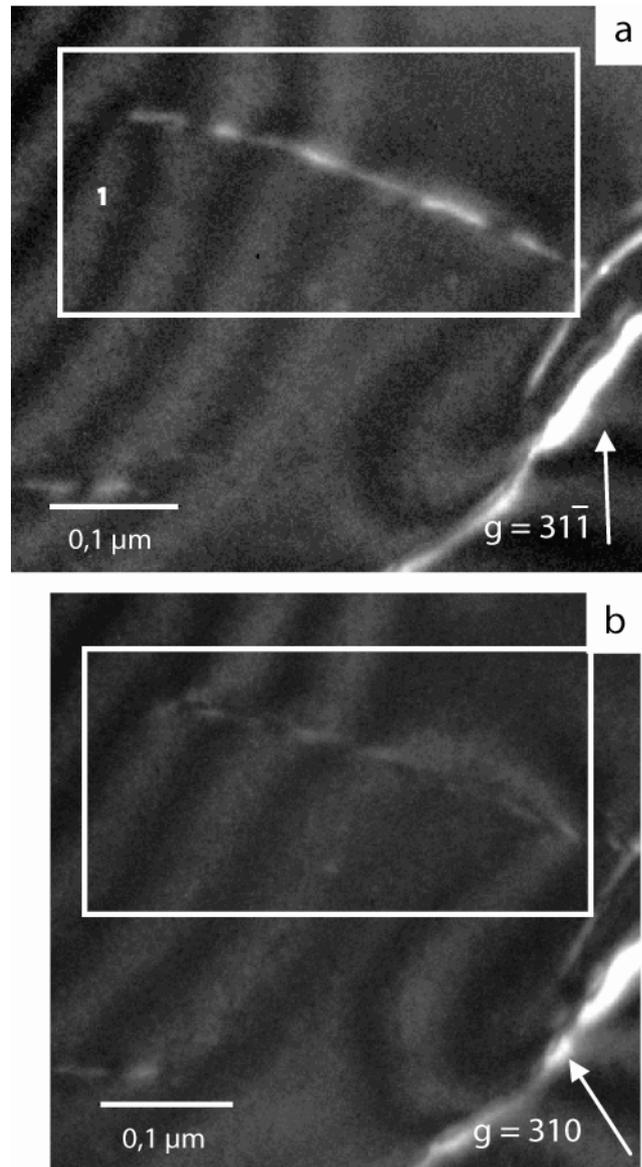


Figure III.34 : Images de MET. Champ sombre faisceau faible (WBDF) a) : dislocation interceptant une frange d'égal épaisseur $g = 3\bar{1}\bar{1}$, soit un produit $|g.b|=1$. Cette dislocation a un vecteur de Burgers $[010]$ ou $[001]$ et b) : La dislocation ne perturbe pas les franges d'égal épaisseur avec $g = 310$. Elle est hors contraste. Cette dislocation est donc caractérisée par un vecteur de Burgers $[001]$.

L'utilisation de la méthode des franges d'Ishida nous a permis de mettre en évidence la présence de dislocations de vecteurs de Burgers $[010]$ qui n'avait pas été caractérisées en LACBED. Sur la figure III.35.a est représentée une dislocation interceptant une frange d'égal épaisseur avec un vecteur de diffraction $g = 3\bar{1}\bar{1}$. La représentation schématique sur la figure III.35.b, correspondant à la zone encadrée sur la figure III.35.a, permet de déterminer un produit $|g.b|=1$, ce qui laisse deux possibilités pour le vecteur de Burgers qui sont $[010]$ et $[001]$. L'observation de la même zone avec $g = 310$ sur la figure III.35.c, nous permet d'observer (dans le rectangle blanc) que cette dislocation est toujours en contraste et qu'elle intercepte

également dans ce cas une frange d'égale épaisseur, schématiquement représenté sur la figure III.35.d. Cette dislocation possède donc un vecteur de Burgers [010]. Bien que les systèmes de glissement mettant en jeu les dislocations [010] possèdent un facteur de Schmid proche du maximum dans cette orientation [3], l'observation de l'échantillon Dio24 n'a permis de mettre en évidence qu'une très faible quantité de dislocations [010].

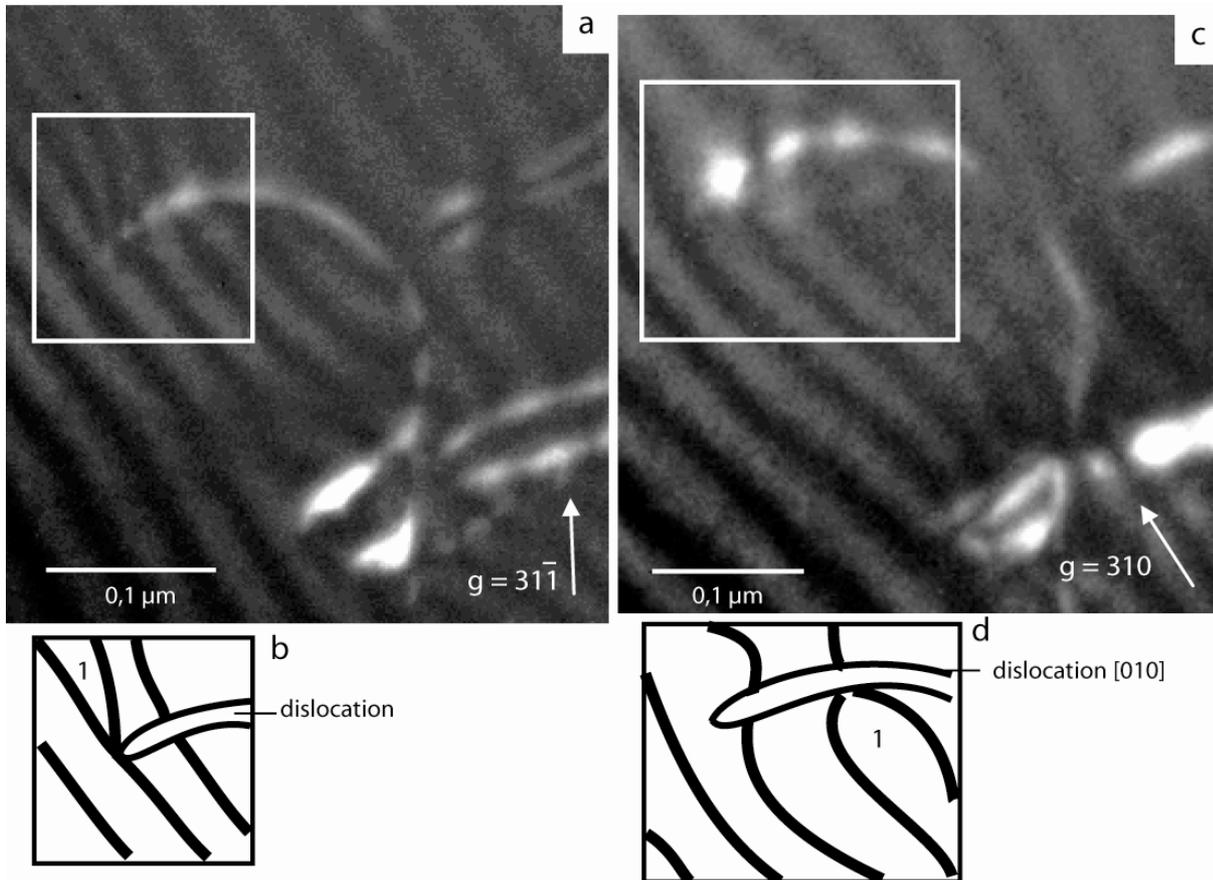


Figure III.35 : Images de MET. Champ sombre faisceau faible (WBDF) a) : dislocation interceptant une frange d'égale épaisseur dans le rectangle en pointillés blanc - $g = 31\bar{1}$, soit un produit $|g.b| = 1$. Cette dislocation à un vecteur de Burgers [010] ou [001] et b) : la dislocation reste en contraste avec $g = 310$ et intercepte toujours une frange d'égale épaisseur dans le rectangle en pointillés blanc. Cette dislocation est donc caractérisée par un vecteur de Burgers [010].

Le deuxième système de glissement ayant un facteur de Schmid maximum dans l'orientation [3] met en jeu les dislocations [100]. Elles ont été caractérisées en LACBED.

L'identification de ces dislocations [100] en imagerie à été réalisées grâce aux franges d'égale épaisseur. Sur la figure III.36, est encadrée une dislocation recoupant trois franges d'égale épaisseur avec $g = 31\bar{1}$. Cette dislocation possède donc un vecteur de Burgers [100]. Ces dislocations sont très représentatives de la microstructure de cet échantillon déformé dans l'orientation [3]. Comme on peut le remarquer sur les figures III.36 et III.37 a et b, les dislocations [100] sont très sinueuses et semblent parfois dissociées avec des

largeurs de dissociation variables. De plus, comme on peut le voir sur la figure III.38, l'intensité du contraste varie beaucoup le long de la ligne de dislocation [100].

Tout comme dans les microstructures des deux autres échantillons étudiés, la présence de sous-joints de grain en formation (Figure III.39) à été mise en évidence en MET. Ces microstructures sont présentes en faible proportion dans cet échantillon.

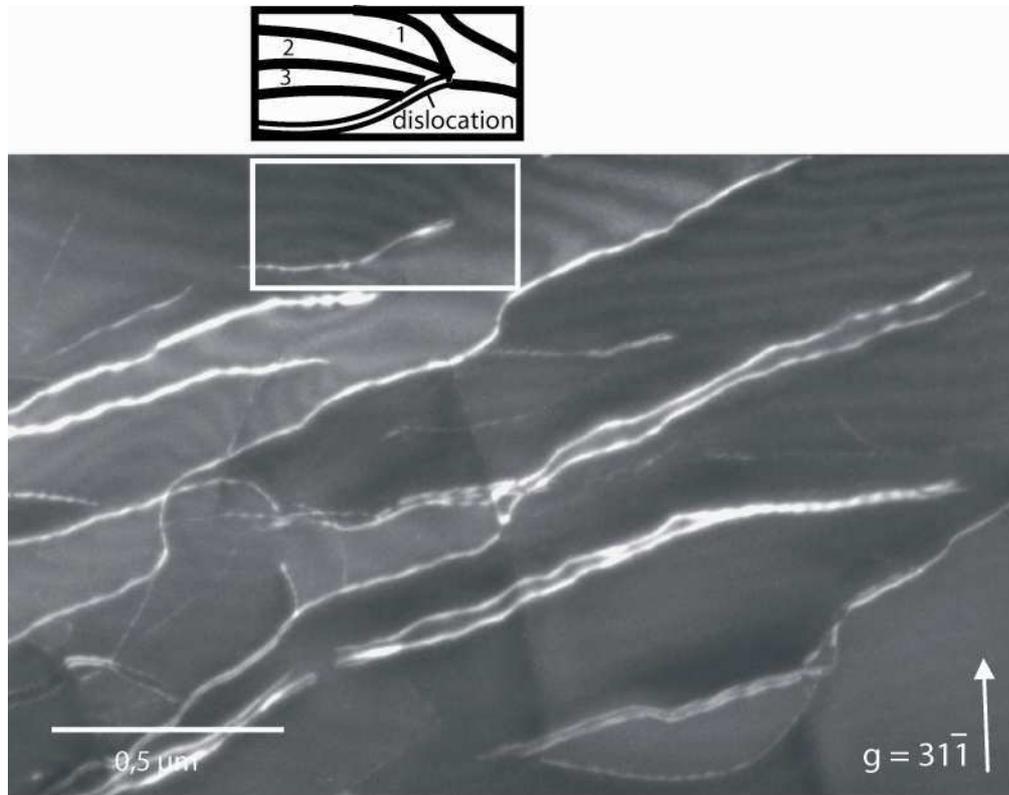


Figure III.36 : Image de MET. Champ sombre faisceau faible (WBDF) a) : dislocation [100] interceptant trois franges d'égale épaisseur dans le rectangle en pointillés blanc. Dissociation des dislocations [100] – $g = 31\bar{1}$

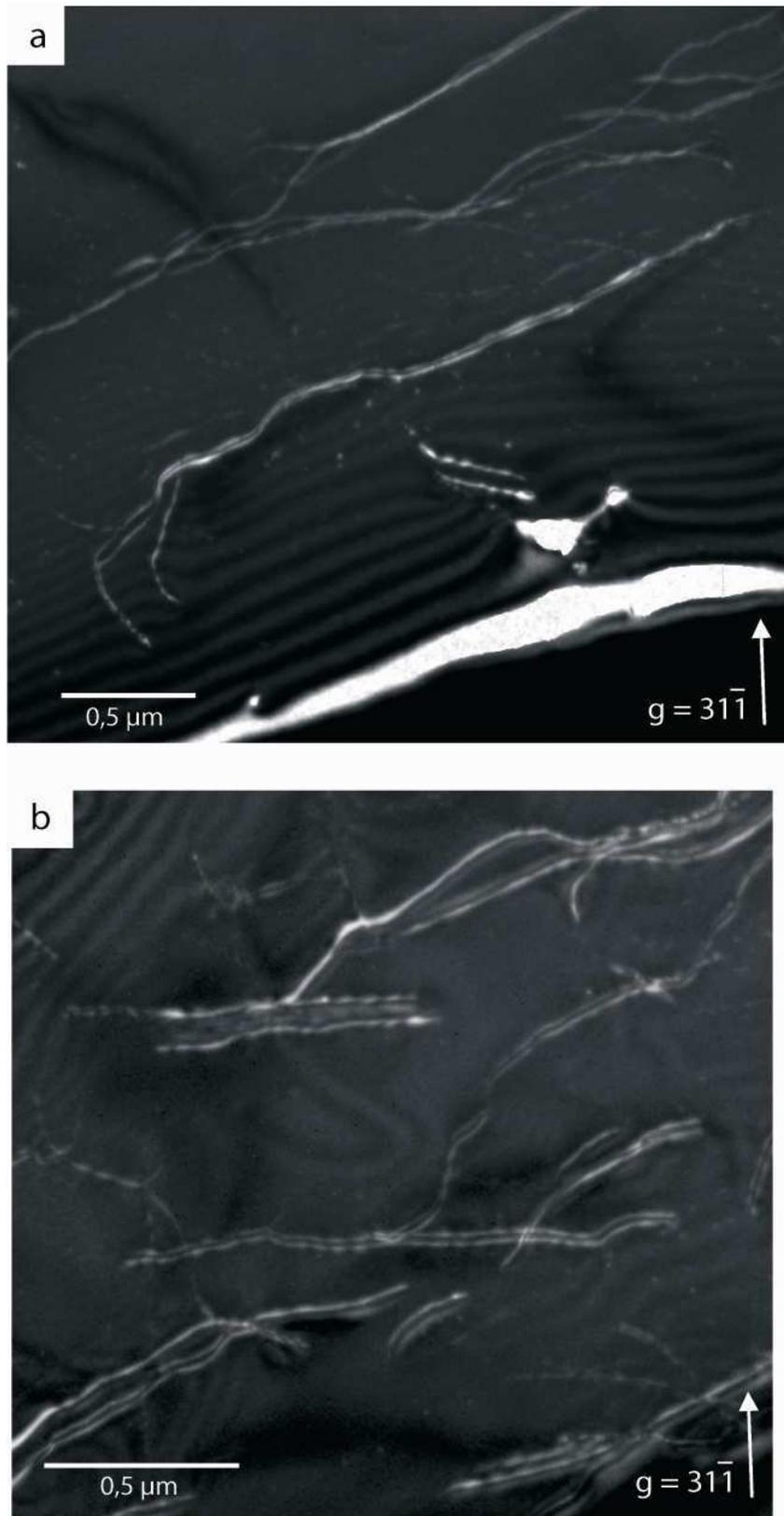


Figure III.37 : Image de MET. Champ sombre faisceau faible (WBDF) a) et b) dissociation des dislocations $[100] - g = 31\bar{1}$

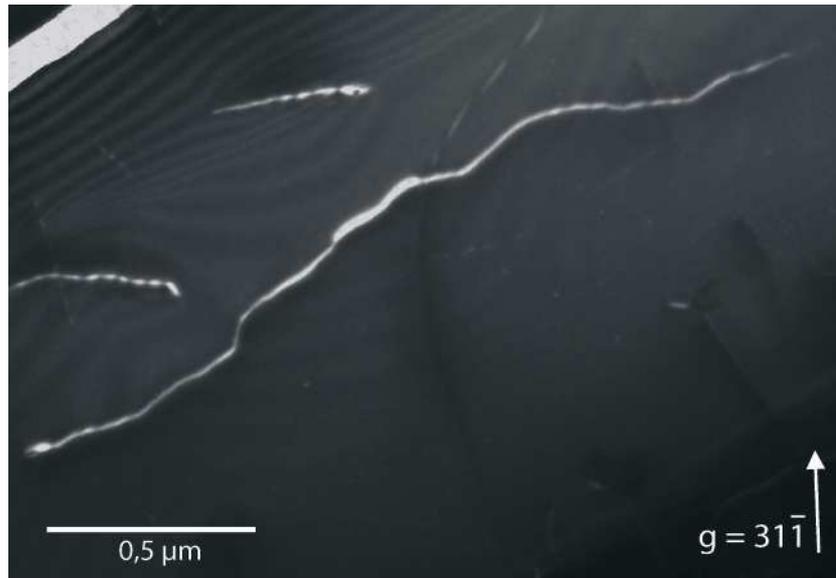


Figure III.38 : Image de MET. Champ sombre faisceau faible (WBDF). dislocations $[100]$ présentant une variation d'intensité de long de la ligne de dislocation – $g = 31\bar{1}$



Figure 39 : Image de MET. Champ sombre faisceau faible (WBDF). Sous – joint de grain en formation – $g = 002$.

III – Expériences de déformation sur polycristaux de diopside

Suite aux expériences réalisées sur monocristaux, deux expériences de déformation sur des polycristaux de diopside ont été réalisées durant ce travail avec pour objectifs de créer des textures au sein du polycristal de manière à pouvoir analyser les orientations préférentielles en utilisant l'Electron BackScatter Diffraction (EBSD).

III-1 – Les expériences de déformation

Pour les expériences sur polycristaux de diopside, l'échantillon consiste en trois polycristaux, un de diopside au centre de l'assemblage et deux d'olivine de San Carlos encadrant celui-ci. Les conditions de ces deux expériences de déformation Dio20 et Dio23 sont présentées dans le tableau III.12.

Nom de l'expérience	Chargement	Longueur du polycristal avant déformation (µm)	Déformation totale du polycristal (%)	Pression nominale (GPa)	Température (°C)	Marqueur de contrainte
Dio20	polycristal	650	40	~ 8	1400 1200	Olivine de San Carlos + pistons d'alumine
Dio23	polycristal	670	34	~ 8	1400	Olivine de San Carlos + pistons d'alumine

Tableau III.12 : Conditions des expériences de déformation réalisées sur des polycristaux de diopside.

Ces expériences sur polycristaux ont été réalisées dans les mêmes conditions que celle effectuées sur monocristaux. La pression d'huile dans le vérin principal est de 50t et deux températures, 1200°C et 1400°C ont été étudiées.

Les mesures de déformation *in situ* sont réalisées sur les radiographies-X du polycristal de diopside central ainsi que des polycristaux d'olivine de San Carlos situées à ses extrémités (Figure III.40). Les détails quant à la mesure de la déformation ainsi que les incertitudes sur cette mesure sont expliquées en détail dans la partie I-1-1-1 de ce chapitre.

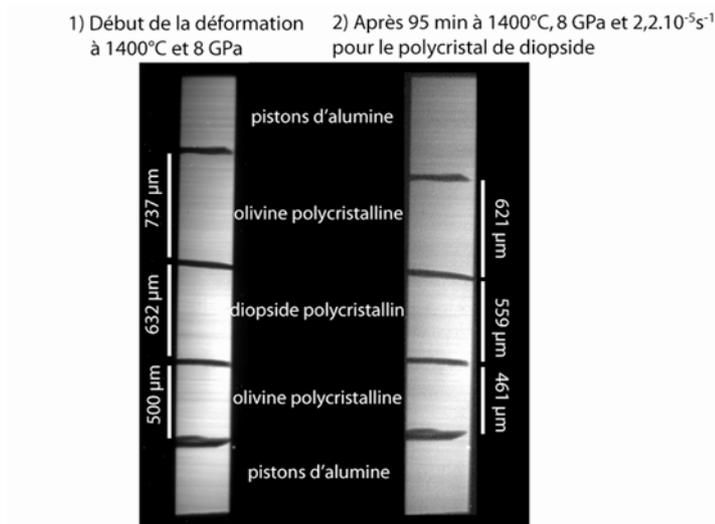


Figure III 40 : Images en radiographie-X de l'échantillon Dio20 à 8 GPa (50 t) et 1400°C 1) avant déformation et 2) après déformation.

La mesure de la déformation sur les échantillons polycristallins des expériences Dio20 et Dio23 est effectuée en utilisant la même méthode que celle utilisée sur les échantillons monocristallins. Les feuilles de rhénium, en noir sur les radiographies-X absorbent fortement le faisceau et servent de marqueurs de déformation. Cette méthode de mesure induit des incertitudes de 4 à 6 pixels, ce qui correspond, en fonction de la résolution de l'image, à une incertitude de 10 à 14 microns sur la longueur totale des polycristaux. Cette incertitude sur la mesure est inférieure à 2,5% de la longueur totale des polycristaux.

Les courbes de déformation totale calculées en fonction du temps pour les polycristaux de diopside et d'olivine de San Carlos de l'expérience Dio20 sont représentées sur la figure III.41. Les valeurs calculées pour les polycristaux d'olivine situés au-dessus et au-dessous du polycristal de diopside sont représentées en gris clair et gris foncé respectivement. Les losanges noirs correspondent aux valeurs de déformation totale calculées pour le polycristal de diopside. Les valeurs de vitesses de déformation apparaissent sur la figure III.41 dans la couleur du polycristal auxquelles elles correspondent. Pour des conditions de température de 1400°C et de pression de 8 GPa, les vitesses de déformation calculées pour les trois polycristaux présents dans l'assemblage sont quasiment similaires. Par contre pour une température de 1200°C et une pression de 8 GPa, le polycristal de diopside se déforme à une vitesse plus grande que les polycristaux d'olivine de San Carlos.

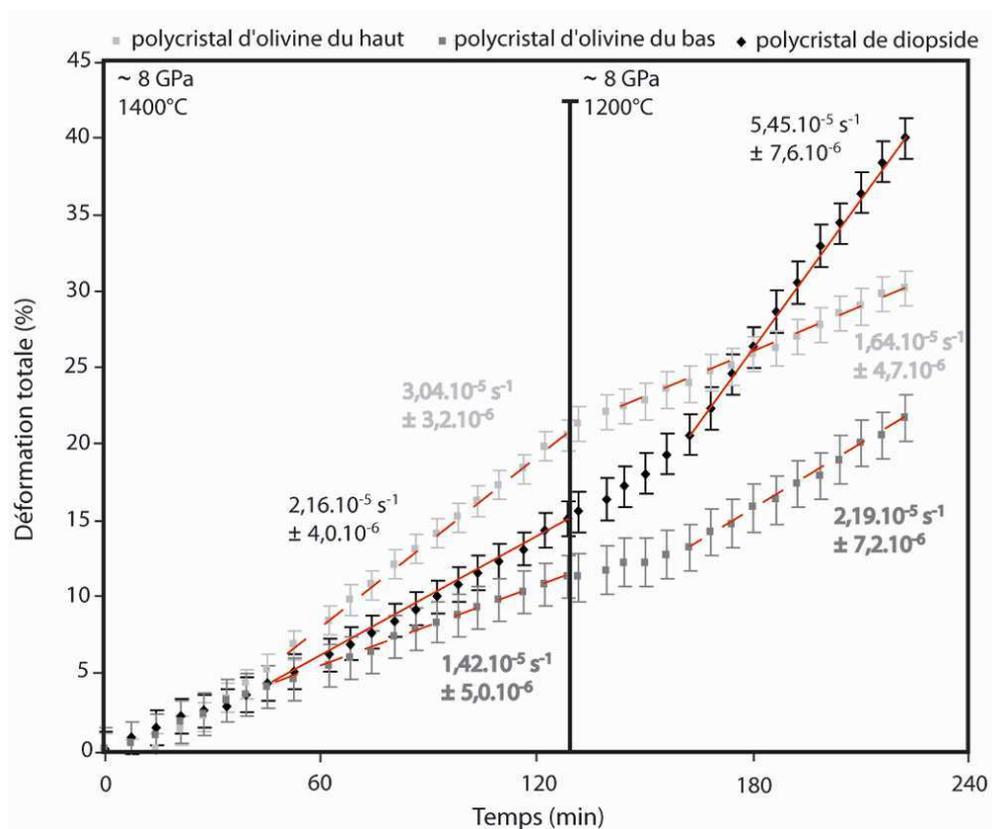


Figure III.41 : Déformation totale des polycristaux de diopside et d'olivine de San Carlos Dio20 en fonction du temps pour des températures de 1400°C et 1200°C à une pression de 8GPa. Les carrés gris clairs et gris foncé correspondent aux valeurs pour le polycristal d'olivine du haut et du bas respectivement. Les losanges noirs représentent les valeurs pour le polycristal de diopside.

Dans les expériences Dio20 et Dio23, les valeurs de contrainte différentielle et de pression sont déduites de la variation des distances inter-réticulaires dans les pistons d'alumine et dans les polycristaux d'olivine de San Carlos. Les spectres de diffraction obtenus sur les polycristaux de diopside et d'olivine de San Carlos ne sont pas toujours exploitables en raison d'une très forte croissance des grains. La méthode de calcul de la contrainte différentielle et de la pression est décrite plus en détails dans la partie III-3-2 du Chapitre II ainsi que dans la partie I-1-1-2 de ce chapitre. Les valeurs de contrainte différentielle et de pression calculées à partir des données de diffraction obtenues sur les pistons d'alumine ainsi que sur les polycristaux d'olivine de l'expérience Dio20 sont représentées sur les figures III.42 et III.43 respectivement.

Dans la partie supérieure des figures III.42 et III.43 sont représentées les valeurs des contraintes différentielles calculées en losange gris pour le piston d'alumine du haut et le polycristal d'olivine du haut et en carrés noirs pour le piston d'alumine du bas et le polycristal d'olivine situé au-dessous de l'échantillon de diopside. Dans la partie inférieure de ces figures sont représentées les valeurs de pression correspondantes pour les deux pistons et les deux polycristaux d'olivine. La ligne en pointillés représente le changement des conditions de déformation pendant l'expérience soit une diminution de la température de 1400°C à 1200°C.

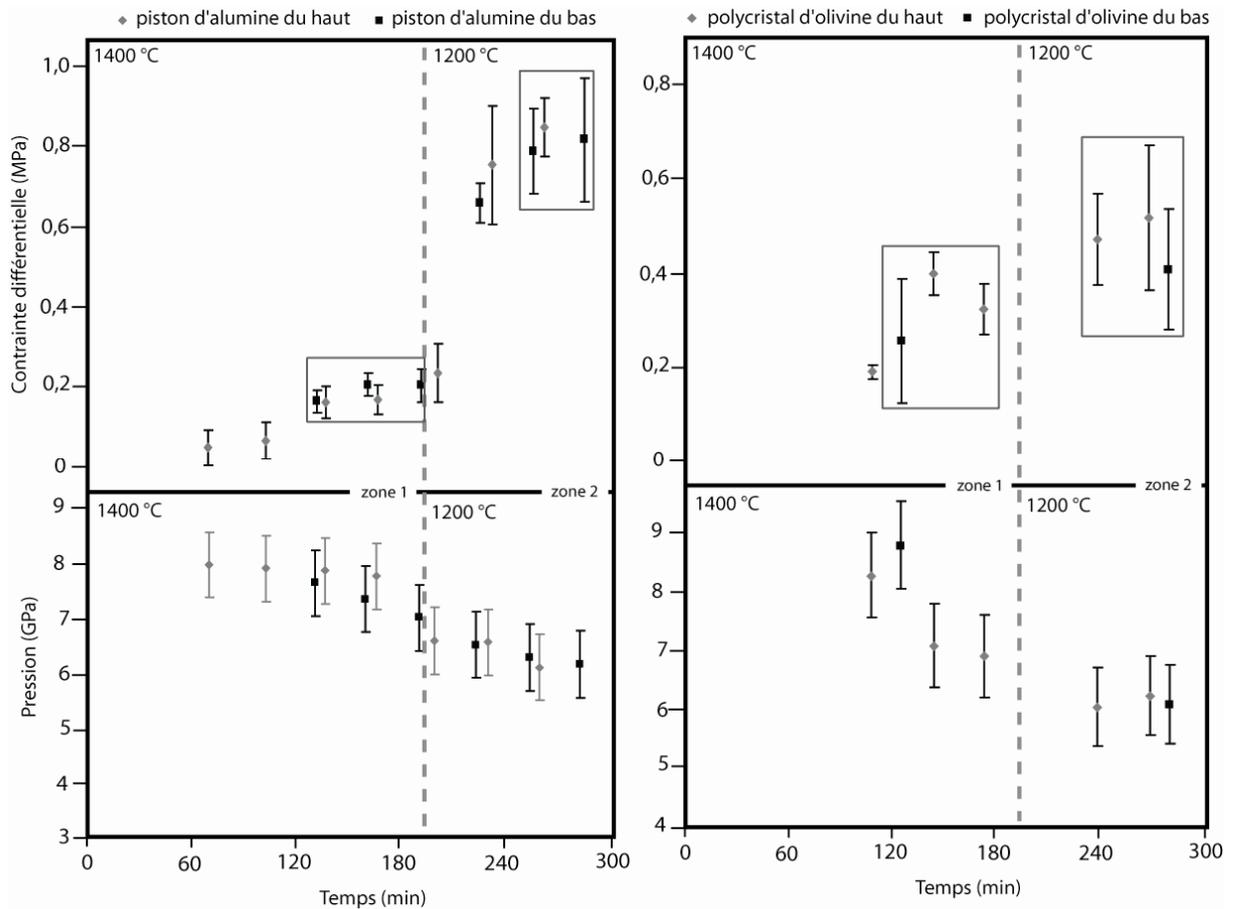


Figure III.42 à gauche : Pression et contrainte différentielle calculées à partir des distances inter-réticulaires pour le piston d'alumine du haut en losanges gris et pour le piston d'alumine du bas en carrés noirs dans l'expérience Dio20.

Figure III.43 à droite : Pression et contrainte différentielle calculées à partir des distances inter-réticulaires pour le polycristal d'olivine de San Carlos du haut en losanges gris et pour celui du bas en carrés noirs dans l'expérience Dio20.

La ligne verticale en pointillés représente le changement de conditions de déformation.

Les données déterminées à partir des diffractions réalisées sur les pistons d'alumine sont plus importantes en nombre que celles déterminées à partir des polycristaux d'olivine en raison de la faible qualité des spectres de diffractions sur ces derniers dû à la croissance des grains. Dans le cas de spectres de diffraction utilisables, leur faible qualité engendre de grandes incertitudes sur les valeurs de contraintes différentielles. Pour la seconde expérience de déformation sur polycristal de diopside, Dio23, le traitement des données de diffraction obtenues à partir des polycristaux d'olivine et de diopside a mis en évidence le même phénomène de croissance de la taille de grains, rendant dans la plupart des cas, les spectres de diffraction difficilement exploitables.

Les valeurs finales de contraintes différentielles et de pression en fonction des conditions de déformation pour les expériences réalisées sur polycristaux de diopside sont rassemblées dans le tableau III.13.

Nom de l'expérience	Points expérimentaux	Pression (GPa)	Température (°C)	Vitesse de déformation (10^{-6} s^{-1})	Contrainte (MPa)
Dio20 polycristal	20-1	$7,6 \pm 0,6$	1400 ± 100	$21,6 \pm 4,0$	180 ± 52^{ab}
	20-2	$6,2 \pm 0,2$	1200 ± 100	$54,5 \pm 7,6$	690 ± 30^{ab}
Dio23 polycristal	23-1	$7,8 \pm 0,9$	1400 ± 100	$40,0 \pm 2,1$	222 ± 222^{ab}

Tableau III.13 : Données mécaniques pour les expériences réalisées sur polycristaux de diopside. ^a pistons d'alumine comme marqueurs de contrainte et ^b polycristaux d'olivine comme marqueurs de contrainte.

III-2 – Les résultats obtenus grâce à l'EBS

Les échantillons polycristallins Dio20 et Dio 23 ont été étudiés en utilisant la méthode de l'EBS (Electron Backscatter Diffraction). Chacun des deux polycristaux cylindriques à été coupé dans le sens de la hauteur c'est à dire parallèlement à l'axe de sollicitation. De ce fait, chacune des expériences de déformation Dio20 et Dio23 permet d'obtenir deux demi-cylindres dont les orientations cristallographiques préférentielles ont été caractérisées.

Les résultats obtenus pour les polycristaux de diopside des expériences Dio20 et Dio23 sont présentés sur les figures III.44 et III.45. Sur ces figures, l'axe de compression à été aligné avec l'axe Z. On peut noter une forte concentration des pôles (010) et des axes [001] respectivement perpendiculairement au plan X-Y et parallèle à l'axe X. Alors que les axes [100] et les plans (110) semblent être orientés plus ou moins aléatoirement sur la figure III.44, ils semblent être respectivement parallèles au plan X-Y et parallèles à l'axe Z sur la figure III.45.

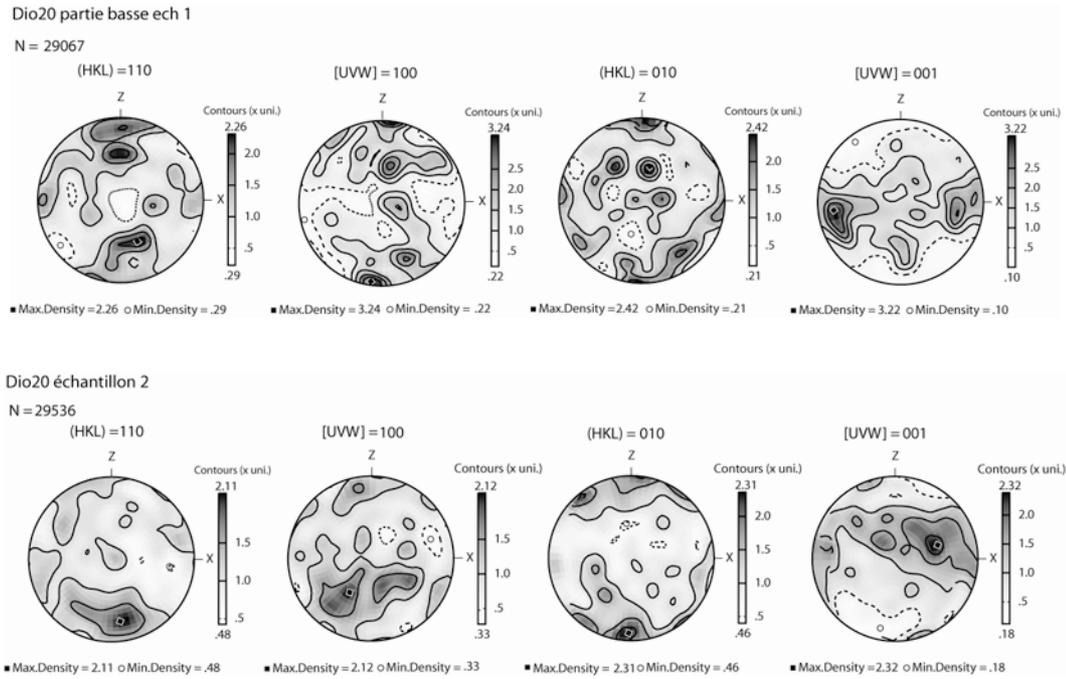


Figure III.44 : Figure de pôle à partir des résultats d'EBSD pour le polycristal de diopside de l'expérience Dio20 déformé de 40% à 8 GPa et pour deux températures de 1400°C et 1200°C. L'axe de sollicitation est aligné avec Z. Les intervalles entre les contours sont des multiples de 0,5 avec une distribution uniforme.

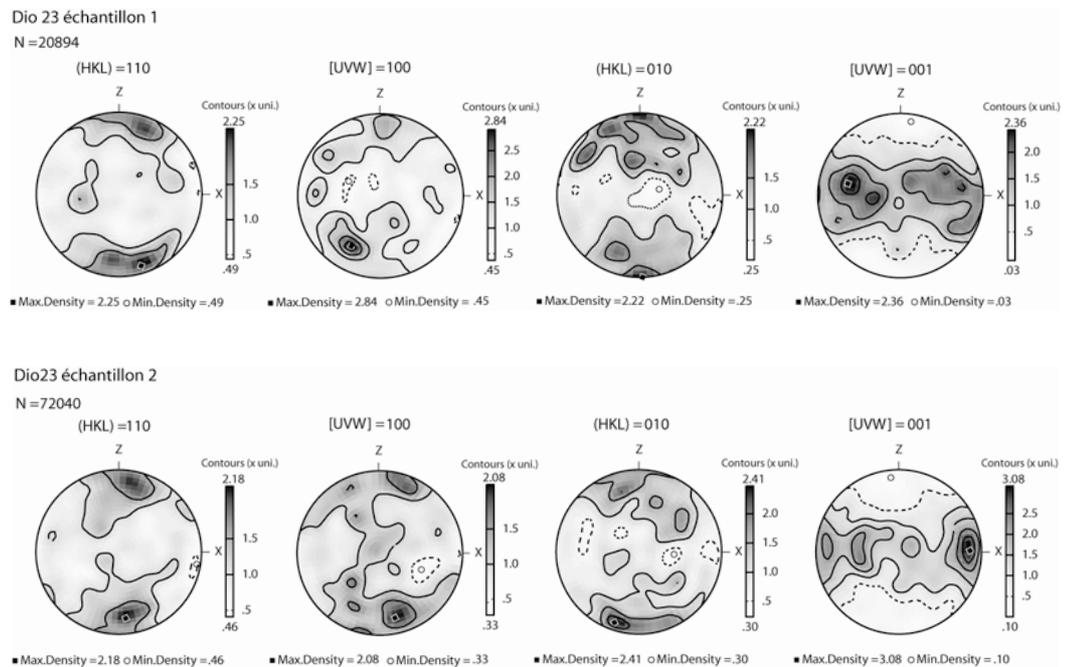


Figure III.45 : Figure de pôle à partir des résultats d'EBSD pour le polycristal de diopside de l'expérience Dio23 déformé de 34% à 8 GPa et pour une température de 1400°C. L'axe de sollicitation est aligné avec Z. Les intervalles entre les contours sont des multiples de 0,5 avec une distribution uniforme.

Chapitre IV

Discussion

I – Les expériences de déformation haute pression – haute température en D-DIA

Depuis une dizaine d'années, de grands progrès ont été réalisés dans le domaine de la déformation à haute pression et haute température. Des expériences sous pression quasi-hydrostatique sont maintenant réalisables et ce avec une grande diversité de techniques allant des presses multi-enclumes à la cellule à enclumes de diamant en passant par la D-DIA ainsi que la RDA. Ces outils nous permettent aujourd'hui de déterminer les propriétés mécaniques des minéraux dans les conditions pression-température correspondant à l'ensemble du manteau terrestre.

Les expériences de déformation sous pression de monocristaux de diopside orientés de cette étude ont entièrement été réalisées grâce à la D-DIA. Les avancées technologiques et l'expérience accumulée sur cet appareil dans les dernières années permettent aujourd'hui de réaliser des expériences de déformation en routine et ce jusqu'aux conditions pression et température du manteau supérieur. Les quelques limitations qui restent actuellement et qui sont en cours d'étude par la communauté seront détaillées dans la première partie de ce chapitre. Les résultats obtenus sur la déformation des monocristaux de diopside, les microstructures observées ainsi que leurs implications géophysiques seront ensuite détaillés dans une seconde partie.

I-1-Les expériences de déformation sous pression en D-DIA

Les expériences de déformation sous pression réalisées en D-DIA impliquent une montée en pression préalable à la déformation. Cette augmentation de la pression au sein de l'assemblage est responsable d'une déformation de l'échantillon à température ambiante. Bien que les pistons d'alumine accommodent une partie de cette déformation en se densifiant, les mesures réalisées sur les spectres de diffraction enregistrés après la mise de l'échantillon sous pression indiquent l'existence d'une contrainte déviatorique supérieure en général à 1 GPa. Il paraît probable que cette déformation à froid engendre une grande densité de défauts au sein du monocristal de diopside. Cependant, les expériences de D-DIA nous permettent de relaxer les contraintes et d'effacer cette microstructure en maintenant la température entre 1000°C et 1100°C pendant une durée de trente minutes à une heure avant de déformer l'échantillon. Bien que les échantillons après restauration n'aient pas été observés en MET et qu'il ne soit pas possible d'affirmer que cette étape permette d'éliminer la totalité des défauts créés durant la compression à froid, le recuit de l'échantillon permet d'en minimiser la présence et de réaliser des expériences de déformation avec un matériau de départ relativement "propre".

Quand l'échantillon est mis sous pression et en température, la déformation peut débuter grâce à l'injection d'huile à vitesse constante dans les vérins différentiels. Dans les expériences de déformation effectuées en D-DIA couplée à un rayonnement synchrotron, les mesures de contraintes et de déformation sont réalisées *in situ* grâce respectivement à la diffraction-X des polycristaux présents au sein de

l'assemblage au voisinage de l'échantillon et aux radiographies-X. Ces expériences visent à obtenir des conditions stationnaires qui se traduisent par une valeur de contrainte constante en fonction du temps et de la déformation. N'ayant pas la possibilité de vérifier la valeur de la contrainte au cours de la déformation, l'obtention d'une vitesse de déformation constante sert de référence et le régime stationnaire est considéré comme atteint dans ces conditions. Dans cette étude, pour favoriser la déformation en régime stationnaire, nous avons choisi de fixer une valeur minimale de déformation du monocristal de 3% pour chacune des vitesses de déformation. Le traitement des données de diffraction et le calcul des contraintes, réalisés *a posteriori* nous permet de vérifier l'obtention du régime stationnaire. Les résultats obtenus durant cette étude nous ont montré que dans certains cas, particulièrement après une diminution de température de 200°C au cours de l'expérience (notamment pour le passage à une température de 1100°C), cette valeur minimale de 3% de déformation de l'échantillon à vitesse constante n'assure pas l'obtention d'une contrainte constante. Dans ces conditions le régime stationnaire n'est pas atteint ce qui rend les données inexploitable. Pour pallier à ce phénomène, plusieurs solutions semblent envisageables. La première consiste à augmenter la valeur minimale de déformation du monocristal pour une vitesse de déformation constante, ce qui implique de limiter l'expérience de déformation à une seule vitesse de déformation par température. La deuxième solution pourrait être de n'étudier qu'une seule température pendant une expérience de déformation. Cependant ces deux premières propositions impliquent une quantité de données potentiellement moins importante pour une expérience de déformation ce qui les rend difficilement applicable à cause du caractère précieux du temps de faisceau sur synchrotron. Enfin, la troisième solution, et celle qui semble la plus réalisable, serait de diminuer l'amplitude des sauts de température au cours de la déformation.

La mesure de température et l'estimation de son incertitude au sein de l'assemblage pendant la déformation reste cependant une des plus grosses difficultés. En premier lieu, il n'existe aujourd'hui aucune calibration de l'effet de pression sur les thermocouples. Ce problème n'est pas propre aux expériences en D-DIA et affecte potentiellement toutes les expériences en presse multi-enclumes. De plus, les gradients de température verticaux et horizontaux au sein de l'assemblage ne sont pas estimés. Enfin les thermocouples ne résistant généralement pas au début de la déformation, les températures sont estimées grâce aux courbes de température en fonction de la puissance injectée. Cette méthode ne prend pas en compte la perte d'efficacité du four à mesure de sa déformation. Dans le cas où les thermocouples résistent au début de la déformation et où la diminution de la température pour une puissance injectée constante est observée, il reste difficile de distinguer la contribution liée à la perte d'efficacité du four et celle liée à l'éloignement des thermocouples du centre de l'échantillon dû au recul des enclumes latérales. A partir de l'ensemble des phénomènes énoncés ci-dessus, nous avons choisi de fixer l'incertitude sur nos valeurs de température à $\pm 100^\circ\text{C}$. Etant donné l'impact important que de telles incertitudes sur les mesures de températures peuvent engendrer sur les données mécaniques et leurs interprétations, il paraît nécessaire de trouver des solutions pour mesurer les températures plus précisément. Des modifications de la géométrie de l'assemblage ou l'utilisation de thermocouple couplé avec l'insertion de matériau dont l'équation d'état est bien connue sont des solutions envisagées et étudiées actuellement.

A la fin de la déformation, les vérins différentiels ainsi que le vérin principal doivent être rétractés pour ramener l'échantillon à pression ambiante. Les vitesses de recul sont ajustées de manière à minimiser la déformation de l'échantillon durant cette étape, celle-ci pouvant être contrôlée en mesurant la taille de l'échantillon *in situ* à partir des radiographies. L'étude des microstructures permet d'évaluer la qualité de cette procédure (sans que cette hypothèse ne puisse être complètement vérifiée). Nous n'avons pas observé dans les lames de MET l'existence d'une microstructure manifeste de basse température qui se superposerait à celle de haute température. Il semble donc que notre procédure permette de minimiser la déformation lors de la décompression à température ambiante et préserve les microstructures de déformation de haute température en vue de l'étude en MET.

I-2-L'état et le calcul des contraintes

Les expériences de déformation en D-DIA réalisées durant cette étude consistent à imposer une température, une pression hydrostatique et une vitesse de déformation et à mesurer la contrainte à laquelle est soumise l'échantillon dans ces conditions. Les calculs de vitesse de déformation et de contrainte sont réalisés à partir des mesures *in situ* respectivement sur les radiographies-X et sur les spectres de diffraction du/des polycristaux présents dans l'assemblage. La méthode de calcul de la contrainte différentielle à partir des données de diffraction est basée sur l'hypothèse d'une contrainte différentielle et d'une pression constante pendant la déformation sur l'ensemble de la colonne donc sur l'ensemble de la cellule contenant l'échantillon.

Les expériences de déformation réalisées durant cette étude ont permis de montrer que cette hypothèse n'est pas toujours vérifiée. En effet, au cours de la déformation, un gradient de contrainte peut apparaître dans certains assemblages. Les valeurs de contraintes différentielles et de pression calculées pour les pistons d'alumine de l'expérience Dio24 sont représentées figure IV.1 avec, en losange gris, les valeurs pour le piston du haut et, en carrés noirs, celles pour le piston d'alumine du bas.

Sur cette figure IV.1, les pressions calculées montrent un gradient de pression de 5 GPa entre le haut et le bas de l'assemblage. De plus au cours de la déformation, un gradient de contrainte d'environ 300 MPa apparaît pour une température de 1200°C correspondant à la zone 3. Ces gradients peuvent être la conséquence de plusieurs facteurs. Tout d'abord il peut y avoir au cours de la déformation, un décentrage de la colonne de compression c'est-à-dire une légère rotation d'un des pistons d'alumine qui induit un champ de contrainte variable sur la hauteur de la cellule. Ensuite pendant la compression à froid, les pistons d'alumine poreux accommodent la déformation ce qui provoque parfois une augmentation du diamètre du piston. Si la diffraction est réalisée sur une zone du polycristal excentrée par rapport à la colonne alors la mesure de contrainte peut s'en trouver sous-estimée. Enfin, quand le calcul de la contrainte est réalisé à partir des spectres de diffraction des polycristaux insérés dans la cellule comme de l'olivine ou du spinelle dans cette étude, la croissance des grains peut créer un décalage de la position des pics sur les spectres.

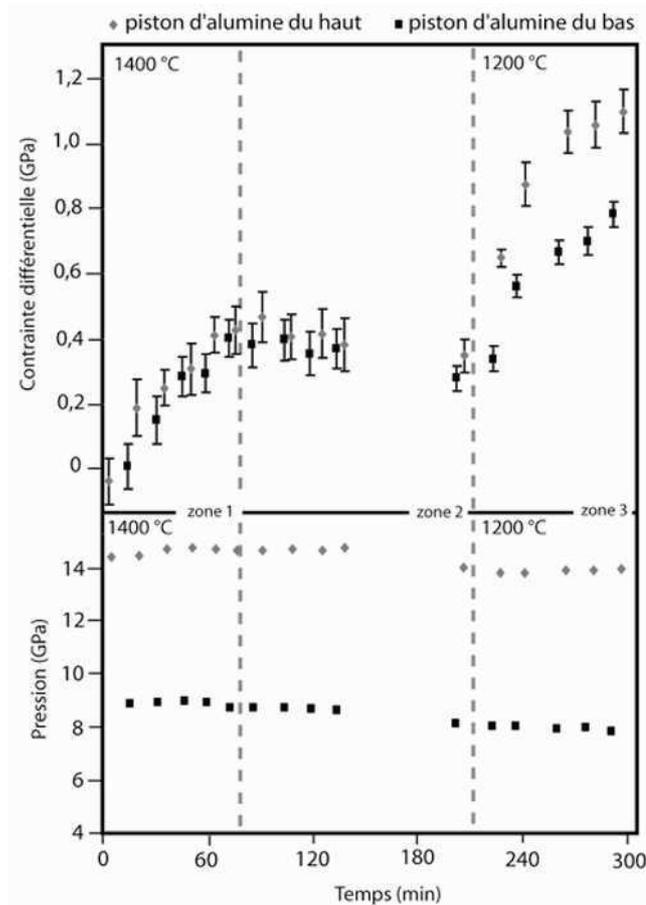


Figure IV.1 : Pression et contrainte différentielle calculées à partir des distances inter-réticulaires pour les pistons d'alumine du haut en losanges gris et du bas en carrés noir dans l'expérience Dio24. Les lignes verticales en pointillés représentent le changement de vitesse d'avancée des vérins différentiels et/ou de température.

Dans la grande majorité des expériences réalisées durant cette étude, les spectres de diffraction-X utilisés pour le calcul de la contrainte ont été acquis sur plusieurs polycristaux encadrant le monocristal central, permettant de mettre en évidence s'il y a lieu les gradients de contrainte. Ces derniers apparaissent très rarement dans les expériences réalisées sur les monocristaux de diopside. Cependant il est à noter que dans le cas où le calcul de contrainte est réalisé à partir de la diffraction d'un seul polycristal présent au sein de l'assemblage, il n'est pas possible de mettre en évidence un éventuel gradient de contrainte au sein de l'assemblage et la valeur finale de contrainte différentielle calculée peut être très différente de celle à laquelle est effectivement soumis le monocristal central.

La seconde difficulté qui apparaît dans le calcul des contraintes différentielles concerne les données obtenues à partir des diffractions-X. Actuellement, pour les expériences de déformation réalisées sur des appareils couplés au rayonnement synchrotron comme c'est le cas dans cette étude, la contrainte différentielle dans l'échantillon est calculée à partir des distances interréticulaires des grains du polycristal.

En effet, pour chaque spectre de diffraction, une valeur de contrainte différentielle est déterminée pour chaque famille de plans cristallographiques d'un matériau. Ces valeurs sont ensuite moyennées de manière à déterminer une valeur de contrainte différentielle correspondant à un triplet température-pression-vitesse de déformation. Cependant, les valeurs de contraintes calculées à partir de chaque plan cristallographique sont parfois très dispersées. Sur la figure IV.2 sont représentées les valeurs de contraintes différentielles enregistrées par chaque famille de plans cristallographiques du piston d'alumine dans l'expérience Dio06. Sur cette figure, chaque groupe de six points correspond à la contrainte différentielle pour chaque plan cristallographique, à une température, une vitesse de déformation, une pression et un temps donnés. On remarque que la contrainte enregistrée par une famille de plans cristallographiques a toujours la même position relative par rapport aux autres tout au long d'un domaine correspondant à une température, une pression et une vitesse de déformation. Pour un spectre de diffraction donné, la différence entre les valeurs de contraintes calculées pour chacune de ces familles peut s'étaler sur une gamme de plus de 600 MPa dans le cas de fortes contraintes (supérieures à 1 GPa). Cette différence entre les valeurs de contraintes calculées pour chaque plan cristallographique à un temps donné engendre donc une incertitude importante sur la valeur de contrainte différentielle moyenne. Les rectangles représentés sur la figure IV.2 encadrent les valeurs qui ont été moyennées pour déterminer la valeur de contrainte différentielle dans le piston d'alumine du bas pour une température, une pression et une vitesse de déformation données.

La dispersion des contraintes calculées pour chaque famille de plans cristallographiques trouve son origine dans deux phénomènes principaux et indépendants. Tout d'abord il existe une partie provenant de "l'erreur machine". Celle-ci est observable dans le cas de déformation à faibles contraintes (< 200 MPa). Elle correspond à la valeur de dispersion restante quand il n'est plus possible de suivre l'ordre relatif des contraintes enregistrées par chacune des plans cristallographiques pour un triplet pression-température-vitesse de déformation. Cette partie de la dispersion liée à la limitation machine représentera donc un fort pourcentage de la dispersion totale des contraintes dans le cas de déformation à faibles contraintes et un faible pourcentage dans le cas de déformation à fortes contraintes. Elle provient notamment d'incertitudes multiples sur le trajet des rayons-X diffractés (volume d'échantillon diffractant, angle de diffraction). La seconde origine est physique. Au sein d'un polycristal, l'orientation des grains est aléatoire. Les plans cristallographiques diffractants vont donc se trouver dans des orientations différentes par rapport à l'axe de sollicitation dans différents grains plus ou moins "durs". Les plans associés "verront" donc une contrainte plus ou moins élevée.

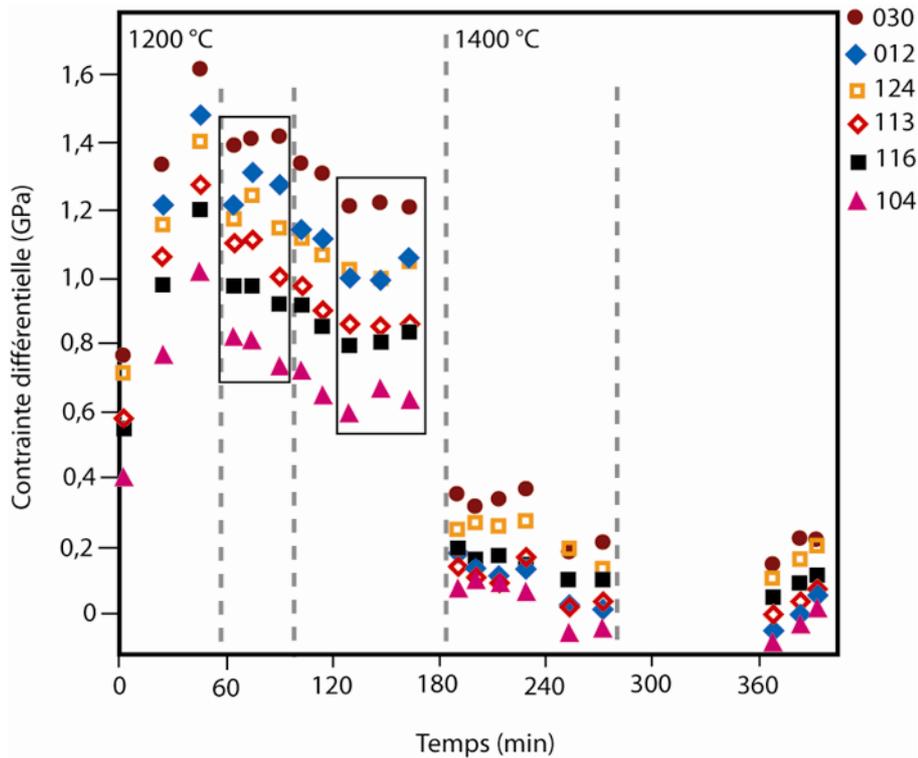


Figure IV.2 : Contraintes différentielles calculées pour chaque famille de plans cristallographiques dans le piston d'alumine du bas pour l'expérience Dio06. Les rectangles entourent les valeurs qui ont été moyennées pour déterminer la contrainte différentielle moyenne dans le piston pour une température, une pression et une vitesse de déformation données.

Dans la quasi-totalité des études réalisées en D-DIA ces dernières années ainsi que pour ce travail, la valeur de contrainte différentielle pour un triplet pression-température-vitesse de déformation est obtenue en réalisant une simple moyenne des contraintes calculées pour chaque plan cristallographique. Les travaux récents de Burnley et Zhang, (2008), consistant à comparer les données de diffraction-X obtenues sur du quartz et les données issues de la modélisation par un modèle EPSC (Elasto-Plastic Self Consistent), ont permis de mettre en évidence le fait que la méthode de calcul de la contrainte différentielle utilisé jusqu'ici ne permet pas dans tous les cas d'obtenir la valeur de contrainte différentielle vraie. En effet, on peut voir sur la figure IV.3 que les valeurs de contraintes différentielles enregistrées par chaque famille de plans cristallographiques ne se répartissent pas de manière homogène de part et d'autre de la contrainte macroscopique calculée à partir du modèle EPSC.

Pour obtenir la valeur de contrainte différentielle correspondante à un triplet pression-température-vitesse de déformation il est nécessaire ; soit de coupler les résultats du modèle EPSC avec les données expérimentales de diffraction-X ; soit de déterminer les contraintes différentielles enregistrées par un grand nombre de plans cristallographiques de manière à calculer cette contrainte différentielle moyenne avec un grand nombre de valeurs.

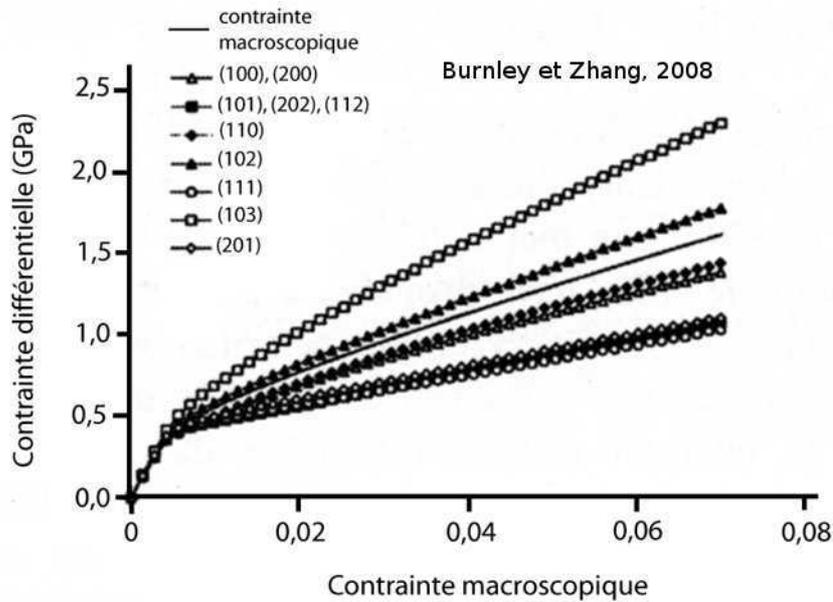


Figure IV.3 : Contraintes différentielles calculées pour dix plans cristallographiques du quartz. La droite en trait plein représente la contrainte macroscopique calculée dans l'échantillon polycristallin. Burnley et Zhang, 2008

II-La déformation du diopside

II-1-Les systèmes de glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$

Pour étudier l'effet de la pression sur l'activité des systèmes de glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$, des monocristaux de diopside ont été déformés dans l'orientation notée [2] permettant d'affecter à ces systèmes des facteurs de Schmid proches du maximum.

Les dislocations $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ ont été caractérisées en imagerie dans l'échantillon déformé selon l'orientation notée [2] avec un vecteur de diffraction $g = [2\bar{2}1]$. Ces dislocations ne sont apparemment pas dissociées et sont caractérisées par de longs segments coins quasiment parallèles à la direction [001] montrant une forte friction de réseau sur ce caractère. Les segments vis, plus courbes, semblent se déplacer plus facilement.

De nombreuses boucles fermées ou ouvertes ont été observées dans cet échantillon. Ces boucles d'assez grande taille (environ $0,2 \mu\text{m}$) ne présentent pas d'alignements particuliers du type de ceux observés par Ingrin et al., (1991). Elles semblent être caractéristiques d'un phénomène de glissement dévié des dislocations $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$.

Les systèmes de glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$ ont également été observés en imagerie et caractérisés en LACBED dans les échantillons déformés dans les orientations notée [4] et [3]. Dans l'échantillon déformé selon [4] (visant à activer le glissement [001]), les dislocations $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ ont été observées avec un vecteur de diffraction $g = 220$ près du pôle $[\bar{1}\bar{1}2]$. Dans ces conditions d'observation, certaines dislocations en contraste (donc potentiellement du type $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$) semblent dissociées avec une largeur de dissociation de 25 nm. Le lien entre ces dislocations et le glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ n'a pu être établi de manière certaine. Une nouvelle fois, des boucles fermées et ouvertes sont présentes dans cet échantillon. Elles sont visibles avec les vecteurs de diffraction $g = \bar{4}02$ et $g = 22\bar{1}$ et mises hors contraste avec $g = 002$. Ce sont donc bien des boucles $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$. Enfin, des dislocations $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ ont été caractérisées en LACBED dans l'échantillon déformé selon l'orientation notée [3] (visant à activer les systèmes durs [100](010) et [010](100)). L'observation en mode image à permis de mettre en évidence la faible présence de ces dislocations dans cet échantillon.

Notons enfin que si quelques sous-joints ont été observés en MET, ils ne dominent pas la microstructure de déformation (leur formation peut d'ailleurs être liée aux changements de régimes de déformations aux cours des expériences et à la nécessité de résorber certaines populations de dislocations). Cette observation est applicable à la totalité des échantillons quels que soient les systèmes de glissement activés.

En résumé, l'étude des microstructures permet de dégager les grandes lignes de la déformation plastique impliquant les systèmes $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$. Le glissement de dislocations est le mode de déformation dominant. La montée ne semble pas jouer un rôle majeur aux températures impliquées (jusqu'à 1400°C). Le glissement implique de longues boucles de dislocations présentant des orientations marquées selon les directions coin. Ces microstructures avaient déjà été observées dans les échantillons déformés à pression ambiante, elles restent pertinentes à haute pression. Les segments vis sont manifestement capables de changer de plan par glissement dévié. Cette observation est compatible avec l'observation de microstructures assez homogènes (pas de bandes de glissement denses). La friction de réseau sur les segments coin reste à expliquer. Elle peut provenir d'une friction de Peierls. Des calculs de contraintes de Peierls sont en cours de réalisation dans l'équipe par A. Metsue. Ils montrent au contraire que les segments vis sont soumis à une plus grande friction de Peierls. Nous suggérons donc que les dislocations $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ coin pourraient se dissocier en montée à haute température. L'observation de dislocations dissociées lorsque la direction d'observation s'écarte de la normale au plan de glissement (Figure III.29.b), viendrait, si elle était confirmée, étayer cette hypothèse. Une autre observation, réalisée à pression ambiante par J. Ingrin, vient renforcer cette hypothèse. Les orientations coins des dislocations $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ apparaissent moins marquées dans ses expériences réalisées à 900°C que dans celles réalisées au dessus de 1100°C (Ingrin, 1992). En effet, la dissociation de montée qui implique de la diffusion locale dans le cœur de la dislocation ne peut apparaître qu'à haute température.

Raterron et Jaoul, (1991), ont souligné la prédominance des systèmes $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}10 \}$ dans la déformation du diopside à basse pression et pour des températures supérieures à 1000°C. Nos données mécaniques obtenues à haute pression (échantillons déformés selon l'orientation [2]) peuvent être mises en relation avec celles de basse pression afin de déterminer la loi rhéologique de haute pression et de haute température. Il est cependant nécessaire de démontrer que nos données reflètent bien de l'activité des systèmes $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}10 \}$.

En effet, l'observation des échantillons déformés selon [2] avec un vecteur de diffraction $g = 002$ a permis de mettre en évidence la présence significative de dislocations [001] avec une densité de l'ordre de 5.10^{12}m^{-2} . Cette valeur est du même ordre de grandeur que la densité des dislocations $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$. La question de la contribution de cette activité des dislocations [001] à la loi rhéologique mesurée doit donc être posée. La déformation totale des monocristaux déformés dans l'orientation [2] peut être décomposée en deux contributions : celle des dislocations $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ à laquelle s'ajoute celle des dislocations [001]. Il paraît donc nécessaire de déterminer la contribution relative de chacun des systèmes de glissement à la déformation des monocristaux de diopside déformés dans l'orientation [2].

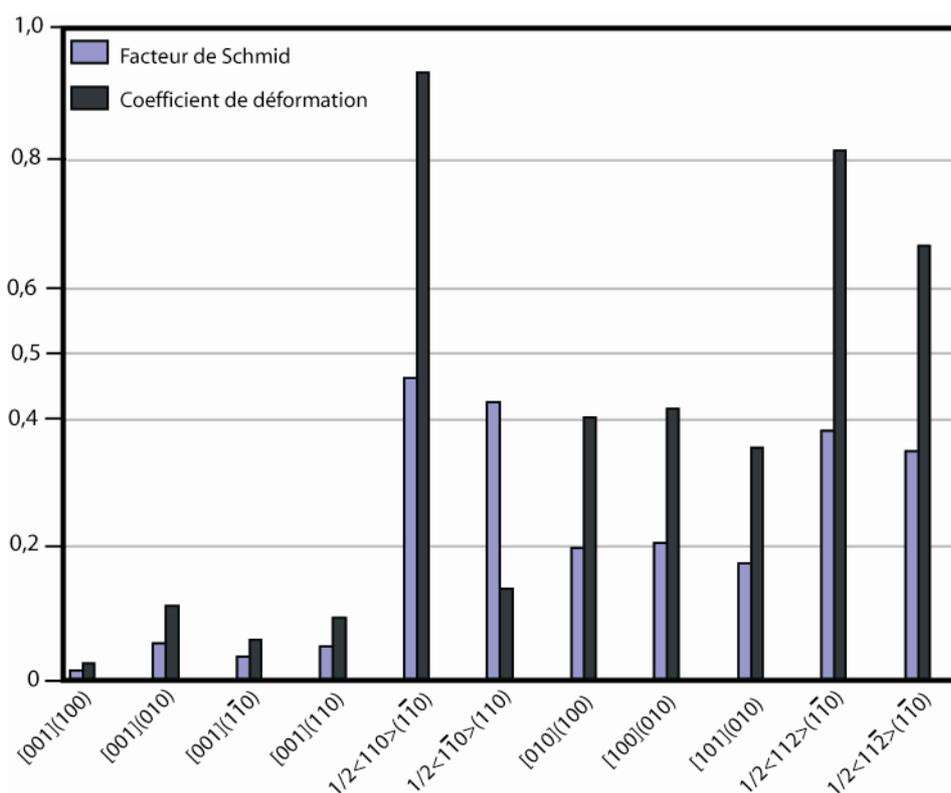


Figure IV.4 : Facteurs de Schmid et coefficients de déformation pour les différents systèmes de glissement activés lors de la déformation de monocristaux de diopside dans l'orientation [2] calculés dans ce cas avec un axe de sollicitation parallèle à $[\bar{1}50]$ (soit à 12° de l'axe $[010]$ du cristal).

Sur la figure IV.4 sont représentés les coefficients de déformation qui quantifient la contribution d'un système de glissement donné sur le raccourcissement de l'échantillon. Ce calcul de géométrie de la déformation est détaillé en annexe. On peut remarquer que même si la direction de compression est très proche de [010] pour les monocristaux de diopside déformés dans l'orientation [2], le glissement [001] peut être activé. Cependant, sa contribution au raccourcissement de l'échantillon est faible comparée à celle des systèmes de glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$. Nous concluons de cette analyse que la loi rhéologique déterminée pour les échantillons orientés selon [2] caractérise bien le glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$.

Cette loi rhéologique de haute pression et haute température est caractérisée par un volume d'activation $V^* = 17 \pm 6 \text{ cm}^3/\text{mol}$, une énergie d'activation $Q = 707 \text{ kJ/mol}$, un terme préexponentiel $\ln(A) = 13,4$ en utilisant un exposant de contrainte $n = 6,5$ tiré des données de basse pression (Raterron et Jaoul, 1991). Parmi les paramètres de cette loi rhéologique, la valeur de l'énergie d'activation soulève des questions. Elle est en effet plus grande que celle obtenue à basse pression par Raterron et Jaoul, (1991) : 442 kJ/mol.

Il n'apparaît pas de raison évidente quant à la cause de cette différence importante dans les valeurs de l'énergie d'activation déterminées dans ces deux études à basse et à haute pression. Les monocristaux de diopside déformés ont la même provenance et la même composition et bien que la fugacité d'oxygène ne soit pas bien contrôlée dans nos expériences, il a été mis en évidence qu'elle ne joue pas un rôle important dans le comportement mécanique du diopside (Jaoul et Raterron, 1994 ; Bystricky et Mackwell, 2001). En ce qui concerne l'éventuel effet de la fugacité d' H_2O sur la valeur de l'énergie d'activation, il ne peut être discuté ici pour deux raisons. Premièrement, les teneurs en eau des monocristaux de diopside déformés dans l'étude de Raterron et Jaoul, (1991) ne sont pas précisées et deuxièmement il n'existe actuellement pas d'autre étude réalisée sur monocristaux pouvant servir de référence.

Cependant, il existe dans l'étude de Raterron et Jaoul, (1991), une loi rhéologique déterminée pour des monocristaux de diopside déformés dans une orientation notée [1], non testée durant l'étude à haute pression, caractérisée par une forte valeur d'énergie d'activation $Q = 740 \text{ kJ/mol}$. Cette forte valeur d'énergie d'activation a été obtenue pour une déformation à basse pression par glissements multiples car cette orientation notée [1] permet l'activation des systèmes $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$, [001](100), [001](110) et [001]($\bar{1}\bar{1}0$) avec des facteurs de Schmid équivalents. Les valeurs similaires d'énergie d'activation obtenues à basse pression pour une déformation par glissements multiples et à haute pression pour la déformation des monocristaux déformés dans l'orientation notée [2], censé uniquement activer les systèmes de glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$ pose la question des implications de l'activation d'autres systèmes de glissement que les systèmes $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$ dans la loi rhéologique. Nous avons montré que le glissement [001] ne contribue pas de manière significative à la déformation mesurée. Cependant, ces dislocations sont présentes et jouent le rôle de "forêt" pour les dislocations $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$. Ces interactions sont-elles susceptibles d'affecter l'énergie

d'activation mesurée ? Nous ne sommes pas en mesure à ce stade de confirmer, ni d'infirmer cette hypothèse.

L'orientation notée [2] permet donc l'étude des systèmes de glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$ et la loi rhéologique déterminée caractérise bien l'activité de ces systèmes de glissement. La valeur du volume d'activation $V^* = 17 \pm 6 \text{ cm}^3/\text{mol}$ permet de mettre en évidence un fort effet de pression sur les systèmes $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$ impliquant un durcissement de ces systèmes avec l'augmentation de la pression.

La loi rhéologique de haute pression déterminée dans cette étude pour les systèmes $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$ est différente en certains points de celle de basse pression pour des raisons qui à ce stade n'apparaissent pas clairement. Cependant cette loi rhéologique (équation 11, page 64) représente bien les données obtenues à haute pression. C'est la raison pour laquelle, dans la suite de ce document elle sera utilisée avec les paramètres suivants :

- $V^* = 17 \text{ cm}^3/\text{mol}$
- $Q = 707 \text{ kJ/mol}$
- $\ln(A) = 13,4 \text{ MPa}^{-n} \text{ s}^{-1}$
- $n = 6,5$

II-2- Les systèmes de glissement [001](100), [001](010) et [001](110)

Les systèmes de glissement [001](100), [001](010) et [001](110) ont été étudiés à basse pression pour des températures supérieures à 800°C. Ils sont les plus actifs pour des températures comprises entre 800°C et 900°C (Ingrin et al., 1992). Pour étudier l'effet de pression sur ces systèmes de glissement nous avons déformé des monocristaux de diopside dans une orientation notée [4] permettant d'obtenir des facteurs de Schmid élevés pour ces systèmes.

Les dislocations de vecteurs de Burgers [001] ont été caractérisées en LACBED dans les échantillons déformés selon l'orientation [4]. Ces dislocations ne montrent pas d'évidence de dissociation et la friction de réseau ne semble pas marquée. Seuls les plans {110} ont été identifiés comme plans de glissement effectifs des dislocations [001] (Figure III.27).

Les dislocations [001] ont été identifiées dans tous les échantillons déformés durant cette étude, même ceux pour lesquels ce glissement ne devait pas être activé. Dans les échantillons déformés selon [2] les dislocations [001] sont présentes avec une densité de l'ordre de 5.10^{12} m^{-2} . Il n'apparaît pas non plus dans ce cas de friction de réseau marquée. Dans l'échantillon déformé selon l'orientation notée [3], nous avons

caractérisé des dislocations [001], glissant principalement dans un plan {110} ainsi qu'une évidence de glissement dans le plan (100). Cependant les dislocations [001] restent marginales et ne sont pas représentatives de la microstructure de cet échantillon.

En résumé, les dislocations [001] ne présentent pas de friction de réseau marquée et ne semblent pas dissociées. L'observation en images a permis de caractériser les plans {110} comme étant les plans de glissement dominants (Figure III.27). Une évidence de glissement dans le plan (100) observée (Figure III.33.e). Ces observations sont compatibles avec celles réalisées dans les échantillons déformés naturellement (e.g. Van Roermund et Boland, 1981; Buatier et al., 1991; Phillipot et Van Roermund, 1992).

Pour les échantillons déformés selon l'orientation [4], c'est-à-dire permettant l'activation préférentielle des systèmes [001](100), [001](010) et [001](110), il n'a pas été possible de déterminer la loi rhéologique de haute pression car il n'existe pas de loi rhéologique de basse pression dans la littérature, caractérisant l'activité de ces systèmes de glissement. En effet, l'apparition de fusion partielle précoce dans certains des échantillons de diopside déformés selon l'orientation [4] dans l'étude de Raterron et al., (1994), ne leur a pas permis d'obtenir suffisamment de points expérimentaux pour déterminer la loi rhéologique de basse pression du diopside dans cette orientation. Il n'est donc pas possible de quantifier directement l'effet de pression sur les systèmes impliquant le glissement [001]. Cependant, les glissements [001] et $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ étant les principaux systèmes de glissement observés dans le diopside à basse pression, il était nécessaire de pouvoir comparer leurs activités à haute pression et haute température. Pour cela nous avons choisi d'utiliser deux méthodes de comparaison, la première consiste à comparer directement les vitesses de déformation des monocristaux orientés selon [2] et [4] au sein du même assemblage et la seconde, indirecte, utilise la loi rhéologique de haute pression déterminée pour les systèmes $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$ et rappelée dans la partie précédente.

Pour pouvoir comparer les résultats obtenus pour les monocristaux déformés dans l'orientation [4] avec ceux acquis pour les systèmes $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$, il est nécessaire de vérifier que la déformation totale des échantillons orientés selon [4] est bien engendrée par l'activation des systèmes [001](100), [001](010) et [001](110). En effet, l'étude des microstructures en mode image et en LACBED de l'échantillon Dio12 déformé dans l'orientation [4] a mis en évidence la présence de dislocations de vecteurs de Burgers $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$. De manière à déterminer la contribution des dislocations $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ dans la déformation des échantillons orientés selon [4], nous avons calculé les coefficients de déformation pour chacun des systèmes de glissement dans cette orientation.

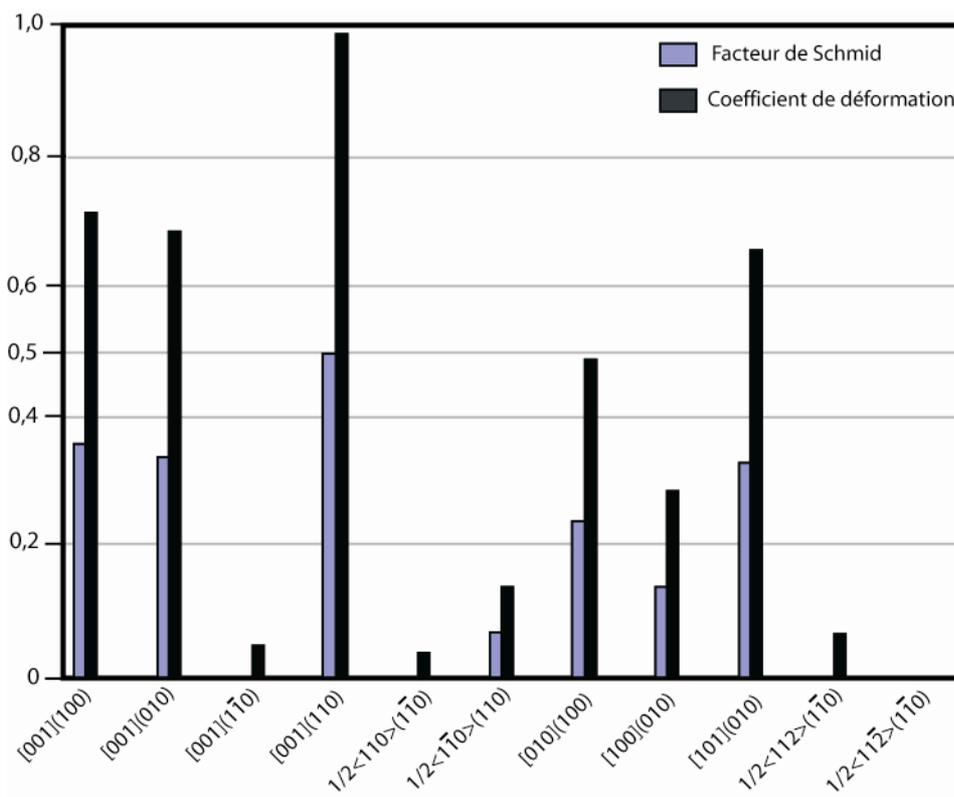


Figure IV.5 : Facteurs de Schmid et coefficients de déformation pour les différents systèmes de glissement activés lors de la déformation de monocristaux de diopside dans l'orientation [4] calculés dans ce cas avec un axe de sollicitation parallèle à $[113]$ soit à 6° de la direction $[225]$.

La figure IV.5 représente les facteurs de Schmid ainsi que les coefficients de déformation calculés pour chacun des systèmes de glissement en considérant un monocristal de diopside déformé avec un axe de sollicitation parallèle à la direction $[\bar{1}13]$ c'est-à-dire à 6° de la direction $[\bar{2}25]$. On peut noter sur cette figure que bien que les dislocations $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ aient été caractérisées dans le monocristal déformé dans l'orientation [4], ces systèmes ne participent que très peu à la déformation de l'échantillon. Les données mécaniques obtenues pour les monocristaux déformés dans l'orientation [4] caractérisent bien l'activité des systèmes $[001](100)$, $[001](010)$ et $[001](110)$.

La loi rhéologique de basse pression et de haute température n'ayant pas été déterminée pour les systèmes de glissement $[001](100)$, $[001](010)$ et $[001](110)$, nous avons directement comparé l'activité du glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ (correspondant à l'orientation [2]), et du glissement $[001]$ (activés dans l'orientation [4]), à haute pression en réalisant une expérience de déformation (Dio18) contenant les deux monocristaux de diopside orientés différemment. Les vitesses de déformation enregistrées en fonction du temps pour ces deux monocristaux soumis au même triplet contrainte-pression-température n'ont pas fait apparaître de différence de comportement entre les deux monocristaux (Figure III.12). Ces vitesses de déformations sont représentées sur la figure IV.6.

Pour pouvoir prendre en compte l'ensemble des données expérimentales acquises pour les systèmes [001](100), [001](010) et [001](110) et vérifier l'hypothèse avancée d'après les résultats obtenus pour l'expérience contenant deux monocristaux d'orientations différentes, il a donc été nécessaire d'utiliser une méthode de traitement différente pour les expériences ne contenant qu'un seul monocristal orienté selon [4] (Dio11 et Dio12). La détermination de la loi rhéologique à haute pression pour les systèmes $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}10 \}$ nous permet de recalculer, pour chaque triplet pression – température – contrainte des expériences de déformation activant [001](100), [001](010) et [001](110), la vitesse de déformation à laquelle se serait déformé un monocristal dans lequel le glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ aurait été activé dans ces mêmes conditions. Les calculs ont été réalisés en utilisant les paramètres détaillés dans la partie II-1 de ce chapitre.

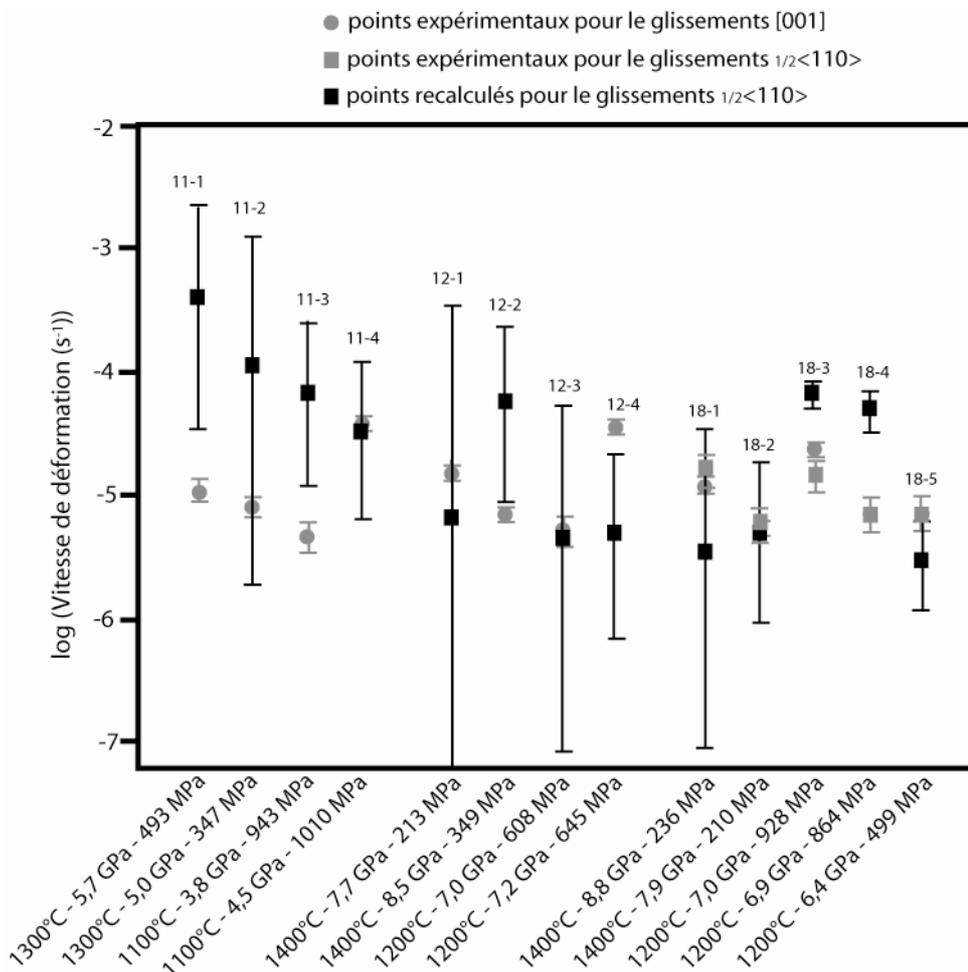


Figure IV.6 : Vitesses de déformation expérimentales pour le glissement [001] en rond gris, pour le glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ en carrés gris et points recalculés pour le glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ en carrés noirs pour la même valeur de contrainte à partir des valeurs moyennes de V^* , de Q et de $\ln(A)$.

Sur la figure IV.6 sont représentées les vitesses de déformation des points expérimentaux correspondant à l'activation du glissement [001] (orientation [4] en cercle pleins gris), des points expérimentaux correspondant au glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ (orientation [2] expérience Dio18 en carrés gris) et des

points calculés pour le glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ (carrés noirs). Les données sont rassemblées par expérience et les numéros sur la figure correspondent aux noms des points de chacune des expériences de déformation réalisées dans l'orientation [4] et rassemblées dans le tableau III.7 du Chapitre III. A chaque point expérimental correspond des conditions précisées au bas de la figure sous chaque point (température en °C, pression en GPa et contrainte en MPa).

La tendance observée à partir des vitesses de déformation calculées pour les glissements $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ et [001] dans l'expérience Dio18 se confirme sur la figure IV.6. Il ne semble pas y avoir de prédominance des systèmes de glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle\{\bar{1}\bar{1}0\}$ (activés dans l'orientation [2]) à haute pression et pour des températures supérieures à 1200°C comme observé à pression ambiante. Pour des pressions supérieures à 7 GPa et des températures supérieures à 1100°C, les systèmes de glissement [001](100), [001](010) et [001](110) ainsi que $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle\{\bar{1}\bar{1}0\}$ sont activés.

Les systèmes de glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle\{110\}$ étant plus facilement activés à pression ambiante et pour des température supérieures à 1000°C que les systèmes de glissement [001](100), [001](010) et [001](110) ; la similarité dans l'activation de ces systèmes à haute pression et haute température nous permet d'en déduire que l'effet de pression sur les systèmes de glissement [001](100), [001](010) et [001](110) est moins important que celui s'exerçant sur les systèmes $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle\{110\}$. Ce comportement est peut-être à relier au fait que l'on observe peu de friction de réseau sur les dislocations [001] et conforterait notre hypothèse selon laquelle l'augmentation de la friction de réseau sur les dislocations $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ serait à l'origine de l'effet de pression observé.

II-3-Les systèmes de glissement [100](010) et [010](100)

Les systèmes de glissement [100](010) et [010](100) (qui correspondent aux plus grands vecteurs de Burgers) sont les plus difficilement activables. Ils n'ont jamais pu être activés à basse pression, même à haute température (paramètre limité par l'apparition de la fusion partielle précoce à haute température dans les échantillons). Pour étudier l'activité des systèmes de glissement [100](010) et [010](100) à haute pression et haute température, des monocristaux de diopside ont été déformés dans une orientation notée [3], permettant de conférer à ces systèmes des facteurs de Schmid de 0,5 et de 0,48 respectivement.

Les dislocations [100] et [010] n'ont été observées que dans les monocristaux de diopside déformés dans l'orientation notée [3]. Les dislocations de vecteurs de Burgers [100] ont été caractérisées par LACBED ainsi qu'en mode image en utilisant les franges d'égales épaisseurs (Figure III.36). Ces dislocations sont très représentatives de la microstructure de cet échantillon. Elles correspondent à des lignes très sinueuses et semblent dissociées avec une occurrence et une largeur de dissociation variable. La variation de l'intensité du contraste le long des lignes, observables sur les images de MET pourrait être la conséquence d'un problème de relaxation de la structure de cœur. Il semblerait que celle-ci change de configuration avec des

composantes probables hors du plan de glissement ce qui engendrerait une faible mobilité de ces dislocations.

Nous n'avons observé que très peu de dislocations [010]. Elles n'étaient pas apparues lors de la caractérisation en LACBED et ont été caractérisées en mode image grâce aux franges d'égal épaisseur (Figure III.35). Les dislocations [010] ne semblent présentes qu'en très faible quantité dans l'échantillon déformé selon [3], bien qu'un biais d'observation soit toujours possible.

En résumé, les glissements [100] et [010] ont été activés pour la première fois dans des expériences de déformation. Ils n'ont été caractérisés que dans les échantillons déformés dans l'orientation [3]. Les dislocations [100] dominent la microstructure. Ces dislocations sont dissociées et la variation d'intensité le long de la ligne de dislocation semble être la conséquence d'un changement de structure de cœur (Figures III.37 et III.38). Les dislocations [010] semblent être très marginales.

L'observation en images a permis de mettre en évidence la présence de dislocations [001] dans les plans (100) et (110) et des dislocations $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ ont été caractérisées en LACBED. Bien que les systèmes de glissement [001](100), [001](110) et $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}10 \}$ soient caractérisés par des facteurs de Schmid faibles dans l'orientation notée [3], ces dislocations sont présentes en plus grand nombre que les dislocations [010] qui possèdent un facteur de Schmid proche du maximum. La déformation totale du monocristal correspondant à la somme des déformations engendrées par chaque système de glissement, il est nécessaire de calculer la contribution de chacun des systèmes de glissement, observés dans la microstructure de l'échantillon dans l'orientation [3], dans la déformation totale des échantillons. Ces contributions appelées coefficients de déformation ainsi que les facteurs de Schmid pour chaque système de glissement sont représentés sur la figure IV.7. On remarque que les systèmes de glissement [100](010) et [010](100) sont majoritairement responsables de la déformation de l'échantillon dans cette orientation avec un axe de sollicitation parallèle à [572] soit à 13° de [110]. Le système de glissement [101](010) possède un facteur de Schmid et un coefficient de déformation élevé cependant les dislocations [101] n'ont pas été observées en MET. L'orientation notée [3] permet donc l'étude des systèmes de glissement [100](010) et [010](100) et les données mécaniques obtenues pour les monocristaux déformés dans l'orientation [3] sont donc représentatives de l'activation de ces systèmes.

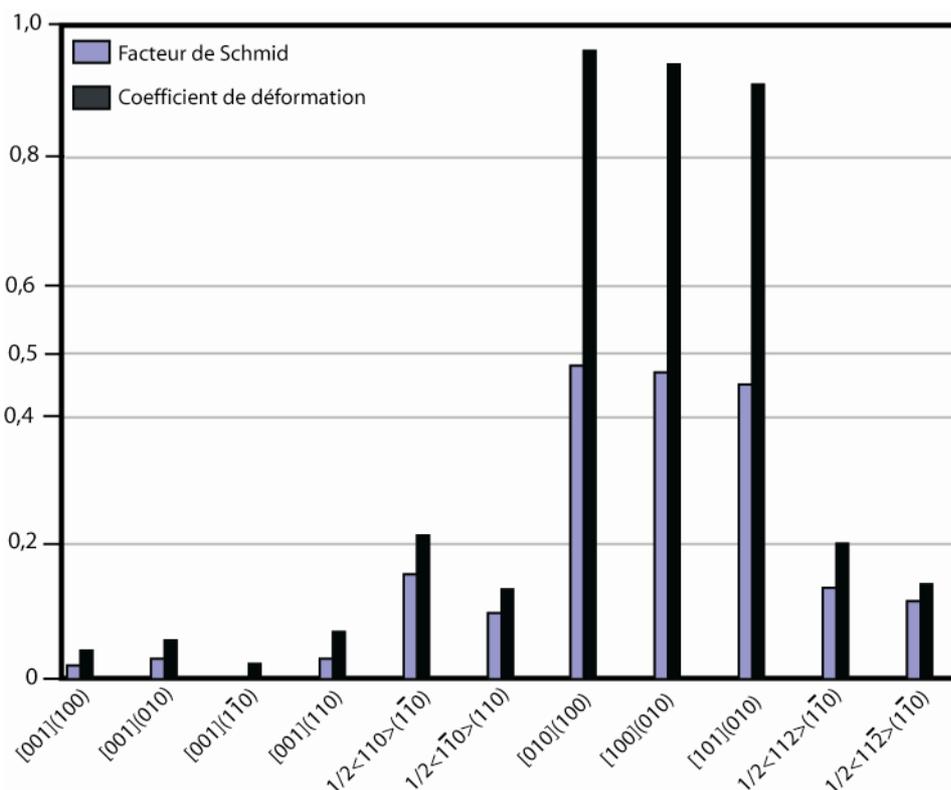


Figure IV.7 : Facteurs de Schmid et coefficients de déformation pour les différents systèmes de glissement activés lors de la déformation de monocristaux de diopside dans l'orientation [3] calculés dans ce cas avec un axe de sollicitation parallèle à $[5\bar{7}2]$ soit à 13° de la direction $[1\bar{1}0]$.

Comme expliqué précédemment, il n'existe pas de données mécaniques dans la littérature sur la déformation du diopside liée à l'activation des systèmes $[100](010)$ et $[010](100)$. Dans le but de comparer l'activité de ces systèmes de glissement avec celle des systèmes $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$ nous avons utilisé les mêmes méthodes directe et indirecte que celles décrites pour les systèmes mettant en œuvre les vecteurs $[001]$.

Tout d'abord des expériences de déformation (Dio21 et Dio24) contenant deux monocristaux de diopside au sein du même assemblage, un pour l'étude des systèmes $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$ (orientation [2]) et le second pour celle des systèmes $[100](010)$ et $[010](100)$ (orientation [3]) ont été réalisées. Les vitesses de déformation mesurées pour chacun des monocristaux (dans les mêmes conditions de pression, température et contrainte) ont montré de très grandes différences (Figure III.16). En effet la déformation totale du monocristal orienté selon [2] est au minimum deux fois et demie supérieure à celle du monocristal de diopside orienté selon [3] pendant la même expérience. Les systèmes de glissement $[100](010)$ et $[010](100)$ semblent donc être beaucoup plus durs que les systèmes $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$.

Pour les données obtenues dans l'expérience ne contenant qu'un monocristal de diopside (Dio06) déformé dans l'orientation [3], nous avons choisi d'appliquer la même méthode que celle utilisée pour comparer l'activité des systèmes de glissement activés dans les deux autres orientations [2] et [4].

La loi rhéologique de haute pression, déterminée grâce aux résultats expérimentaux acquis pour les systèmes $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle\{\bar{1}10\}$, nous permet de recalculer les vitesses de déformation qui auraient été obtenues pour ces systèmes et ce pour chaque triplet température – pression - contrainte calculés dans les expériences de déformation activant les systèmes [100](010) et [010](100). Ces calculs de vitesses de déformation ont été réalisés avec les paramètres détaillés précédemment dans ce chapitre.

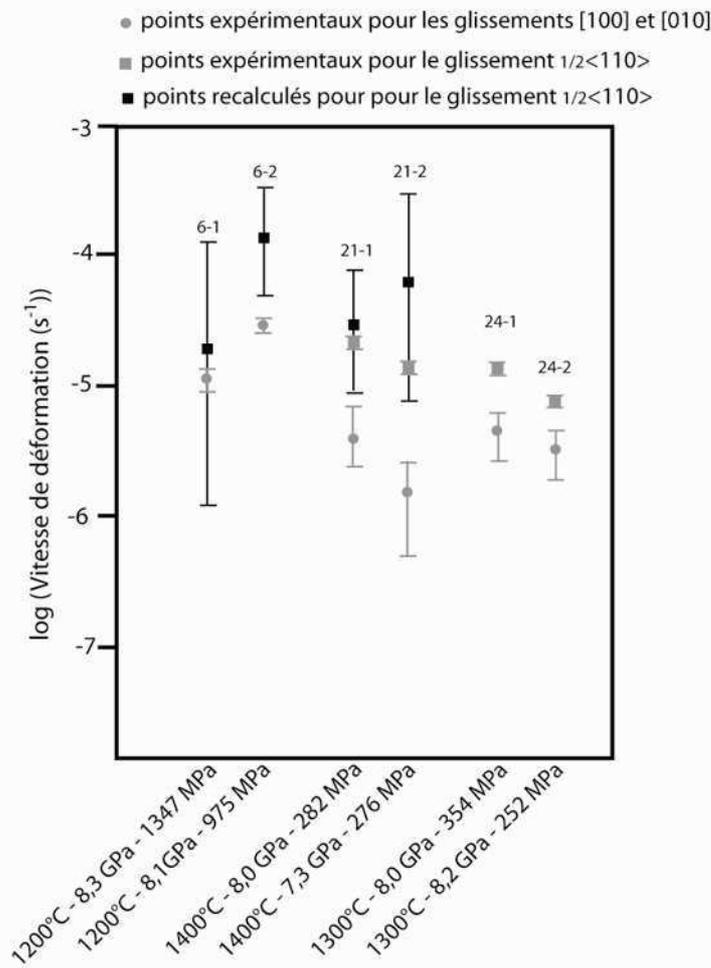


Figure IV.8 : Vitesses de déformation expérimentales pour les glissements [100] et [010] en rond gris, pour le glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ en carrés gris et points recalculés pour le glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ en carrés noirs pour la même valeur de contrainte à partir des valeurs moyennes de V^* , de Q et de $\ln(A)$.

Les vitesses de déformation expérimentales obtenues pour les glissements [100] et [010] et les vitesses de déformation expérimentales et recalculées pour le glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ sont présentées dans la

figure IV.8. Le nom des points sur cette figure correspond à celui des données expérimentales rassemblées dans le Tableau III.10.

Sur la figure IV.8, les données expérimentales obtenues pour les glissements [100] et [010] (Dio21 et Dio06) ainsi que les vitesses de déformation recalculées pour le glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$, montrent clairement des vitesses de déformation calculées plus grandes pour les échantillons orientés de manière à activer les systèmes $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}\bar{1}0 \}$.

Les vitesses de déformation recalculées pour le glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ à partir des données expérimentales de l'expérience Dio24 ne sont pas représentées. En effet, les valeurs de contraintes calculées pour cette expérience (Tableau III. 10) sont inutilisables car le fort gradient de contrainte mis en évidence dans l'expérience Dio24 (voir Figure IV.1) implique que les deux monocristaux ne sont pas soumis à la même contrainte.

L'ensemble des résultats obtenus pour les systèmes de glissement [100](010) et [010](100) montrent que ces systèmes sont plus difficilement activables à haute pression et haute température que les systèmes $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ 110 \}$. Le comportement des systèmes [100](010) et [010](100) ne semble pas varier entre les expériences de déformation de basse et de haute pression.

III-Du monocristal au polycristal

Les expériences de déformation sous pression réalisées durant cette étude ont permis de tester les systèmes de glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ 110 \}$ ainsi que [001](100), [001](010) et [001](110) et enfin [100](010) et [010](100). Nous avons montré que, pour des pressions supérieures à 7 GPa et des températures supérieures à 1100°C, la déformation est dominée par le glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ 110 \}$ ainsi que le glissement [001]. Pour ce dernier système, il nous semble que les plans {110} sont les plus facilement activables suivis par le plan (100). Les systèmes de glissement [100](010) et [010](100) considérés comme plus difficilement activables à basse pression le restent à haute pression.

Les études de déformation sur monocristaux orientés permettent d'obtenir des informations détaillées sur chaque système de glissement et sont nécessaires à une compréhension fine des mécanismes physiques mis en œuvre. Il est important cependant de transférer les données monocristallines à l'échelle de l'agrégat polycristallin et finalement de la roche. Ce premier passage entre le monocristal et le polycristal représente un problème complexe d'un point de vue mécanique. Chaque grain de l'agrégat va, en se déformant, être la source de conditions aux limites de chargement complexes sur ces voisins. Nous utiliserons dans cette discussion des résultats établis à l'aide d'une méthode numérique appelée modèle Visco-Plastic Self Consistent (VPSC). Ce modèle développé par Molinari et al., (1987) et étendu à l'étude des matériaux anisotropes par Lebensohn et Tomé, (1993) représente une approche simple mais performante du

comportement mécanique des agrégats, particulièrement utile dans la modélisation du développement d'orientations préférentielles. Les hypothèses de départ du modèle sont, premièrement que le cristal se déforme uniquement par glissements intracristallins selon les systèmes choisis et deuxièmement que le chargement de chaque grain peut être assimilé à une moyenne de l'agrégat.

Une étude portant sur la modélisation des orientations cristallographiques préférentielles des clinopyroxènes basée sur le modèle VPSC a été réalisée par Bascou et al., (2002). Deux jeux d'hypothèses de comportement mécanique (exprimés sous forme de contraintes critiques projetées ou CRSS (Critical Resolved Shear Stress)) ont été utilisés pour réaliser les calculs. Ils sont présentés dans le tableau IV.1. Deux valeurs d'exposant de contrainte ($n = 3,5$ et $n = 5$) ont également été testées.

systemes de glissement	CRSS 1	CRSS 2
[001](100)	1	1
[001](110)	10	1
[001](1 $\bar{1}$ 0)	10	1
110	3	1
[110](1 $\bar{1}$ 0)	3	1
[100](010)	3	8
[001](010)	8	8
[1 $\bar{1}$ 2](110)	10	8
[112](1 $\bar{1}$ 0)	10	8
[010](100)	10	8
[1 $\bar{1}$ 2](110)	10	8
[112](1 $\bar{1}$ 0)	10	8
[101](010)	10	8

Tableau IV.1 : Valeurs des contraintes critiques projetées (CRSS) utilisées par Bascou et al., (2002)

Les résultats de l'étude de Bascou et al., (2002) appellent deux commentaires. Le premier est que le comportement du clinopyroxène vis-à-vis du développement d'orientations préférentielles ne semble pas très sensible à de petites variations d'activité entre les systèmes de glissement majeurs. En effet, les différents jeux de données testés par Bascou et al. conduisent aux mêmes résultats. Les orientations cristallographiques obtenues en cisaillement pur sont caractérisées par une forte concentration des pôles (010) et des axes [001] perpendiculaire au plan X-Y et parallèle à l'axe X respectivement, avec Z défini parallèle à l'axe de sollicitation. Les pôles (110) et les axes [100] sont orientés aléatoirement. Nous notons cependant que le second jeu de données proposé par Bascou et al. est en parfait accord avec la vision de la plasticité du diopside sous pression qui émerge de notre travail.

Durant notre étude, des expériences de déformation de polycristaux de diopside ont été réalisées pour des pressions comprises entre 6,2 et 7,8 GPa et pour des températures comprises entre 1200°C et 1400°C et pour des déformations totales de 40% et 32% respectivement au cours des expériences Dio20 et Dio23. L'étude des textures par la méthode de l'EBSM dans ces polycristaux de diopside déformés a permis de

mettre en évidence une orientation cristallographique préférentielle correspondant à une forte concentration des axes [001] perpendiculairement à l'axe de sollicitation (parallèle à Z) et une concentration des plans (010) perpendiculairement au plan XY.

Ces résultats sont en parfait accord avec les orientations cristallographiques préférentielles obtenues par Bascou et al., (2002) grâce à un modèle VPSC basé sur des hypothèses parfaitement conforme à nos données. Cette concordance montre que nos données obtenues à partir d'expériences réalisées sur les monocristaux de diopside peuvent être transférés à l'échelle des agrégats polycristallins.

De nombreux travaux portant sur les clinopyroxènes déformés naturellement ou expérimentalement ont permis d'étudier en détail les systèmes de glissement mis en jeu pendant la déformation ainsi que les textures créées par cette déformation au sein des polycristaux. Parmi les études portant sur la déformation expérimentale de polycristaux naturels déformés expérimentalement (e.g. Mauler et al., 2000; Zhang et Green, 2007) celle de Zhang et al., (2006) est particulièrement intéressante à rapprocher de notre étude. Elle correspond à de la déformation sous pression de polycristaux qui sont ensuite caractérisés en EBSD et en Microscopie Electronique en Transmission. Des échantillons d'omphacite ont été déformés à 3 GPa, avec des vitesses de déformation de 10^{-4} à 10^{-5} s⁻¹ et pour des températures comprises entre 1030°C et 1230°C. L'analyse des textures dans ces échantillons met en évidence une concentration des axes [001] perpendiculairement à l'axe de sollicitation donc parallèle à la linéation et une concentration des pôles (010) perpendiculaire au plan de foliation. L'étude des microstructures a permis de caractériser les systèmes de glissement [001](110), [001](100), $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle\{110\}$ comme étant les systèmes de glissement responsables de la formation de ces textures ainsi que la faible présence de dislocations [100].

Ces résultats sont parfaitement en accord avec les travaux réalisés sur les matériaux déformés naturellement que sont les omphacites dans les éclogites (e.g. Van Roermund, 1983; Godard et Van Roermund, 1995; Mauler et al., 2001; Bascou et al, 2001).

De plus, les textures observées pour les échantillons déformés naturellement et expérimentalement sont similaires à celles observées dans les échantillons de diopside polycristallins déformés sous pression durant notre étude. Les systèmes de glissement caractérisés grâce à la microscopie Electronique en Transmission dans les monocristaux de diopside déformés sous pression sont également similaires aux systèmes de glissement observés dans les clinopyroxènes déformés naturellement et expérimentalement.

En résumé, les données mécaniques obtenues sur monocristaux ainsi que les microstructures caractérisées en MET dans les échantillons déformés semblent pouvoir être transférées à l'échelle du polycristal. Les textures de nos polycristaux de diopside déformés sous pression ont été caractérisées en EBSD. Les orientations cristallographiques préférentielles obtenues à partir d'un modèle VPSC, basé sur nos résultats expérimentaux sur monocristaux sont en accord avec les textures de nos échantillons polycristallins ainsi qu'avec celles caractérisées dans les échantillons de clinopyroxènes déformés naturellement.

Conclusion et perspectives

Dans cette étude nous avons étudié les propriétés mécaniques du diopside grâce à des expériences de déformation sous pression réalisées en D-DIA couplée au rayonnement synchrotron. Ce travail illustre qu'il est possible aujourd'hui de réaliser des expériences de déformation en routine grâce à la D-DIA pour des conditions couvrant l'ensemble des domaines de pression et de température du manteau supérieur. Cette technique, encore récente et en pleine évolution, nécessite de faire le point sur ses possibilités, comme sur ses limitations. La D-DIA présente l'avantage de découpler la pressurisation de la déformation. L'impact des phases de compression et de décompression (à température ambiante) reste à évaluer. Bien que nous n'ayons pas réalisé d'expériences spécifiques visant à vérifier les microstructures présentes dans l'échantillon juste avant la déformation, nous pensons que l'étape de recuit sous pression représente une phase importante afin de restaurer les défauts introduits lors de la mise sous pression. Lors de la décompression, le suivi en temps réel de la taille de l'échantillon représente un atout important des expériences réalisées en ligne afin de limiter les déformations involontaires liées à cette étape. Nos observations en MET ont mis en évidence la présence de macles qui peuvent être reliées à cette décompression. Il semble donc que dans le cas du diopside notre procédure permette de préserver les microstructures de déformation de haute température. La mesure de température pendant la déformation reste aujourd'hui un des points les plus critiques dans ces expériences. Le positionnement latéral des thermocouples conduit généralement à leur défaillance dès le début de la déformation. L'insertion d'un thermocouple vertical en remplacement des deux latéraux pourrait être une solution permettant de conserver les thermocouples plus longtemps pendant la déformation. Cependant la principale difficulté en ce qui concerne la température dans les expériences en D-DIA est de quantifier les gradients de température verticaux et horizontaux inhérents à la géométrie de l'assemblage. Le manque d'information sur l'importance de ces gradients est aujourd'hui une réelle difficulté et nous conduit souvent à surestimer l'incertitude sur nos températures. Cette incertitude importante a un impact très fort et tend à détériorer la qualité apparente des données mécaniques. Les mesures *in situ* de déformation et de contrainte possibles grâce au couplage de la presse et du rayonnement synchrotron sont le principal atout des ces expériences. La mesure de la déformation est réalisée de manière très précise surtout dans le cas de déformation de monocristaux car les feuilles métalliques servant de marqueurs de déformation sont généralement bien horizontales. En ce qui concerne la mesure de contrainte, des difficultés apparaissent à plusieurs niveaux. Le problème du calcul de la contrainte à partir des contraintes enregistrées par chaque famille de plans cristallographiques est aujourd'hui l'objet de nombreuses études. Les solutions qui ont été apportées dans les derniers mois dans le domaine technique, comme dans celui de la modélisation, semblent prometteuses. Cependant, l'utilisation de ces avancées pour le calcul de la contrainte ne permettra pas de résoudre les problèmes liés aux gradients de contrainte. En effet notre étude a permis de mettre en évidence la présence de gradients de contrainte au sein de l'assemblage qui, dans des cas heureusement rares, peuvent être très importants. Ces gradients apparaissent dans les expériences réalisées sur monocristaux et sur polycristaux. Ils ne sont visibles que dans le cas de mesures de diffraction réalisées sur plusieurs matériaux répartis sur la totalité de la colonne de compression. Nous avons montré dans cette étude que ces gradients de contrainte peuvent engendrer des erreurs importantes sur les données mécaniques notamment dans le cas d'expériences consistant à comparer la déformation de deux monocristaux. Nous pensons que l'obtention de

données mécaniques fiables passe obligatoirement par la mesure de la contrainte dans l'ensemble de la colonne de compression et par le couplage de la modélisation et de la diffraction pour le calcul de la contrainte.

L'étude des systèmes de glissement $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{ \bar{1}10 \}$ a permis de déterminer la loi rhéologique de haute pression. Celle-ci met en évidence un fort effet de pression sur ces systèmes. La valeur d'énergie d'activation plus élevée que celle déterminée dans la loi rhéologique de basse pression pourrait être la conséquence des interactions entre les dislocations $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ et les dislocations [001]. La comparaison entre les glissements $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ (plus actifs à basse pression et haute température) et [001] a mis en évidence une activité comparable de ses systèmes à haute pression. Les systèmes [100](010) et [010](100) considérés comme étant les plus difficilement activables à basse pression le reste à haute pression. Les résultats de notre étude sur monocristaux suggèrent donc que la déformation du diopside à haute pression et haute température est contrôlée par les glissements $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ et [001]. La teneur en eau de nos échantillons évolue au cours de la déformation mais reste très faible en comparaison de la teneur en eau du diopside à saturation. Il est peu probable que cette impureté affecte nos conclusions quant à l'activité respective des différents systèmes de glissement. En revanche, il est difficile de préjuger de l'influence de l'eau sur le comportement rhéologique mesuré. La réponse à cette question demande un nombre significatif d'expériences dédiées qui ne pouvaient être envisagées au cours de cette thèse. L'influence éventuelle de la fugacité d'H₂O sur la déformation du diopside reste une question ouverte et devra faire l'objet d'études ultérieures.

L'étude des microstructures en MET dans les échantillons déformés a permis montrer que le glissement de dislocations est le mode de déformation principal. La montée ne semble pas jouer un rôle majeur aux températures de l'étude (jusqu'à 1400°C). Les dislocations $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ présentent de longs segments coins montrant une forte friction de réseau. Nous suggérons que cette friction de réseau pourrait provenir d'une dissociation de montée à haute température. Les segments vis plus mobiles semblent pouvoir changer de plan de glissement par glissement dévié. Les dislocations [001] montrent une faible friction de réseau et ne présentent pas d'évidence de dissociation. Les plans {110} ont été caractérisés comme étant les principaux plans de glissement avec également une évidence de glissement dans le plan (100). Les glissements [100] et [010] ont pour la première fois été activés dans des expériences de déformation. Alors que les dislocations [010] restent très marginales, les dislocations [100] sont présentes en grand nombre. Nous pensons que la difficulté des dislocations [100] à glisser est la conséquence d'un changement de structure de cœur avec des composantes hors du plan de glissement.

Les études sur monocristaux présentent l'avantage de bien isoler la contribution des différents systèmes de glissement. Il était cependant nécessaire de s'assurer que les données obtenues pouvaient être transférées à l'échelle du polycristal. Pour cela, nous avons travaillé dans deux directions. Nous avons déformé des polycristaux dont les textures ont été caractérisées en EBSD. Nous nous sommes ensuite basés sur les modélisations VPSC disponibles dans la littérature. Nous constatons qu'une modélisation basée sur nos résultats de monocristaux permettent de rendre parfaitement compte des textures de nos échantillons

polycristallins déformés expérimentalement, comme de celles des échantillons de clinopyroxènes déformés naturellement. Nous considérons donc que nos résultats fournissent une description satisfaisante de la plasticité du diopside à haute pression et haute température qui permet de décrire le comportement des clinopyroxènes dans la nature.

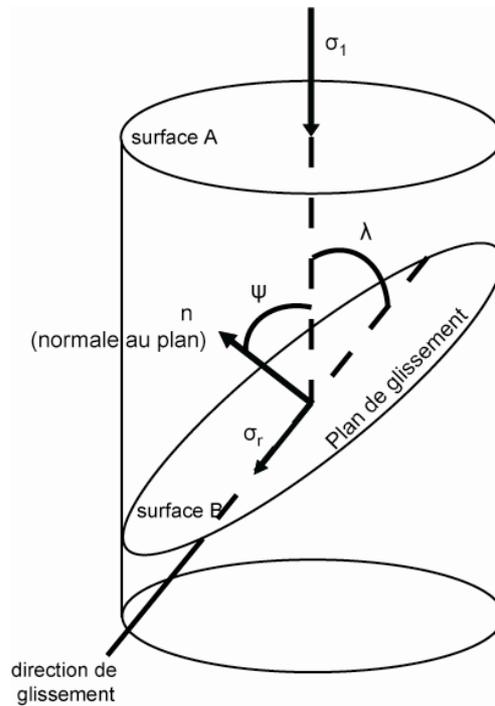
Le manque de données sur la déformation des clinopyroxènes à haute pression a conduit dans les dernières années à utiliser les données de basse pression pour modéliser l'anisotropie sismique du manteau supérieur. Notre étude valide cette approche. En effet, les orientations cristallographiques préférentielles du diopside sont les mêmes à haute température et basse pression qu'aux conditions pression température du manteau supérieur. De ce fait les clinopyroxènes auront tendance à réduire l'anisotropie en ayant une contribution opposée à celle du minéral prépondérant qu'est l'olivine (Mainprice et al., 2000).

Annexes

Annexe I

Facteur de Schmid

Dans un monocristal, l'activation d'un système de glissement particulier dépend de son aptitude intrinsèque au glissement (souvent exprimée de manière macroscopique sous la forme d'un paramètre appelé cission critique), mais aussi de la manière dont il est sollicité mécaniquement. Cette sollicitation correspond, pour une condition de chargement donnée, à la cission projetée, dans le plan de glissement selon la direction de glissement. Dans le cas d'une sollicitation uniaxiale, cette cission projetée est directement reliée à la contrainte appliquée par l'intermédiaire d'un paramètre appelé facteur de Schmid et dont l'expression est la suivante :



$$\sigma_r = \frac{A}{B} \sigma_1 \cos \lambda = (\cos \psi \cos \lambda) \sigma_1 = S \sigma_1$$

$$S = \text{facteur de Schmid} = \cos \psi \cos \lambda$$

Il est à noter que dans le cas présent la contrainte est triaxiale. Elle peut être cependant décomposée en une composante hydrostatique et une composante déviatorique uniaxiale, ce qui justifie l'utilisation des facteurs de Schmid pour déterminer l'orientation à utiliser pour activer un système de glissement donné.

Annexe II

Coefficient de déformation

Contribution d'un système de glissement $[u\ v\ w](h\ k\ l)$ sur le raccourcissement d'un échantillon

L'examen en microscopie électronique de nos échantillons révèle systématiquement la présence de dislocations dans des systèmes non intentionnellement activés. Se pose alors la question de la pertinence des lois rhéologiques attribuées à l'activation d'un système de glissement particulier.

Les lois rhéologiques reposent sur la mesure du raccourcissement de l'échantillon qui est attribué au glissement des dislocations dans un système de glissement donné. Dans le cas de l'activation de glissements multiples, quelle est la contribution relative de ces différents systèmes ?

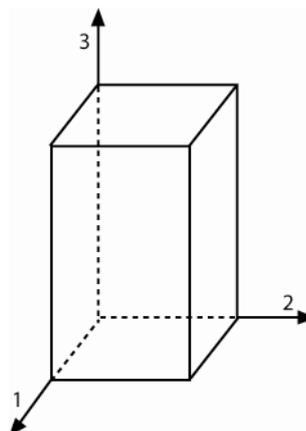
Considérons un système de glissement $[uvw](hkl)$. Plaçons nous dans le plan de glissement et construisons un repère $(1', 2', 3')$ tel que :

- $1'$ est parallèle à $[u\ v\ w]$
- $3'$ est parallèle à la normale au plan $(h\ k\ l)$

Dans ce repère, le passage de dislocations (densité ρ , vecteur de Burgers de module b , vitesse v) est responsable d'un cisaillement simple $\varepsilon_{21'} = \varepsilon' = \rho b v$ (relation d'Orowan)

$$\varepsilon = \begin{pmatrix} 0 & 0 & \varepsilon' \\ 0 & 0 & 0 \\ \varepsilon' & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

A l'éprouvette est associée un repère $(1, 2, 3)$:



Le raccourcissement de l'échantillon correspond donc au terme ϵ_{33} du tenseur des déformations.

$$\epsilon_{33} = \langle 3 | 1' \rangle \langle 3 | 2' \rangle \epsilon' + \langle 3 | 2' \rangle \langle 3 | 1' \rangle \epsilon' = 2 \langle 3 | 1' \rangle \langle 3 | 2' \rangle \epsilon'$$

$$\epsilon_{33} = 2 \langle 3 | 1' \rangle \langle 3 | 2' \rangle \rho b v$$

Le terme v est bien sûr inconnu, mais cette expression permet, grâce au coefficient $2 \langle 3 | 1' \rangle \langle 3 | 2' \rangle$, de déterminer l'efficacité géométrique relative de deux systèmes de glissement vis-à-vis de la déformation ϵ_{33}

Si on prend comme exemple les systèmes de glissement $[001](110)$ et $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle (1\bar{1}0)$ dans le cas des échantillons orientés dans la direction $[2]$ avec un axe de compression parallèle à $[\bar{1}50]$ (Figure IV.4, page 127) et que l'on considère que la totalité de la déformation de l'échantillon dans cette orientation est la conséquence de l'activation de ces deux systèmes seulement alors :

$$\epsilon_{33} = \text{contribution du système } [001](110) + \text{contribution du système } \frac{1}{2}[110](1\bar{1}0)$$

On obtient d'après la figure IV.4 ainsi que les densités de dislocations précisées dans la partie II.1 du Chapitre III (page 87):

$$\epsilon_{33} = 0,060 \times 5.10^{-12} \times b_1 v_1 + 0,932 \times 5.10^{-12} \times b_2 v_2$$

La contribution du système $[001](110)$ à la déformation de l'échantillon n'est donc au maximum que de 6% bien que la densité des dislocations $[001]$ et $\frac{1}{2}[110]$ au sein de l'échantillon soient identiques.

Annexe III

Courbes de déformation des expériences réalisées sur les monocristaux de diopside

Pour chacune des orientations testées durant cette étude, seulement une partie des courbes de déformation obtenues a été présentée dans le Chapitre III de ce document. Cette annexe rassemble les courbes de déformation pour les expériences réalisées sur les monocristaux et sur les polycristaux absentes du Chapitre III.

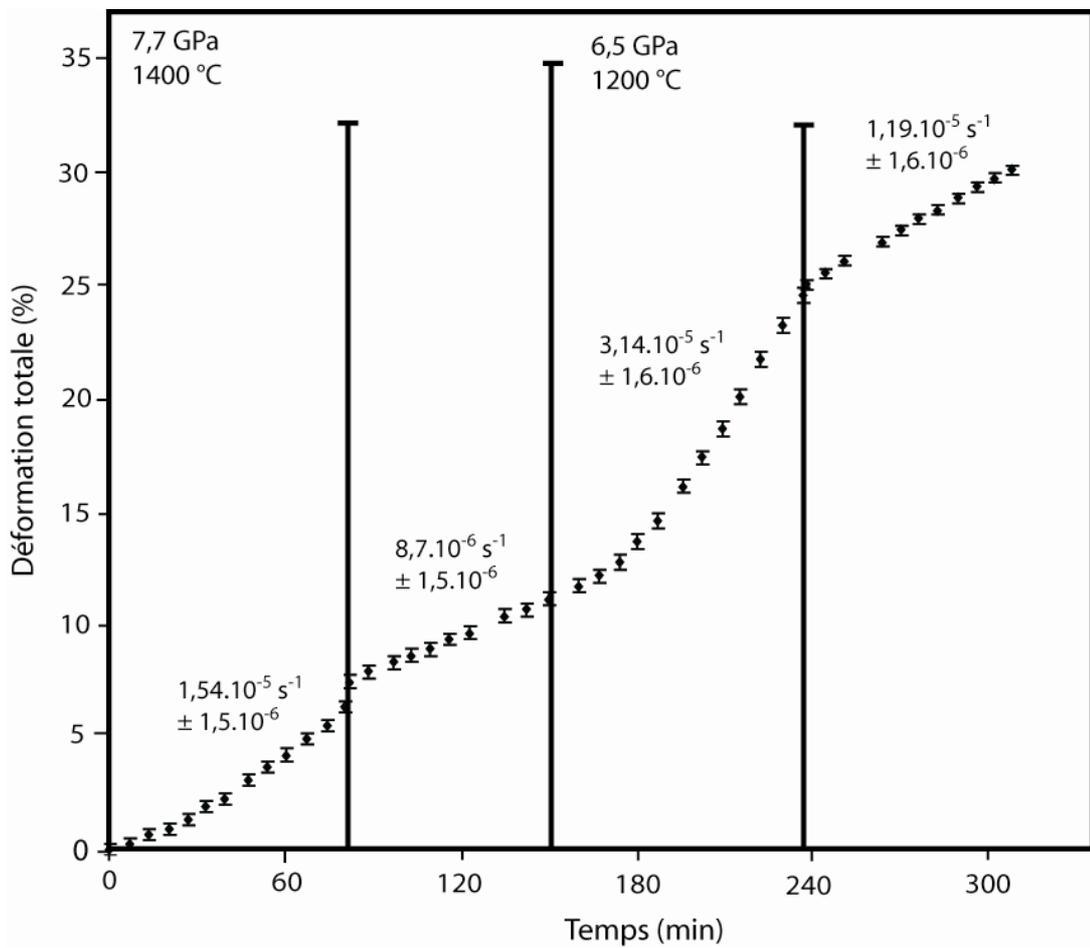


Figure AIII.1 : Déformation totale du monocristal de diopside Dio17 orienté selon [2] en fonction du temps.

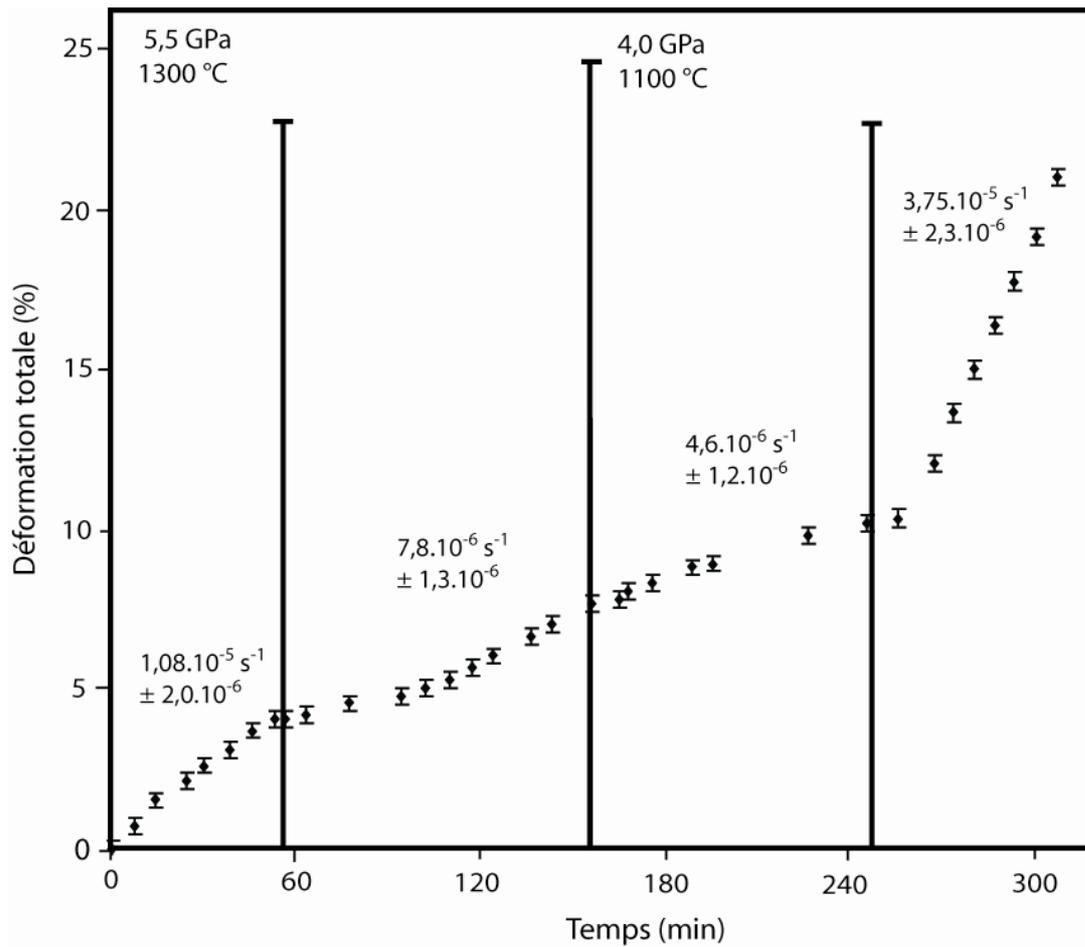


Figure AIII.2 : Déformation totale du monocristal de diopside Dio11 orienté selon [4] en fonction du temps.

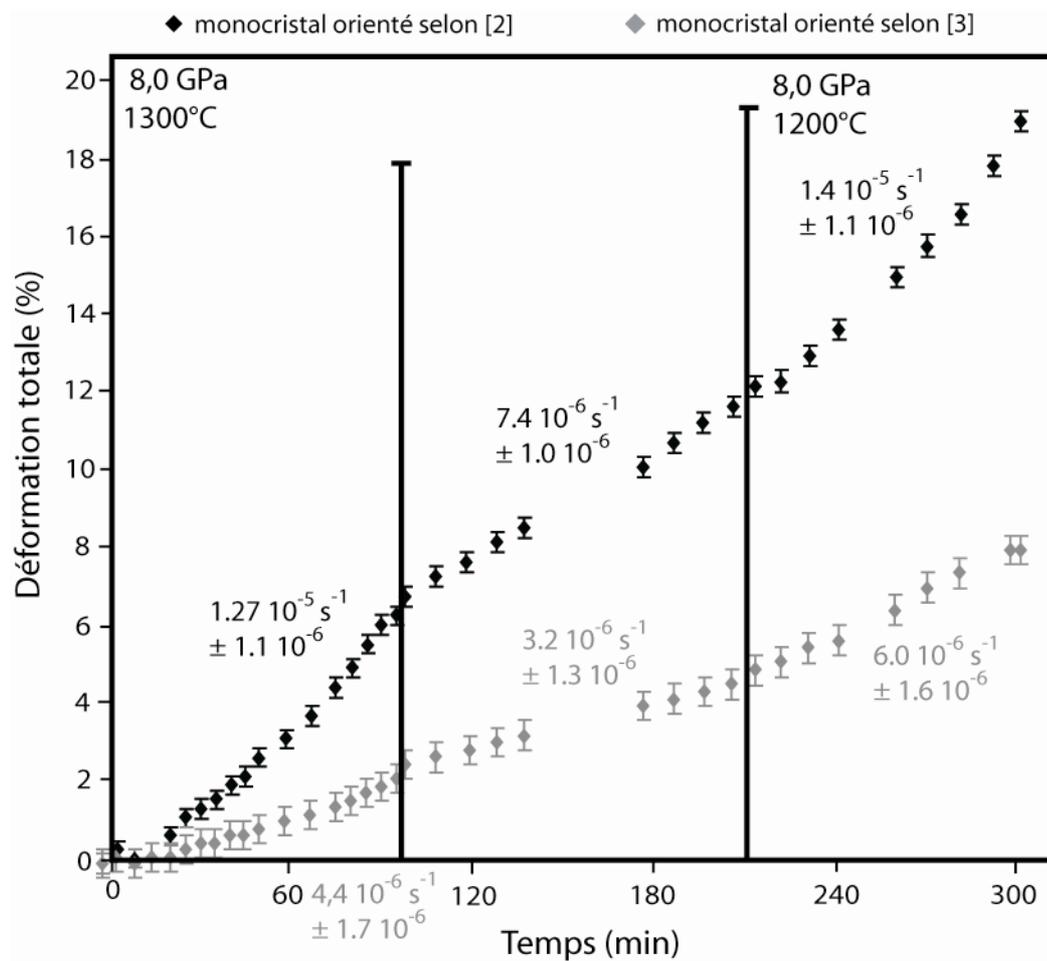


Figure AIII.3 : Déformation totale des monocristaux de diopside de l'expérience Dio24 en fonction du temps. Les losanges noirs pour le monocristal orienté selon [2] et les losanges gris pour celui orienté selon [3].

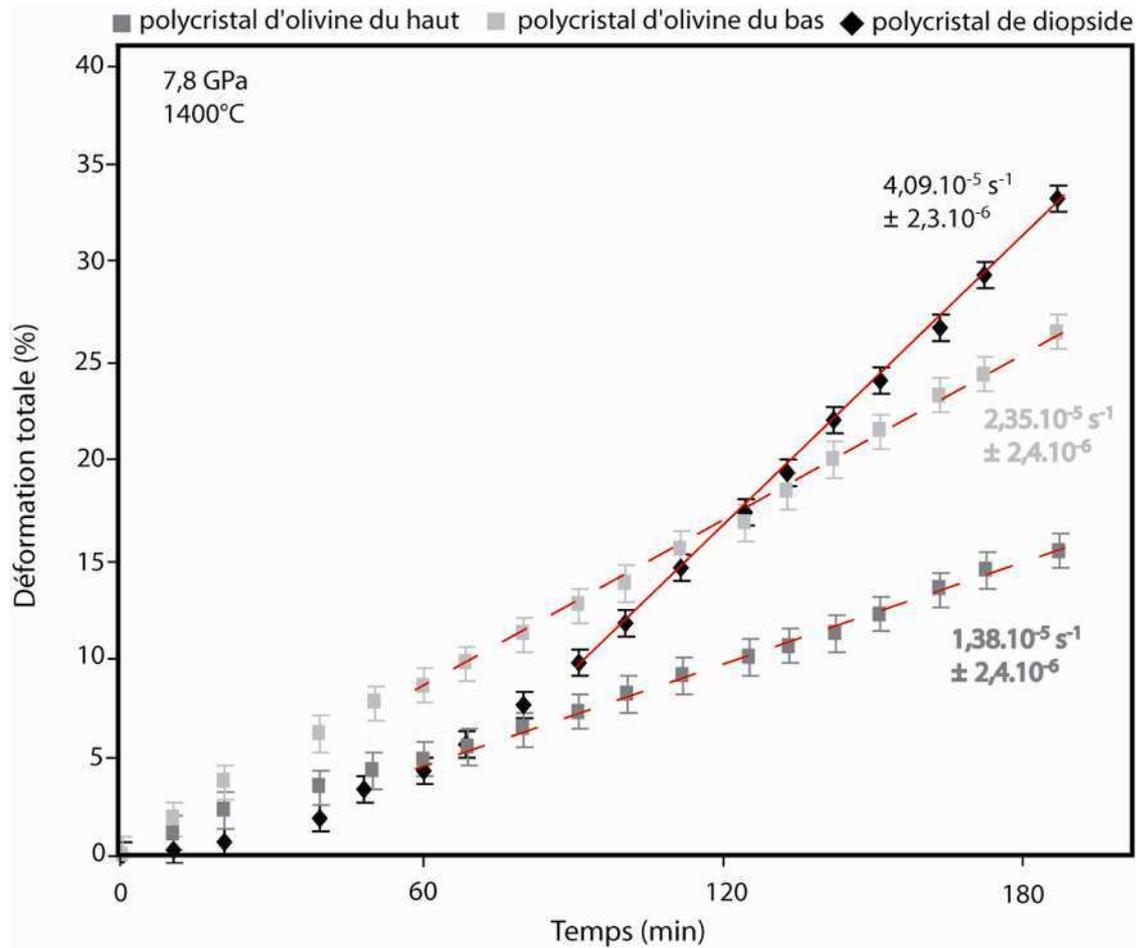


Figure AIII.4 : Déformation totale des polycristaux de diopside et d'olivine de San Carlos de l'expérience Dio23 en fonction du temps. Les carrés gris clairs et gris foncés correspondent respectivement au polycristal d'olivine de San Carlos du bas et du haut. Les losanges noirs représentent le polycristal de diopside situé au centre de l'assemblage.

Bibliographie

- Avé Lallemant, H. (1978), 'Experimental deformation of diopside and websterite', *Tectonophysics* **48**, 1-27.
- Bascou, J.; Barruol, G.; Vauchez, A.; Mainprice, D. & Egydio-Silva, M. (2001), 'EBSD-measured lattice-preferred orientations and seismic properties of eclogites', *Tectonophysics* **342**, 61-80.
- Bascou, J.; Tommasi, A. & Mainprice, D. (2002), 'Plastic deformation and development of clinopyroxene lattice preferred orientations in eclogites', *Journal of Structural Geology* **24**, 1357-1368.
- Bell, D. & Rossman, G. (1992), 'Water in Earth's mantle : the role of Nominally Anhydrous Minerals', *Science* **255**, 1391-1397.
- Boland, J. & Tullis, T. (1986), 'Deformation behaviour of wet and dry clinopyroxenite in the brittle to ductile transition region'. *dans* Mineral and Rock deformation: Laboratory studies. Hobbs, B. & Heard, H., Washington D.C., American Geophysical Union, Geophysical Monograph **36**, 35-49.
- Brenker, F.; Prior, D. & Müller, W. (2002), 'Cation ordering in omphacite and effect on deformation mechanism and lattice preferred orientation LPO', *Journal of Structural Geology* **24**, 1991-2005.
- Buatier, M.; Van Roermund, H.; Drury, M. & Lardeaux, J.M. (1991), 'Deformation and recrystallisation mechanisms in naturally deformed omphacites from the Sesia-Lanzo zone; geophysical consequences', *Tectonophysics* **195**, 11-27.
- Burnley, P. & Zhang, D. (2008), 'Interpreting in situ X-ray diffraction data from high pressure deformation experiments using Elastic Plastic Self Consistent models : an example using quartz', *Journal of Physics Condensed Matter* **20**, 285201.
- Bystricky, M. & Mackwell, S. (2001), 'Creep of dry clinopyroxene aggregates', *Journal of Geophysical Research* **106**(B7), 13443-13454.
- Cameron, M. & Papike, J. (1981), 'Structural and chemical variations in pyroxenes', *American Mineralogist* **66**, 1-50.
- Chen, J.; Li, L.; Weidner, D. & Vaughan, M. (2004), 'Deformation experiments using synchrotron X-rays: in situ stress and strains measurements at high pressure and temperature', *Physics of the Earth and Planetary Interiors* **143-144**, 347-356.
- Chen, S.; Hiraga, T. & Kohlstedt, D. (2006), 'Water weakening of clinopyroxenes in the dislocation creep regime', *Journal of Geophysical Research* **111**, B08203.
- Cherns, D. & Preston, A. (1986), 'Convergent-beam diffraction of crystal defects', *Proceedings Eleventh International Congress on Electron Microscopy* **1**, 721.

- Cordier, P. & Rubie, D. (2001), 'Plastic deformation of minerals under extreme pressure using a multi-anvil apparatus', *Material Science and Engineering* **A309-310**, 38-43.
- Cordier, P.; Thurel, E. & Rabier, J. (2002), 'Stress determination in multianvil deformation experiments based on dislocation curvatures measurements: Application to wadsleyite and ringwoodite', *Geophysical Research Letters* **29**, 101029-101033.
- Cordier, P.; Couvy, H.; Merkel, S. & Weidner, D. (2005), 'Plastic deformation of minerals at high pressure: experimental techniques', *EMU Notes in Mineralogy* **7**, 339-355.
- Couvy, H.; Frost, D.; Heidelbac, F.; Nyilas, K.; Ungár, T.; Mackwell, S. & Cordier, P. (2004), 'Shear deformation experiments of forsterite at 11 GPa-1400°C in the multianvil apparatus', *European Journal of Mineralogy* **16**, 877-889.
- Couvy, H. (2005), 'Experimental deformation of forsterite, wadsleyite and ringwoodite: implications for seismic anisotropy of the Earth's mantle', PhD thesis, Universität Bayreuth and Université des Sciences et Technologies de Lille.
- Dimanov, A.; Lavie, M.; Dresen, G.; Ingrin, J. & Jaoul, O. (2003), 'Creep of polycrystalline anorthite and diopside', *Journal of Geophysical Research* **108**(B1), 2061.
- Dingley, D. (1984), 'Diffraction from sub-micron areas using electron backscattering in a scanning electron microscope', *Scanning Electron Microscopy* **2**, 569-575.
- Durham, W.; Weidner, D.; Karato, S.-i. & Wang, Y. (2002) 'New developments in deformation experiments at high pressure'. *dans* Plastic deformation of minerals and rocks. Karato, S.-i. & Wenk., H. Washington D.C., MSA **51**, 21-49.
- Durinck, J.; Legris, A. & Cordier, P. (2005), 'Influence of crystal chemistry on ideal shear strength in forsterite: first-principle calculations', *American Mineralogist* **90**, 1072-1077.
- Dziewonski, A. & Anderson, D. (1981), 'Preliminary reference Earth Model', *Physics of the Earth and Planetary Interiors* **25**, 297-356.
- Godard, G. & Van Roermund, H. (1995), 'Deformation-induced clinopyroxenes fabrics from eclogites', *Journal of Structural Geology* **17**(10), 1425-1443.
- Green, D. & Ringwood, A. (1963), 'Mineral assemblages in a model mantle composition', *Journal of Geophysical Research* **68**, 937-945.
- Green, H. & Borch, R. (1989), 'A new molten salt cell for precision stress measurement at high pressure', *European Journal of Mineralogy* **1**, 213-219.

- Griggs, D.; Turner, F. & Heard, H. (1960) 'Deformation of rocks at 500°C to 800°C' *dans* Rock Deformation Griggs, D. & Handin, J., Geological Society of America **79**, 39-104.
- Griggs, D. (1967), 'Hydrolytic weakening of quartz and other silicates', *Geophysical Journal of the Royal Astronomical Society* **14**, 19-31.
- Hill, F.; Gibbs, G. & Jr, M. B. (1994), 'Bond stretching force constant and compressibilities of nitride, oxide and sulfide coordination polyhedra in molecules and crystals', *Structural Chemistry* **5**, 349-355.
- Hornemann, U. & Müller, W. (1991), 'Shock-induced deformation twins in clinopyroxene', *Meteoritics* **26**, 105-109.
- Ingrin, J.; Doukhan, N. & Doukhan, J.C. (1991), 'High-temperature deformation of diopside single crystal -2. Transmission Electron Microscopy investigation of the defect microstructures', *Journal of Geophysical Research* **96**(B9), 14287-14297.
- Ingrin, J.; Doukhan, N. & Doukhan, J.C. (1992), 'Dislocation glide systems in diopside single crystals deformed at 800-900°C', *European Journal of Mineralogy* **4**, 1291-1302.
- Ingrin, J. (1992), 'Propriétés physico-chimique du diopside : deformation, défauts OH⁻, préfusion et fusion précoce', Thèse d'Habilitation à Diriger les Recherches, Université de Lille-Flandres-Artois.
- Irfune, T. & Ohtani, E. (1986), 'Melting of pyrope up to 100 kbar: Possibility of a pressure-induced structural change in pyrope melt', *Journal of Geophysical Research* **91**, 9357-9366.
- Ishida, H.; Miyamoto, N. & Kohra, K. (1976), 'Determination of the Burgers vector of a dislocation from equal-thickness fringes observed with a plane wave of X-rays', *Journal of Applied Crystallography* **9**, 240-241.
- Ishida, Y.; Ishida, H.; Kohra, K. & Ichinose, H. (1980), 'Determination of the Burgers vector of a dislocation by weak-beam imaging in a HVEM', *Philosophical Magazine* **4**, 453-462.
- Jaoul, O. & Raterron, P. (1994), 'High-temperature of diopside crystal -3. Influences of pO_2 and SiO_2 precipitation', *Journal of Geophysical Research* **99**(B5), 9423-9439.
- Katayama, I. & Nakashima, S. (2003), 'Hydroxyl in clinopyroxene from the deep subducted crust: evidence for H_2O transport into the mantle', *American Mineralogist* **88**, 229-234.
- Kawai, N. & Endo, S. (1970), 'The generation of ultrahigh hydrostatic pressures by a split sphere apparatus', *Review of Scientific Instruments* **41**, 1178-1181.

- Kirby, S. & Christie, J. (1977), 'Mechanical twinning in diopside $\text{Ca}(\text{Mg,Fe})\text{Si}_2\text{O}_6$: structural mechanism and associated crystal defects', *Physics and Chemistry of Minerals* **1**, 137-163.
- Kirby, S. & Kronenberg, A. (1984), 'Deformation of clinopyroxenite: evidence for a transition in flow mechanisms and semibrittle behavior', *Journal of Geophysical Research* **89**, 3177-3192.
- Kollé, J. & Blacic, J. (1982), 'Deformation of single-crystal clinopyroxenes - 1. Mechanical twinning in diopside and hedenbergite', *Journal of Geophysical Research* **87**(B5), 4019-4034.
- Kollé, J. & Blacic, J. (1983), 'Deformation of single-crystal clinopyroxenes -2. Dislocation-controlled flow precesses in hedenbergite', *Journal of Geophysical Research* **88**(B3), 2381-2393.
- Lebensohn, R. A. & Tomé, C. (1993), 'A self-consistent anisotropic approach for the simulation of plastic deformation and development of polycrystal : application to zirconium alloys', *Acta Metallica Materialia* **41**, 2611-2624.
- Leroux, H.; Devouard, B.; Cordier, P. & Guyot, F. (2004), 'Pyroxene microstructure in the Northwest Africa 856 martian meteorite', *Meteoritics and Planetary Science* **39**(5), 711-722.
- Li, L.; Weidner, D.; Raterron, P.; Chen, J. & Vaughan, M. (2004), 'Stress measurement of deforming olivine at high pressure', *Physics of the Earth and Planetary Interiors* **143**(1-2), 357-367.
- Liebermann, R. & Wang, Y. (1992). 'Characterization of sample environment in a uniaxial split-sphere apparatus'. *dans High-Pressure Research; Application of the Earth and Planetary Sciences*. Syono, Y. & Manghnani, M.H.. Washington D.C., American Geophysical Union **67**, 19-31.
- Mainprice, D.; Barruol, G. & Ben Ismaïl, W. (2000) 'The seismic anisotropy of the Earth's mantle : from single crystal to polycrystal'. *dans Earth's deep interior : Mineral Physics and tomography from the atomic to the global scale*. Karato, S.-i., Forte, A.M., Liebermann, R.C., Master, G. & Stixrude, L. Washington D.C., American Geophysical Union **117**, 237-264.
- Mauler, A.; Bystricky, M.; Kunze, K. & Mackwell, S. (2001) 'Microstructures and lattice preferred orientations in experimentally deformed clinopyroxène aggregates', *Journal of Structural Geology* **22**, 1633-1648.
- Mauler, A.; Godard, G. & Kunze, K. (2001) 'Crystallographic fabrics of omphacite, rutile and quartz in Vendée eclogites (Armorican Massif, France). Consequences for deformation mechanisms and regimes', *Tectonophysics* **342**, 81-112.
- McLaren, A. (1991) 'Mineralogical applications of TEM' *dans Transmission electron microscopy of minerals and rocks*. Putnis, A., & Liebermann, R.C. Cambridge University Press **2**, 284-363.

- Molinari, A.; Canova, G. & Azhy, S. (1987), 'A self-consistent approach of the large deformation crystal polycrystal viscoplasticity', *Acta Metallica* **35**, 2983-2994.
- Müller, W.; Brenker, F.; Barnet, E. & Franz, G. (2004), 'Chain multiplicity faults in deformed omphacite from eclogite', *European Journal of Mineralogy* **16**, 37-48.
- Osugi, J.; Shimizu, K.; Inoue, K. & Yasunami, K. (1964), 'A compact cubic anvil high pressure apparatus', *Review of Physical Chemistry of Japan* **34**(1), 1-6.
- Paterson, M. (1970), 'A high-pressure, high-temperature apparatus for rock deformation', *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* **7**, 517-526.
- Philippot, P. & Van Roermund, H. (1992), 'Deformation processes in eclogitic rock : evidence for the rheological delamination of the oceanic crust in deeper levels of subduction zones', *Journal of Structural Geology* **14**, 1059-1077.
- Raleigh, C. & Talbot, J. (1967), 'Mechanical twinning in naturally and experimentally deformed diopside', *American Journal of Science* **265**, 151-165.
- Raterron, P. & Jaoul, O. (1991), 'High-temperature deformation of diopside single-crystal -1. Mechanical data', *Journal of Geophysical Research* **96**(B9), 14277-14286.
- Rateron, P. (1992), 'Fluage et fusion partielle précoce du diopside monocristallin', thèse de doctorat, Université de Paris Sud.
- Raterron, P.; Doukhan, N.; Jaoul, O. & Doukhan, J.C. (1994), 'High-temperature deformation of diopside IV: predominance of {110} glide above 1000°C', *Physics of the Earth and Planetary Interiors* **82**, 209-222.
- Rybacki, E.; Renner, J.; Konrad, K.; Harott, W.; Rummel, F. & Stöckhert, B. (1998), 'A servohydraulically-controlled deformation apparatus for rock deformation under conditions of ultra-high pressure metamorphism', *Pure and Applied Geophysics* **152**, 579-606.
- Sharp, T.; Bussod, G. & Katsura, T. (1994), 'Microstructures in $Mg_{1.8}Fe_{0.2}SiO_4$ experimentally deformed at transition zone conditions', *Physics of the Earth and Planetary Interiors* **86**, 69-83.
- Shen, G. & Lazor, P. (1995), 'Measurement of melting temperatures of some minerals under lower mantle pressures', *Journal of Geophysical Research* **100**(B9), 17699-17713.
- Singh, A.; Balasingh, C.; Mao, H.; Hemley, R. & Shu, J. (1998), 'Analysis of lattice strain measured under nonhydrostatic pressure', *Journal of Applied Physics* **83**(12), 7567-7575.

- Skogby, H.; Bell, D. & Rossman, G. (1990), 'Hydroxide in pyroxene: variations in the natural environment', *American Mineralogist* **75**, 764-774.
- Skogby, H. (1994), 'OH incorporation in synthetic clinopyroxene', *American Mineralogist* **79**, 240-249.
- Skrotzki, W. (1994), 'Defect structure and deformation mechanisms in naturally deformed augite and enstatite', *Tectonophysics* **229**, 43-68.
- Smyth, J.; Bell, D. & Rossman, G. (1991), 'Incorporation of hydroxyl in upper-mantle clinopyroxenes', *Nature* **351**, 732-735.
- Tanaka, M.; Saito, R.; Ueno, K. & Harada, Y. (1980), 'Large-Angle Convergent-Beam Electron Diffraction', *Journal of Electron Microscopy* **29**, 408-412.
- Thurel, E. & Cordier, P. (2003a), 'Plastic deformation of wadsleyite: I. High-pressure deformation in compression', *Physics and Chemistry of Minerals* **30**, 256-266.
- Thurel, E.; Cordier, P.; Frost, D. & Karato, S. (2003b), 'Plastic deformation of wadsleyite: II. High-pressure deformation in shear', *Physics and Chemistry of Minerals* **30**, 267-270.
- Van Roermund, H. & Boland, J. (1981), 'The dislocation substructures of naturally deformed omphacites', *Tectonophysics* **78**, 403-418.
- Van Roermund, H. (1983), 'Petrofabrics and microstructures of omphacites in a high temperature eclogite from the Swedish Caledonides', *Bulletin de Minéralogie* **106**, 709-713.
- Vincent, R., & Midgley, P.A. (1994) 'Double conical beam-rocking system for measurement of integrated electron diffraction intensities', *Ultramicroscopy*, **53**(3), 271-282.
- Wang, Y.; Durham, W.; Getting, I. & Weidner, D. (2003), 'The deformation-DIA: a new apparatus for high temperature triaxial deformation to pressure up to 15 GPa', *Review of Scientific Instruments* **74**(6), 3002-3011.
- Weidner, D. (1998), 'Rheological Studies at high pressure', *Reviews in Mineralogy and Geochemistry* **37**, 493-524.
- Weidner, D.; Wang, Y.; Chen, G. & Vaughan, M. (1998), 'Rheology measurements at high-pressure and temperature'. *dans* Properties of the Earth and Planetary Materials at High Pressure and Temperature. Syono, Y. & Manghnani, M.H.. Washington D.C., Geophysical Monograph **101**, 473-480.
- Weidner, D. & Li, L. (2006), 'Measurements of stress using synchrotron X-rays', *Journal of Physics : Condensed Matter* **18**, 1061-1067.

- Wiezorek, J.; Humphreys, C. & Fraser, H. (1997), 'Determining directly from experiment the magnitude of the Burgers vector of glissile <c>-component dislocations in Ti₃Al', *Philosophical Magazine Letters* **75**, 281-289
- Williams, D. & Kennedy, G. (1969), 'Melting curve of diopside to 50 Kilobars', *Journal of Geophysical Research* **74**(17), 4359-4366.
- Yamazaki, D. & Karato, S. (2001), 'High-pressure rotational deformation apparatus to 15 GPa', *Review of Scientific Instruments* **72**(11), 4207-4211.
- Zhang, J.; Green, H. & Bozhilov, K. (2006), 'Rheology of omphacite at high temperature and pressure and significance of its lattice preferred orientations', *Earth and Planetary Science Letters* **246**, 432-443.
- Zhang, J. & Green, H. (2007), 'Experimental investigation of eclogite rheology and its fabrics at high temperature and pressure', *Journal of Metamorphic Geology* **25**, 97-115.